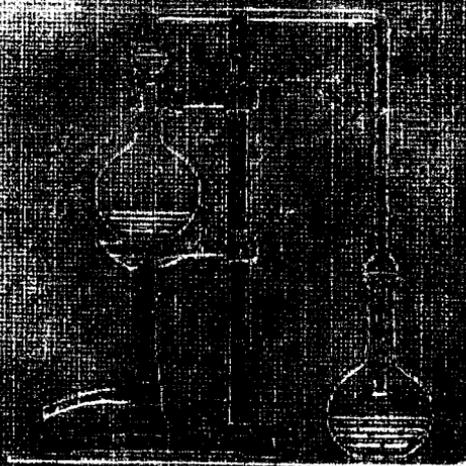


Л. И. ВОСКРЕСЕНСКИЙ

ТЕХНИКА ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ



П. И. ВОСКРЕСЕНСКИЙ

ТЕХНИКА
ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

ИЗДАНИЕ 9-ОЕ
РАСШИРЕННОЕ И ПЕРЕРАБОТАННОЕ

Цена 4 р. 25 к., перепл. 1 р. 25 к.

НКТП  СССР

ОНТИ • ГЛАВНАЯ РЕДАКЦИЯ ХИМИЧЕСКОЙ ЛИТЕРАТУРЫ МОСКВА • 1938

91

Книга является пособием в практической работе в химической лаборатории; она содержит описание лабораторного химического оборудования и приемов обращения с ним.

Книга может быть рекомендована как руководство в повседневной работе препараторов и лаборантов.

Государственная
НАУЧНАЯ
БИБЛИОТЕКА
Н. К. Т. П.

1882/24
38

542
В 763

ГОС ПУБЛИЧНАЯ
НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ
БИБЛИОТЕКА СССР

2752 ¹⁶/₆₀

1938
ПРОТЕЖИ

△
2023

К ЧИТАТЕЛЮ

Издательство просит присылать Ваши замечания и отзывы об этой книге по адресу: Москва, Новая пл., 10, подъезд 11, Главной редакции химической литературы.

ПРЕДИСЛОВИЕ КО 2-МУ ИЗДАНИЮ

Пять лет, прошедшие между первым и вторым изданием „Техники лабораторных работ“, показали, что эта книга заняла соответствующее место в практических руководствах для химических лабораторий. Каждый начинающий работать в химической лаборатории — студент, лаборант или другой работник — вначале чувствует некоторую неловкость при соприкосновении с лабораторным оборудованием и при проведении своих первых работ. В этом случае знакомство с техникой лабораторных работ, пусть даже по книге, является крайне необходимым. Наблюдения автора показали, что люди, не работавшие в лаборатории, после ознакомления с соответствующей книгой чувствовали себя с первых же шагов работы более уверенно и избегали ряда ошибок, которые могли возникнуть по неопытности.

Первое издание книги имело ряд недостатков, которые в настоящем издании автором исправлены. Автор расширил ряд глав первого издания, переработал некоторые из них, а также ввел ряд новых глав, отсутствующих в первом издании. Введена дополнительная глава о работе с литературой и о составлении отчетов. Необходимость этой главы очевидна, так как не секрет, что эта сторона является наиболее слабым местом многих наших специалистов.

П. Воскресенский

Москва.
1937 г.

ОГЛАВЛЕНИЕ

	Стр.
Предисловие ко второму изданию	3
Введение	7
<i>О работе в лаборатории</i>	12
<i>Лаборатория и рабочий стол</i>	12
1. Мытье и сушка химической посуды	14
<i>Мытье посуды. а) Мытье водой. б) Мытье паром. в) Хромовая смесь. г) Серная кислота и щелочь. д) Органические растворители</i>	—
<i>Сушка посуды. а) Сушка на колышках. б) Сушильный стол. в) Сушка воздухом. г) Сушка спиртом и эфиром. д) Сушка в сушильном шкафу</i>	19
<i>Дистиллированная вода</i>	21
2. Нагревание и прокаливание	24
<i>Горелки и обращение с ними. а) Спиртовые горелки. б) Бензиновые и керосиновые горелки. в) Газовые горелки. г) Стенные водонагреватели</i>	—
<i>Карбюраторы</i>	29
<i>Проведение операции нагревания. а) Водяная баня. б) Воздушная баня. в) Песочная баня. г) Масляная баня. д) Глицериновая баня. е) Парафиновая баня. ж) Металлическая баня. з) Нагревание парами веществ с постоянной температурой кипения</i>	31
<i>Проведение операции прокаливания</i>	36
<i>Электрические нагревательные приборы. а) Плиты. б) Водяные бани. в) Муфельные печи. г) Воронка для горячего фильтрования</i>	—
3. Весы и взвешивание	42
4. Термометры и обращение с ними	47
<i>Проверка термометров</i>	50
5. Пробки и обращение с ними	52
а) Корковые пробки. б) Резиновые пробки. в) Стекланные пробки	59
6. Химическая посуда и другие принадлежности	59
<i>Стекланная посуда</i>	—
<i>А. Группа общего назначения. а) Пробирки. б) Воронки простые. в) Воронки делительные и капельные. г) Стаканы. д) Колбы плоскодонные. е) Колбы Эрленмейера. ж) Колбы для фильтрования (Бунзена). з) Реторты. и) Измерительные цилиндры. к) Кристаллизаторы. л) Холодильники (Либиха, Алина и Сокслета). м) Пипетки. н) Бюретки. о) Сифон. п) Вакуум-насос. р) Нагнетательный водоструйный насос</i>	—
<i>Б. Группа специального назначения. а) Круглодонные колбы. б) Мерные колбы. в) Колбы для дистилляции (Вюрца и Кляйзена. г) Аллонж. д) Эксикаторы (обыкновенные и вакуум-эксикагоры). е) Дефлегматоры. ж) Слянка Дрекслея. з) Слянка Вульфа. и) Слянка Тищенко. к) Аппарат Киппа. л) Капельницы. м) Проверка калиброванной посуды</i>	81

	стр.
<i>Несколько замечаний о сортах стекла</i>	92
<i>Фарфоровая посуда.</i> а) Стаканы. б) Выпарительные чашки. в) Ступки. г) Тигли. д) Воронки Бюхнера. е) Ложки и шпатели	93
<i>Металлическое оборудование.</i> а) Штатив. б) Треноги. в) Зажимы (Гофмана и Мора). г) Тигельные щипцы. д) Пинцет. е) Тигли. ж) Держатели для пробирок	97
7. Растворение	100
<i>Основные понятия о растворах</i>	—
<i>Классификация растворов и их приготовление</i>	102
<i>Водные растворы</i>	—
<i>Растворы солей.</i> а) Приготовление приблизительных растворов. б) Приготовление точных растворов	—
<i>Растворы щелочей.</i> а) Приблизительные растворы. б) Точные рас- творы	107
<i>Растворы кислот.</i> а) Приблизительные растворы. б) Точные рас- творы. Некоторые замечания о титровании и точных растворах	109
<i>Неводные растворы</i>	112
<i>Сушка органических жидкостей</i>	—
<i>Растворение</i>	117
8. Фильтрование	121
<i>Общие понятия</i>	—
<i>Фильтрование жидкостей</i>	122
<i>Центрифугирование</i>	132
<i>Фильтрование газов</i>	—
<i>Отжим</i>	133
9. Дистилляция	134
<i>Общие понятия</i>	—
<i>Перегонка под обыкновенным давлением</i>	136
<i>Вакуум-перегонка (под уменьшенным давлением)</i>	139
<i>Перегонка с водяным паром</i>	144
10. Экстракция	147
<i>Общие понятия</i>	—
<i>Проведение операции</i>	148
11. Выпаривание и кристаллизация	154
<i>Общие понятия о выпаривании</i>	—
<i>Проведение операции</i>	—
<i>Понятие о кристаллизации и проведение ее</i>	158
<i>Охлаждение растворов</i>	160
12. Сушка	—
<i>Сушка на открытом воздухе при обычной температуре</i>	161
<i>Сушка при подогреве и обычном атмосферном давлении</i>	—
<i>Сушка при низкой температуре и уменьшенном давлении (вакуум- сушка)</i>	164
<i>Сушка в эксикаторе</i>	165
<i>Сушка в струе инертного газа</i>	—
<i>Сушка газов</i>	166
13. Определение удельного веса	—
<i>Ареометры. Пикнометры. Весы. Другие способы определения удель- ного веса</i>	168
14. Определение точки кипения	178
15. Определение точки плавления	180
16. Газовые баллоны и обращение с ними	183

	стр.
17. Элементарные сведения по обращению со стеклом	188
<i>Предварительные замечания</i>	—
<i>Резка трубок и палок</i>	189
<i>Оттягивание трубок</i>	190
<i>Запайвание трубок</i>	—
<i>Сгибание трубок</i>	—
<i>Шлифовка стекла</i>	191
<i>Сверление стекла</i>	192
<i>Травление стекла</i>	—
<i>Притирка пробок и кранов</i>	—
18. Термостаты и терморегуляторы	193
<i>Общие сведения</i>	—
<i>Термостат из сушильного шкафа с водяной рубашкой</i>	194
<i>Термостат из аквариума или аккумуляторной ванны</i>	195
<i>Терморегуляторы</i>	196
<i>Контактный термометр</i>	197
<i>Газовый терморегулятор</i>	198
<i>Термостаты для низких температур или холодильники</i>	199
19. Некоторые полезные рецепты	200
<i>Замазки. Менделеевская замазка. Сургуч. Кислото- и щелочепорная замазка. Замазка, не поддающаяся действию воды, кислот и щелочей. Водоупорная замазка. Вазелиновая мазь для смазывания стеклянных трубок</i>	201
<i>Обработка лабораторного стола</i>	202
<i>Краска для надписей на бутылках</i>	—
<i>Лабораторный воск</i>	—
<i>Быстро затвердевающая замазка</i>	—
<i>Жидкое стекло</i>	203
<i>Легкоплавкие сплавы</i>	—
<i>Гипс</i>	—
<i>Карандаши для стекла</i>	—
20. О пожарах в лабораториях	204
21. Медицинская помощь в лаборатории	205
22. Дополнение. О работе с литературой и о составлении отчетов	207
<i>Таблицы. 1. Таблица атомных весов химических элементов. 2. Солевые ванны (наиболее доступные). 3. Удельные веса и содержание водных растворов едкого натра при 15°. 4. Удельные веса соляной кислоты различной концентрации (по Лунге и Мархлевскому). 5. Удельные веса и содержание растворов серной кислоты. 6. Удельные веса и содержание водных растворов аммиака (по Лунге и Вирику). 7. Удельные веса и содержание растворов азотной кислоты. 8. Удельные веса водных растворов некоторых солей. 9. Температура кипения воды при различном атмосферном давлении. 10. Насыщенный водяной пар (гидрометрическая таблица). 11. Упругость водяного пара при температурах выше 100°. 12. Объем 1 г воды (удельный объем) в см³ между 0 и 100°. 13. Таблица сравнения градусов Боме с удельным весом (для жидкостей тяжелее воды при 17,5°). 14. Сравнение градусов Боме с удельным весом при 17,5° (для жидкостей легче воды). 15. Перевод градусов Боме к удельному весу и обратно. 16. Важнейшие единицы мер и их обозначения</i>	212
<i>Номограммы. 1. Концентрация веществ в растворах. 2. Плотность жидкостей тяжелее воды</i>	227
<i>Предметный указатель</i>	229

„Призывая к теоретическим химическим занятиям, я убежден, что зову людей к полезнейшему труду... А для этого необходимо усвоить прежде всего химическую практику, т. е. мастерство предмета, искусство спрашивать природу и слышать ее ответы в лабораториях и книгах“.
(Менделеев, „Основы химии“, из предисловия к 4-му изданию).

ВВЕДЕНИЕ

Для каждого начинающего работать в химической лаборатории с первых же шагов встречаются трудности, обусловливаемые тем, что человек незнаком с элементарными понятиями техники лабораторных работ. Между тем для любого химика, препаратора, студента и т. д. знание этой техники безусловно обязательно.

Конечно все нужные знания и навыки приобретаются со временем, но безусловно полезнее познакомиться с ними в самом начале работы в химической лаборатории. Уже элементарные познания в этой области намного облегчают работу и придают уверенность работающему, что очень важно при химических работах, даже самых простых.

К каждому работающему в химической лаборатории должны быть предъявлены три основных требования: *аккуратность*, *точность* и *сообразительность*. Но это, скажут, требования не только к работникам химической лаборатории, а и вообще ко всем. Да, это верно, но при работе в лаборатории эти требования особенно важны, так как от них зависят успех или неуспех в работе, а небольшая допущенная невнимательность сводит к нулю всю работу.

Возьмем работу в аналитической лаборатории. Если работающий не будет аккуратен и точен, то его анализ доверять нельзя. А между тем аналитическая лаборатория — один из самых ответственных участков на производстве.

При экспериментально-исследовательских работах эти три требования имеют еще большее значение, так как *правильное и точное проведение опыта всегда приводит к хорошим результатам, часто наводит на совершенно новую мысль и развивает сообразительность, изобретательность*, что особенно важно для экспериментатора. Иногда совершенно незначительное отклонение от правильного пути опыта может сорвать всю работу.

Без знания техники лабораторных работ химик не может быть уверен в том, удастся ли его эксперимент. Иногда недостаточно чисто вымытая посуда (по небрежности или по неумению) портит все дело. А такой казался бы пустяк, как мытье посуды, и при аналитической и при исследовательской работе имеет чрезвычайно большое значение. То же можно сказать и о других операциях лабораторной техники.

В дальнейшем изложении основ лабораторной техники приемы ее будут рассматриваться по отдельным операциям. Несмотря

на разные цели, преследуемые тем или иным типом лаборатории, все они имеют много общего в отношении как организации, так и оборудования.

Какие требования нужно предъявлять к лаборатории?

Помещение лаборатории должно быть по возможности *просторным*, светлым. Лабораторию не следует помещать в такое место, где по тем или иным причинам происходит *дрожание почвы*, а следовательно и здания, так как все это мешает работе.

Нельзя помещать лабораторию *близко ст котельных*, дымовых труб и вообще мест, связанных с загрязнением воздуха, например пылью, сажей или химически активными газами и т. д.

Очень существенным является *освещение* помещения. Кроме больших светлых окон, обеспечивающих достаточное освещение днем, над каждым рабочим местом должна быть электрическая лампочка на подвижном блоке.

На предприятиях лаборатория должна помещаться в *отдельном*, не связанном с другими, здании.

Как должна быть оборудована лаборатория?

Прежде всего лаборатория должна иметь *хорошую вентиляцию*. Затем обязательно должен быть *вытяжной шкаф*, в котором производят все работы, связанные с выделением дурно пахнущих или ядовитых паров, газов или других веществ. В вытяжном шкафу также хранят такие вещества, как жидкий бром, крепкие азотную и соляную кислоты, сероуглерод и другие легко летучие, вредные или с дурным запахом жидкости. В нем же производят сжигание в тиглях тех или иных органических веществ.

Каждая лаборатория должна иметь *водопровод и канализацию*, проводку для светильного или карбюраторного газа, водонагревательные приборы. Если позволяют обстоятельства, следует провести линию подачи сжатого воздуха и общую линию с вакуумом.

В тех случаях, когда невозможно получить со стороны дистиллированную воду, при лаборатории должен быть хотя бы небольшой перегонный аппарат, так как *без дистиллированной воды в лаборатории работать нельзя*.

Около рабочих столов и около водопроводных раковин обязательно должны быть глиняные банки емкостью в 10—15 л для сливания ненужных растворов, реактивов и т. д.

И, наконец, самым важным является *рабочий стол*. Около него всегда должен быть стул или табурет. Кроме рабочих столов в лаборатории должен быть письменный стол. Все тетради и записи должны храниться в письменном столе, но никак не в рабочем (исключая учебные лаборатории).

Аналитические весы и другие контрольные приборы помещаются в отдельном, связанном с лабораторией помещении, причем для аналитических весов должна быть специальная „весовая“ комната.

Обязательным является также наличие хотя бы самых необходимых справочных книг, пособий и учебников. Без наличия книг работа затрудняется, так как нередко возникают те или иные сомнения, требующие срочного на ходу работы разрешения.

О работе в лаборатории

Для каждого работающего в лаборатории, в особенности будущего химика, с первых же шагов необходимо обращать самое серьезное внимание на создание такой обстановки, которая бы благоприятствовала и облегчала работу в лаборатории. Искусство химика состоит не в том, чтобы получить нужные результаты путем применения дорогих и сложных приспособлений, наоборот, важно достигнуть цели самыми обыкновенными средствами и аппаратурой, что возможно только тогда, когда работающий хорошо усвоит правильное и разумное их применение.

Все сказанное важно главным образом для тех, кто проводит исследовательские или экспериментальные работы.

Каждый химик должен стремиться *рационализировать* свою работу, т. е. работать так, чтобы при минимальной затрате средств, времени и труда получить максимальный эффект. Достигнуть этого можно по-разному, но важнейшими моментами являются: 1) **целесообразное устройство лаборатории**, состоящее в рациональном размещении рабочего места и оборудования; 2) **подбор соответствующих инструментов**, посуды и необходимых аппаратов и 3) **экономное пользование материалами** при производстве всякого рода опытов. Последнее особенно важно, так как одним из условий хорошей работы химика является именно получение нужного эффекта при минимальной затрате материала. Примеров такого рода работ можно было бы привести много, и опыт работы крупнейших химиков учит, что почти всегда можно обойтись минимумом материалов и получить ценные результаты. Поэтому-то первой заповедью химика должно быть: **„Не расточай“**.

К сожалению это плохо помнят и часто уже опытные химики портят молодых, бесконтрольно тратя большое количество материала, в то время когда можно обойтись малым.

Малые опыты имеют то преимущество перед большими, что необходимые для выполнения их операции, как нагревание, охлаждение, фильтрование, сушка, перегонка и т. д., требуют несравненно меньше труда и времени, давая одинаковый конечный результат с опытом, проведенным в большом масштабе. В этом отношении огромна воспитательная роль микрохимии. Малые опыты дают возможность сберечь время, а это является одним из важнейших, решающих моментов в рационализации лабораторной работы. Вот на эти-то стороны и нужно обращать внимание каждому приступающему к работе в химической лаборатории любого типа.

Когда начинающий химик с первых же шагов начнет приучать себя к рациональной работе, это впоследствии наложит особый отпечаток культурности в работе, даст свой стиль работы, поможет преодолевать трудности в осуществлении поставленных задач. •

Очень важно рационализировать свое рабочее место, о чем будет сказано в следующей главе. В частности следует указать

на такой например случай. В лаборатории нередко можно наблюдать, что небольшие количества жидкости содержатся в больших бутылках. Это вызывает не только излишнее загромождение стола, но и ничем не оправдываемый лишний расход жидкости в виде потерь. Поэтому всегда нужно придерживаться правила, что *небольшие количества жидкости нужно хранить в небольших же бутылках* или флаконах. Такой казался бы пустяк однако очень важен. Затем обращение с посудой, часто являющейся большим местом в лаборатории вследствие недостачи ее, также нужно рационализировать. У многих, особенно молодых, химиков бывает стремление собрать у себя максимальное количество посуды. Не говоря уже о том, что это „плюшкинство“ в лаборатории недопустимо, нужно помнить, что оно неизбежно приводит к бою еще не употреблявшейся посуды, которая бывает нужна другим. Около себя нужно иметь *только самое необходимое*, не создавая лишних запасов.

Нужно приучить себя к *аккуратному обращению* с посудой, к тому, чтобы не было скопления грязной посуды. Нужно приучить себя мыть грязную посуду тотчас же после окончания работы, а не оставлять ее до того момента, когда она снова будет нужна. Такая привычка очень полезна, так как позволит использовать посуду наиболее рациональным образом.

Примеров подобного рода можно было бы привести много. В дальнейшем при изложении отдельных операций техники лабораторных работ на эту сторону вопроса обращается внимание и даются соответствующие указания.

Нужно указать еще на одно правило, выполнение которого следует воспитать в себе как привычку. Это — **отношение к лаборатории**. Нельзя смотреть на лабораторию, все равно какую, учебную ли, производственную ли или экспериментальную, как на какое-то временное местопребывание. Всякая лаборатория — пусть даже химик находится в ней временно — должна быть близкой, родной. А это ко многому обязывает. Когда приходишь в лабораторию, прежде всего посмотри, *все ли находится в порядке*. Когда **уходишь из нее — оставляй ее только тогда, когда убедишься, что все в полном порядке**: все краны — газовые, водопроводные и др. — закрыты; нигде не оставлен огонь; все моторы выключены; дверцы вытяжного шкафа опущены; на столе нет ничего лишнего, все, что завтра не потребуется, убрано; все дорогие приборы и аппараты закрыты или спрятаны; никаких огнеопасных веществ, с которыми приходится работать, на столах нет, стол чист и убран. Проверь, на месте ли **противопожарные средства**, выключи свет и тогда только оставляй лабораторию.

Создать в себе эту привычку нетрудно, но она облегчает работу. Это та привычка, которая воспитывает аккуратность, так нужную химику, и которая приучает рационализировать труд.

Одним из очень важных моментов в лабораторной практике, особенно в аналитических лабораториях, являются всякого рода расчеты, пересчеты и вычисления. Обычно они отнимают много

времени и требуют большого внимания, часто утомляя работающего. Поэтому для облегчения расчетной работы, особенно при часто повторяющихся анализах, составляют специальные таблицы, по которым находят нужные результаты. Кроме этих таблиц вычисления значительно упрощаются, если пользоваться так называемыми *номограммами*. Номограммой называется графическое изображение зависимости между двумя или тремя величинами, например удельного веса и температуры, различных шкал уд. весов, состав смеси и т. д. Это — сравнительно молодое начинание, в особенности в области лабораторной работы, но номограммы могут принести большую пользу, так как устраняют расчеты анализов и разыскивание данных в таблицах справочников. Точность отсчетов по номограммам зависит от величины делений чертежа, пользование же ими очень простое.

Составление простых номограмм не трудно, более же сложные требуют специальных расчетов, по которым они и строятся. Некоторые из простейших номограмм приведены в конце книги. Нужно только научиться правильно пользоваться ими. В настоящее время имеется уже большая литература по номографии не только на иностранных языках, но и на русском.

В качестве примера составления номограммы и пользования ею следует указать на статью В. А. Киреева „Номограмма для пересчета состава смесей и растворов“, „Журнал химической промышленности“, 1934 г. № 3, стр. 62.

Большую пользу приносят номограммы при разного рода расчетах по физической химии и химической физике. Например есть специальные номограммы для вязкости в зависимости от температуры для целой серии веществ, зависимость точек кипения от температуры и т. д. Теперь очень многие специальные пособия по тому или иному вопросу снабжены соответствующими номограммами, и поэтому каждому химику, инженеру, студенту и вообще работающему в лаборатории нужно уметь пользоваться номограммой и научиться составлять их. Чтобы познакомиться с методикой составления номограмм, можно рекомендовать книгу Д. Л. Гавра „Основы номографии“ (изд. Кубуч, Ленинград, 1934 г.) или какую-либо другую¹.

Чтобы облегчить себе работу в лаборатории, необходимо хорошо *знать устройство приборов* и аппаратов, с которыми приходится работать. Очень часто бывает, что прибор или аппарат начинает плохо работать или совсем выбывает из строя. В этом случае, прежде чем обращаться в соответствующую мастерскую, нужно самому осмотреть испортившийся прибор или аппарат, постараться определить *причину* порчи и, если можно, исправить самому. Это допустимо только в том случае, если имеется какая-либо незначительная порча или поломка. Если же испортилась какая-либо ответственная деталь, требующая участия

¹ Можно рекомендовать еще „Атлас номограмм по физической и коллоидной химии“ Виноградова и Красильщикова (в печати) и прекрасную книгу Швердта „Введение в практическую номографию“, ОНТИ, 1932 г., а также „Атлас номограмм“ Верль и Баиг.

специалиста — мастера, прибор или аппарат нужно немедленно отдать в починку.

Необходимо взять себе за правило не загромождать лабораторию испорченными приборами и аппаратами, а отдавать их сразу же исправлять. В особенности это касается электронагревательных приборов. Очень часто они выходят из строя или потому, что обмотка перегорела или по другой причине. Часто провод, соединяющий прибор со штепселем, бывает перекручен и порван. При выходе из строя электропечи, плиты или шкафа нужно найти это повреждение. Во многих случаях такую порчу можно исправить самому, если знать схему устройства прибора.

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

Все моменты, рационализирующие и облегчающие работу химика в лаборатории, перечислить трудно. Если с первых шагов воспитывать в себе определенные навыки, наиболее важные в лабораторной работе, со временем выработается привычка рационального подхода к работе и создадутся свои приемы.

Лаборатория и рабочий стол

Рабочий стол (рис. 1) в лаборатории является тем местом, на котором производятся все работы. Как основное правило, нужно помнить, что *стол не должен загромождаться* лишними, ненужными в данный момент приборами, посудой, вещами и т. д.

Рабочий стол должен содержаться в *большой чистоте*, так как грязь, вызываемая небрежностью и неаккуратностью, мешает, может испортить работу, пачкает посуду, которая всегда должна быть чистой.

Если лабораторные столы покрыты линолеумом, нужно заботиться о том, чтобы на него не попадали ни кислоты, ни щелочи, так как те и другие портят линолеум. Под склянки с едкими веществами кладут обыкновенное оконное или зеркальное стекло. Особенно это относится к склянкам, содержащим крепкую серную кислоту и щелочь, которые очень сильно действуют на линолеум. Если стол не покрыт линолеумом, то его обычно покрывают особыми составами, так или иначе предохраняющими дерево от порчи (см. стр. 202).

Не рекомендуется покрывать столы кафельными плитками, так как на них посуда обычно бьется легче. Очень рискованно ставить на них нагретую посуду.

Ящики лабораторного стола также должны *содержаться в порядке*. Их нужно распределить так, чтобы в одном лежали металлические предметы, в другом — стекло. Нижние шкафы должны быть распределены так, чтобы находящиеся там предметы не были свалены в кучу, а лежали бы в строгом порядке.

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

В каждом ящичке должен быть *свой определенный порядок*. Часто употребляемые предметы или инструменты должны находиться ближе, более редко употребляемые — дальше. Нужно

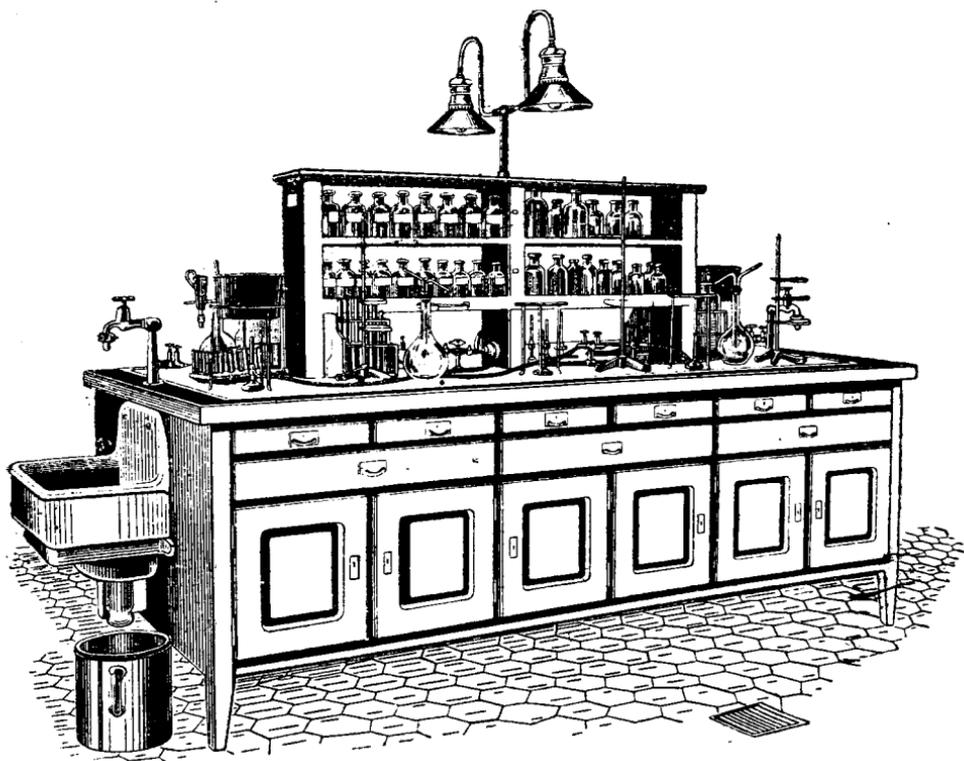


Рис. 1. Лабораторный стол с необходимыми приспособлениями.

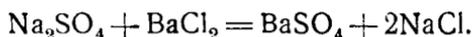
взять себе за правило: когда минула надобность в каком-либо взятом из ящичка предмете, прежде всего привести его в порядок, вычистить и немедленно положить на место. К этому надо себя приучать обязательно.

Следует заботиться о том, чтобы все ящички были снабжены замками, ключи от которых должны быть соответственно перемечены. Чтобы не носить с собой всех ключей, в одном из ящичков на боковой стенке можно набить небольшие гвоздики или крючки, на которые и вешать ключи в определенном порядке, не путая их.

МЫТЬЕ И СУШКА ХИМИЧЕСКОЙ ПОСУДЫ

Мытье посуды

При работе в химической лаборатории умение мыть посуду является необходимостью. Это та часть лабораторной техники, знание которой обязательно для каждого. **Химическая посуда должна быть абсолютно чиста.** Без этого условия работать нельзя. Поэтому научиться хорошо мыть посуду, мыть так, чтобы была полная уверенность в чистоте ее, является обязательным для работника лаборатории. Чистота посуды, в которой производится тот или иной опыт, важна как для аналитиков, так и для экспериментаторов и исследователей. Для примера возьмем пробирку, в которой был раствор Na_2SO_4 (сернокислый натрий), затем нальем в нее дистиллированной воды и добавим 2—3 капли раствора BaCl_2 (хлористый барий), сразу же покажется муть вследствие образования BaSO_4 (сернокислый барий) по следующему уравнению:



Если вылить эту муть и, не промыв пробирки, снова налить в нее дистиллированной воды и 2—3 капли раствора BaCl_2 , снова получим ту же картину. И это может повториться несколько раз с теми же результатами.

Существует несколько способов мытья. Разберем их в отдельности.

а) Мытье водой. В тех случаях, когда химическая посуда не загрязнена ослом, жировыми и другими нерастворяющимися в воде веществами, посуда может мыться теплой водой. Для этой цели в каждой лаборатории должна быть горячая вода. Хорошо вымытая в теплой воде посуда *обязательно 2—3 раза споласкивается дистиллированной водой.* Для чего это делается?

Дело в том, что водопроводная вода содержит растворенные в ней соли. Если ограничиться мытьем только такой водой, то посуда не будет химически чистой. В этом легко убедиться, дав например высохнуть колбе Эрленмейера, вымытой водопроводной водой. В тех местах, где были капли воды, всегда будет белый налет солей. Поэтому-то для удаления этих солей нужно несколько раз сполоснуть дистиллированной водой. Когда же посуда считается чистой? Посуда *считается чистой* тогда, когда, сполоснув последний раз водой и перевернув ее, *не увидим на стенках приставших капель.* Если посуда чиста, вода стекает с нее, не оставляя капель.

Если на стенках пробирки например имелся налет каких-либо солей, какой-нибудь осадок, то для удаления его пробирку нужно очистить специальной щеткой (ершом) (рис. 2) и уже затем домыть.

б) Мытье паром. Все же нужно сказать, что не всегда достаточно мыть посуду одной водой. Иногда требуется иметь посуду идеально чистой. В этих случаях особо высокая тщательность

мытья достигается тем, что *посуда моется струей водяного пара*. Этот способ мытья является самым лучшим, но он мало применяется потому, что процесс мытья идет очень медленно и про-

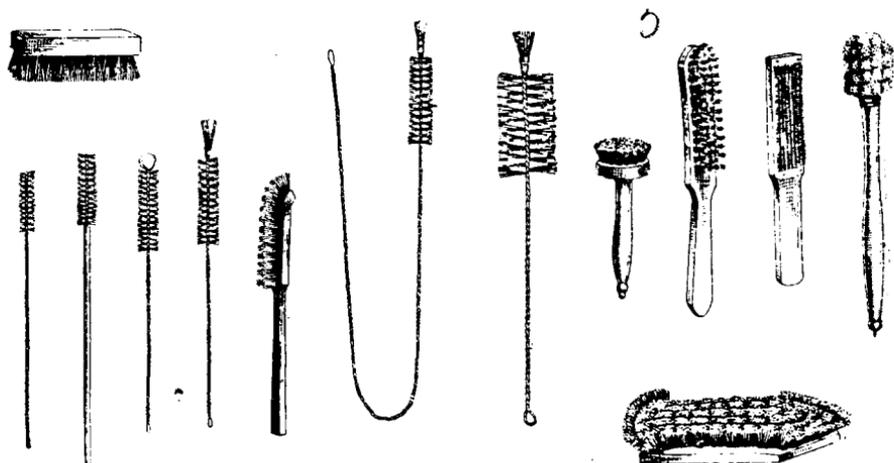


Рис. 2. Щетки для мытья посуды (ерши).

должается долго. Если обычно колбу можно вымыть например в 5—10 мин., то для мытья паром нужен минимум час. Для мытья паром устраивается следующее приспособление (рис. 3). В колбу емкостью 3—5 л до половины наливается вода, на дно кладется несколько кусочков пористой глины или фарфора (для равномерного и спокойного кипения). Колба закрывается пробкой, плотно входящей в горло и привязанной к нему. В пробку вставляется трубка *A* для подводки пара и воронка *B*, через которую будет стекать обратно в колбу конденсат из моющейся посуды. Конец воронки *B* для предотвращения прорыва пара спущен в воду приблизительно на 2—3 см. Верхний конец трубки *A* вводится в моющийся предмет, который укрепляется в кольце или лапке специально поставленного штатива.

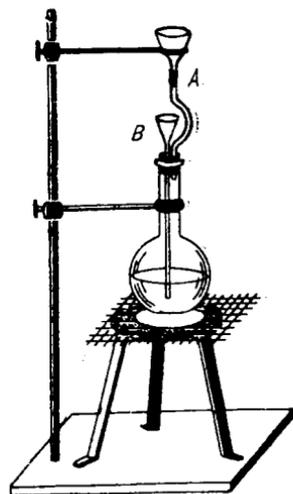


Рис. 3. Схема прибора для мытья посуды паром.

После мытья паром посуду, не перевертывая, высушивают или чистым воздухом, или в сушильном шкафу, или же дают высохнуть просто на воздухе, но при этом заботятся о том, чтобы снова не загрязнить ее. Эту установку для мытья паром вообще можно рекомендовать иметь на всякий случай в каждой лаборатории. Вместо колбы можно применять металлический паровичок с водомерной трубкой, какие

употребляются для перегонки с водяным паром, о чем будет сказано дальше.

в) **Хромовая смесь.** Очень часто в лабораториях для мытья посуды применяется хромовая смесь. Применение ее основывается на том, что *хромовокислые соли в кислом растворе являются сильными окислителями*. Обыкновенно для приготовления хромовой смеси берут купоросное масло, добавляют в него около 5% (от веса купоросного масла) кристаллического размельченного в ступке в порошок двуххромовокислого калия и осторожно нагревают в фарфоровой чашке на водяной бане до тех пор, пока весь двуххромовокислый калий не перейдет в раствор.

Почти во всех случаях, когда посуда не поддается обычному мытью и при ополаскивании на стенках образуются капли, употребляется слегка подогретая хромовая смесь. Последняя наливается в загрязненную посуду, сполоснутую вначале водой, до $\frac{1}{3}$ — $\frac{1}{4}$ объема, и ею осторожно и медленно обливают стенки сосуда. После этого хромовая смесь выливается обратно в тот же сосуд, в котором она хранится, причем при сливании ее моющаяся посуда поворачивается, чтобы хромовая смесь обмыла также и края, обычно больше всего загрязненные. Слив всю смесь, ее смывают не сразу, а дают посуде постоять одну или полторы минуты. Обмывание посуды после хромовой смеси производится сначала обыкновенной, лучше теплой, водой, а уже затем споласкивают дистиллированной водой. Иногда эту операцию с хромовой смесью приходится проделывать не один раз. Раз приготовленная хромовая смесь служит довольно долго. После длительного употребления ее цвет из темнооранжевого переходит в темно-зеленый, что и служит признаком ее дальнейшей непригодности для мытья. Как правило, в лаборатории всегда должен быть запас хромовой смеси¹.

Нужно всегда помнить, что *хромовая смесь очень сильно действует на животную и растительную ткань*, и поэтому обращаться с ней следует **осторожно**.

Иногда приходится мыть такую химическую посуду, (пипетки и пр.), наливать в которую хромовую смесь очень трудно. Неопытные работники обычно набирают хромовую смесь в пипетку ртом, что часто приводит к ожогам полости рта и портит зубы. Чтобы избежать этого, поступают следующим образом (рис. 4). В лаборатории всегда можно найти баллон от разорвавшейся резиновой груши (рис. 5). На него надевается резиновая трубка, на конец

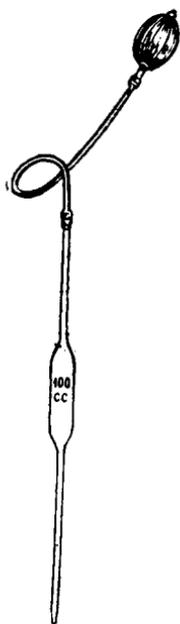


Рис. 4. Резиновый баллон от груши, надетый на пипетку. Таким путем можно набирать в пипетку кислоты или щелочи при мытье.

¹ Хромовую смесь в некоторых лабораториях готовят из разбавленной серной кислоты.

которой насаживается пипетка. Сжав рукой баллон, чтобы выгнать из него воздух, и закрыв большим пальцем отверстие для поступления воздуха, пипетку опускают в хромовую смесь.

Одновременно с этим постепенно разжимают руку (*большой палец с отверстия не снимать*), благодаря чему внутри пипетки образуется разрежение и хромовая смесь начинает подниматься в пипетку. Набрав полную пипетку и продержав ее наполненной хромовой смесью одну-две минуты, отнимают большой палец от отверстия груши и дают жидкости стечь. Повторив несколько раз эту операцию, дальше пипетку моют, как обычно.

Этот баллон от резиновой груши вообще полезная вещь в лаборатории и его всегда нужно иметь под рукой.



Рис. 5. Резиновая груша.

Хромовая смесь *не применяется*, если посуда загрязнена такими веществами, как парафин, керосин, воск, минеральные масла и вообще продукты перегонки нефти. В этих случаях применяется мытье паром или органическими растворителями. Все нефтепродукты растворимы в бензине, а воск — в других органических растворителях.

г) **Серная кислота и щелочь.** Когда посуда загрязнена осмолем, который не растворяется в воде, а также в тех случаях, когда в лаборатории не имеется готовой хромовой смеси, посуду можно мыть, применяя крепкую серную кислоту (купоросное масло), а также и крепкий (до 40%) раствор щелочи (NaOH). Смолы по большей части растворяются или в кислоте или в щелочи, и вместо того чтобы для них тратить дорогие органические растворители (о них см. ниже), следует применять вначале или серную кислоту или щелочь. Для этой цели в посуду наливается кислота или щелочь в таком количестве, чтобы объем их равнялся объему осмола или был немного больше последнего, но так, чтобы еще можно было без риска встряхивать посуду. Когда осмола очень много, операцию приходится повторять несколько раз.

Нужно всегда помнить, что обращение с крепкой серной кислотой и крепкой щелочью должно быть *осторожным* и что *кислоту нельзя выливать в раковину*. Загрязненная осмолем серная кислота или щелочь обязательно должны сливаться в *специальную* глиняную или стеклянную банку, которая всегда должна стоять около водопроводной раковины. Но нужно помнить, что сливать *в одну банку кислоту и щелочь нельзя*, так как при этом будет происходить нейтрализация, сопровождаю-

щаяся сильным разогреванием, вследствие чего содержимое банки может выбросить¹.

д) Органические растворители. К числу органических растворителей относятся: серный эфир, ацетон, спирт, петролейный эфир, бензин, скипидар, четыреххлористый углерод и др. Они

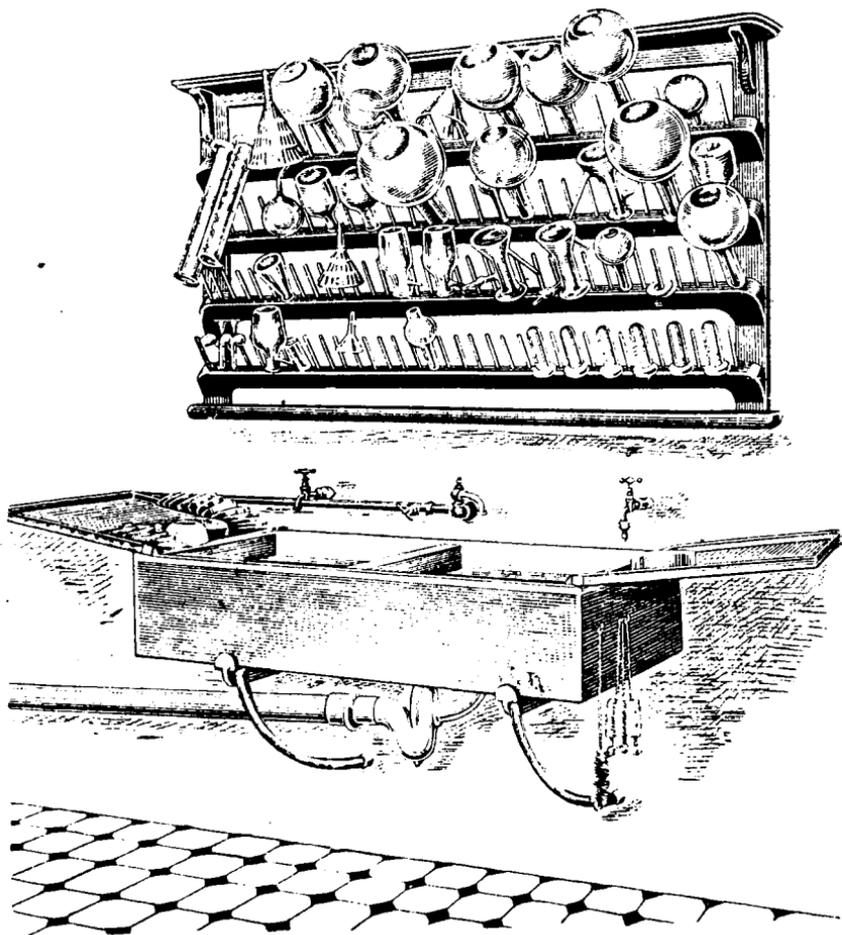


Рис. 6. Водопроводная раковина, приспособленная для мытья посуды. Надней расположена доска с колышками для сушки посуды.

применяются для удаления из посуды смолистых и других органических веществ, которые не растворяются ни в воде, ни в кислоте, ни в щелочи. Обычно известно, в каком из растворителей, указанных выше, данное вещество растворяется.

Следует всегда помнить, что большинство из указанных рас-

¹ Содержимое таких банок следует выливать или в специальные яды или же в канализацию, причем в последнем случае нужно дать сильную струю воды.

творителей *огнеопасно*, и операции с ними должны производиться *подальше от огня*. Также нужно помнить, что не следует выбрасывать эти загрязненные органические растворители. Их нужно собирать каждый в отдельности и время от времени *регенерировать*. Регенерация состоит в том, что загрязненный растворитель отгоняется. О способе отгонки органических растворителей см. главу „дистиляция“.

Сушка посуды

Хорошо вымытая посуда иногда должна быть хорошо высушена. Сушка посуды может производиться по-разному.

а) Сушка на колышках. Самый распространенный способ сушки — это сушка на колышках. Для этой цели в лаборатории должна быть специальная доска с колышками (рис. 7). Вымытая

посуда насаживается на эти колышки и остается на них до тех пор, пока не высохнет. Нужно следить за *чистотой* колышков и протирать их, так как на влажных колышках всегда легко удерживается пыль и случайная грязь (например штукатурка, сажа и пр.).

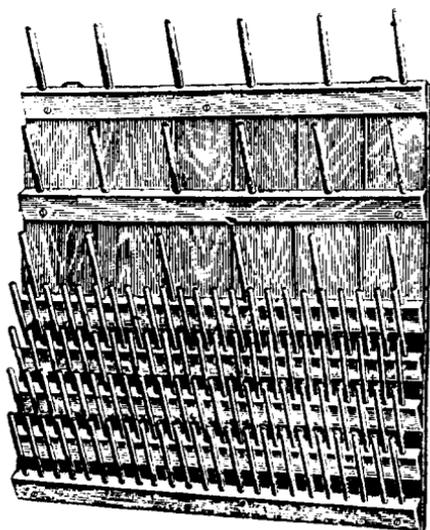


Рис. 7. Доска с колышками для сушки посуды на воздухе.

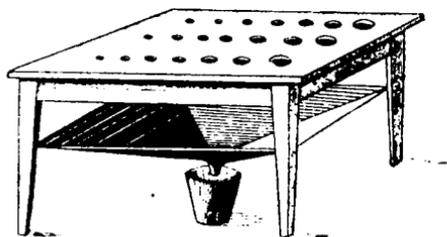


Рис. 8. Стол для сушки посуды.

б) Сушильный стол. Недостатком сушки на колышках является то, что при этом возможно загрязнение посуды. Поэтому для аналитических лабораторий, для которых чистота посуды является чрезвычайно важной, лучше пользоваться *сушильными столами* (рис. 8). Это — обычный стол, в крышке которого прорезаны круглые отверстия (гнезда) различного диаметра. Вымытая посуда опрокидывается и помещается в гнездо соответствующего диаметра. Таким образом внутренняя поверхность сосуда никак не может быть загрязнена.

На некотором расстоянии от крышки стола, под ней, устраивается полка из жести в виде плоской воронки, для того чтобы стекающая из посуды вода попадала не на пол, а на эту полку.

Посредине ее устроен сток, под который можно ставить ведро или соединить его с канализацией.

в) Сушка воздухом. Когда вымытая посуда должна тотчас же пойти в работу, сушку можно производить воздухом. В тех лабораториях, где нет проводки сжатого воздуха, для сушки следует применять меха или резиновые груши (рис. 5). Сушить можно как холодным, так и нагретым воздухом. В обоих случаях на свободный конец резиновой трубки груши или меха насаживается стеклянная с оплавленным концом трубка длиной 10—15 см¹. При сушке трубка вводится в сосуд почти до дна.

Если сушится пипетка, то ее можно насадить вместо стеклянной трубки.

При сушке нагретым воздухом стеклянная трубка или же посуда нагревается *над пламенем* или на коптящем пламени. Нагревание должно производиться *осторожно*, так как в случае неравномерного обогрева посуда может лопнуть от капель воды, имеющих в ней; поэтому сосуд нужно все время *поворачивать*.

Если в лаборатории имеется воздушная проводка, то один из кранов следует занять под сушку посуды. Для этой цели воздух вначале фильтруется от пыли и других механических загрязнений через слой чистой ваты, набитой в хлоркальциевые цилиндры Фрезениуса (рис. 9). Воздух впускается в нижнее отверстие цилиндра, проходит через слой ваты и из верхнего отверстия поступает в металлический змеевик, другой конец которого снабжен резиновой трубкой с насаженной на ней стеклянной трубкой. Нагревая змеевик подставленной снизу горелкой и пропуская одновременно воздух, производят сушку. При этом нужно следить, чтобы змеевик не перегревался, так как от этого может пострадать резиновая трубка. Нагревание лучше всего производить *небольшим пламенем*.



Рис. 9.
Хлоркальциевый
цилиндр
Фрезениуса.

г) Сушка спиртом и эфиром. Иногда бывает нужно быстро высушить тот или иной сосуд. В этом случае, оберев сосуд снаружи чистым полотенцем, ополаскивают его сначала чистым этиловым (винным) спиртом, а затем чистым серным (диэтиловым) эфиром. Пары эфира выгоняют продуванием *холодного* воздуха.

Это делается потому, что спирт хорошо растворяет воду и при ополаскивании последняя вся в нем растворяется. Но спирт хорошо растворяется и в эфире, который мало растворим в воде; ополаскивая эфиром, мы растворяем в нем спирт; сам эфир, обладая низкой температурой кипения, легко испаряется при продувании воздуха.

Нужно помнить, что остатки спирта и эфира выливать в раковину не следует. Они должны собираться отдельно для регенерации.

¹ В месте соединения резиновой трубки со стеклянной хорошо положить кусочек ваты для фильтрования воздуха.

д) Сушка в сушильном шкафу. Для того чтобы получить совершенно сухую посуду, ее сушат в сушильном шкафу с водяной рубашкой (см. ниже в главе „Сушка“). Обыкновенно в сушильный шкаф посуду ставят после того, как она некоторое время пробыла на колыхках, где из нее вытекла вся лишняя вода. Сушка должна производиться при температуре 80—100°. На полку шкафа следует положить кусок чистой фильтровальной бумаги. После сушки в сушильном шкафу посуду *сразу употреблять нельзя*. Ей нужно сначала дать *остыть*.

Вот вкратце то, что нужно знать о способах мытья и сушки посуды. При этом нужно всегда помнить следующее:

1. Хорошо вымыв посуду, ты облегчаешь работу.
2. Небрежно вымытая посуда может сорвать всю работу.
3. При работе с щеткой для посуды старайся, чтобы нижний конец ее не ударялся ни о дно, ни о стенки, так как этим концом можно выбить дно или проломить стенку.
4. Не забудь сполоснуть посуду дистиллированной водой. Для дистиллированной воды приспособь отдельную чистую бутылку и оборудуй ее так, как показано на рис. 10.
5. Старайся сушить посуду так, чтобы не запачкать ее снова. Помни, что при анализах чистота посуды решает успех работы.

6. Помни, что умение мыть посуду — обязанность каждого работника химической лаборатории.

7. Никогда не оставляй загрязненную посуду не вымытой; мой ее сразу же после работы. Чем дольше будет стоять грязная посуда, тем труднее ее отмывать.

8. Не выливай в раковину растворов, содержащих: *иод, серебро, золото, платину и ртуть*. Приготовь для них отдельные банки, куда и сливай растворы указанных веществ. Помни, что их можно и нужно регенерировать.)

9. Не выливай и не бросай в раковину: крепкие растворы кислоты, дурно пахнущие и ядовитые вещества, крепкие щелочи, хромовую смесь, металлический натрий.

10. Будь экономен со спиртом, эфиром и другими органическими растворителями. (Собирай их отдельно и регенерируй.)



Рис. 10. Оборудованная бутылка для дистиллированной воды.

Дистиллированная вода

Ни одна химическая лаборатория не может обойтись без дистиллированной воды. Она нужна для очень многих целей, как-то: споласкивание посуды после мытья, приготовление растворов и т. д.

Дистиллированной называют воду (почти не содержащую неорганических и органических веществ и являющуюся почти электронейтральной), получаемую путем перегонки обыкновенной водопроводной воды. Выше уже указывалось, что обычная вода всегда содержит некоторое количество растворенных веществ. Превращая воду в пар и конденсируя его, получают воду, почти не содержащую примесей. Чистоту дистиллированной воды легче всего определить, измеряя ее электропроводность.

Для получения дистиллированной воды имеются специальные перегонные кубы различной величины и производительности. Один из таких аппаратов простейшей формы показан на рис. 11. Это — обыкновенный куб, от которого пар отводится в змеевиковый холодильник, помещенный в цилиндр, охлаждаемый холодной водой. По мере испарения воды из куба она все время

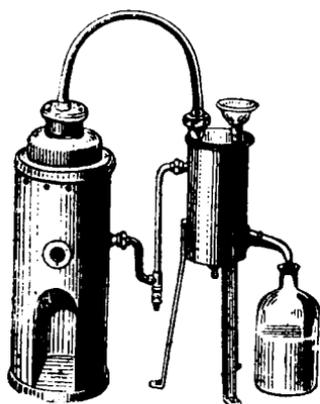


Рис. 11. Перегонный куб.

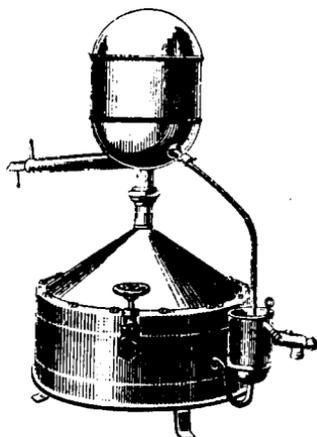


Рис. 12. Перегонный аппарат Фемеля для дистиллированной воды.

пополняется из холодильника по трубке, соединяющей куб с рубашкой его. Таким образом приходится заботиться лишь о том, чтобы в холодильнике постоянно была вода не ниже уровня водоотводной трубки.

Нагрев производится при помощи газовых горелок или перегретым паром. В зависимости от размеров аппарата производительность его может быть от 1 до 10 л в час.

Перегнанная вода собирается в стеклянные бутылки, причем необходимо трубку (конец холодильника) обернуть ватой и с ней вместе вставлять в бутылку. Вода будет предохраняться таким образом от пыли.

Кроме этого аппарата имеются еще и другие, более совершенные, из которых необходимо указать на аппарат Фемеля (рис. 12). Это — компактный аппарат, работающий при помощи газового или электрического обогрева, производительность его в среднем 5 л/час. Питание его водой производится также автоматически из холодильника.

Упрощенный аппарат Фемеля для небольшого количества дистиллированной воды (0,6 л/час) изображен на рис. 13. Такой аппарат может изготовить хороший стеклодув. На всякий случай его полезно иметь в каждой лаборатории. Конструкция его хорошо видна на рис. 13 и не требует пояснения. При работе с ним нужно следить только за тем, чтобы в колбе была вода. Объем колбы не менее 1,5—2 л.

Кроме описанного аппарата необходимо упомянуть еще об одном американском перегонном аппарате специально для лабораторий (рис. 14). Это — очень

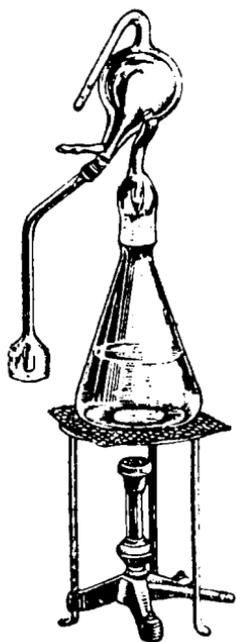


Рис. 13. Перегонный аппарат Фемеля малой производительности.

удобный, компактный аппарат, который можно укрепить где угодно. Производительность его до 4 л/час. Обогрев — газовый или электрический. Аппарат устроен так, что не требует наблюдения. У аппарата с газовым обогревом расход газа очень невелик. Таким образом это один из экономнейших аппаратов, нагреваемых газом. Несмотря на перегонку дистиллированная вода все же всегда содержит незначительнейшие следы посторонних веществ, попадающих в нее или из воздуха в виде пыли, или вследствие выщелачивания стекла, в котором хранится вода, или в виде следов металла трубки холодильника. Поэтому, когда нужна совершенно чистая вода, принимают особые меры предосторожности, предупреждающие попадание в воду каких-либо примесей.

В этом случае применяют или серебряный или кварцевый холодильник. Приемник также кварцевый или посеребренный или из специальных сортов стекла, не подвергающихся выщелачиванию, совершенно изолируют от аммиака, углекислоты, сероводорода и др. примесей.

Однако подобные случаи встречаются редко, поэтому на них останавливаться не будем. В большинстве лабораторий и везде, где нет своих дистилляционных установок, воду получают со стороны. К сожалению, такая привозная дистиллированная вода часто содержится неправильно и загрязняется. Поэтому каждую бутылку с водой нужно проверить. Проверка качества воды производится: 1) на реакцию и 2) на примеси.

Чтобы проверить, какую реакцию имеет вода, пробу ее в ко-

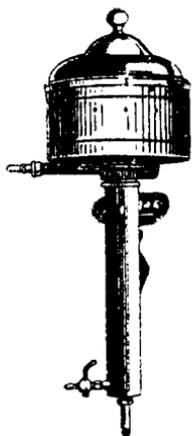


Рис. 14. Перегонный аппарат для дистиллированной воды (американского типа). Часовая производительность 4 л, с газовым или электрическим обогревом.

личестве примерно 25 см³ наливают в чистый стакан и добавляют несколько капель индикатора, например метилоранжа. Чистая вода *нейтральна*, поэтому окраска должна быть желтой и прибавление одной капли $\frac{1}{25} N$ раствора серной или соляной кислоты должно вызвать розовый оттенок.

Для испытания на примеси небольшое количество воды (достаточно 5—10 капель) выпаривают на чистом часовом стекле. Чистая вода после выпаривания *не должна давать остатка*. Если же вода загрязнена, на стекле остается небольшой налет. Какие именно соли присутствуют в воде, можно определить качественно. Обычно в воду попадают хлориды, которые обнаруживаются при добавлении нескольких капель азотнокислого серебра и чистой азотной кислоты, давая муть или творожистые белые хлопья хлористого серебра.

Нужно взять за правило **не закрывать бутылку с дистиллированной водой корковой или резиновой**, а лишь стеклянной пробкой или ватой, обернутой марлей. Необходимо также всегда *проверять* каждую вновь полученную партию дистиллированной воды еще до того, как ее станут употреблять.

2. НАГРЕВАНИЕ И ПРОКАЛИВАНИЕ

Горелки и обращение с ними

Необходимой принадлежностью химической лаборатории является горелка. В лаборатории, в зависимости от оборудования и условий работы, применяются следующие горелки: спиртовые, бензиновые, керосиновые и газовые.



Рис. 15. Спиртовая горелка (стеклянная).

а) **Спиртовые горелки.** Они бывают самых разнообразных систем. Наиболее часто встречаются стеклянные фитильные спиртовки (рис. 15). Этот тип горелок сильного пламени не дает.

Другой довольно распространенный тип — металлическая спиртовая горелка (рис. 16). Если у стеклянной горелки подача спирта производится фитилем из ваты, то у металлических спир-

товых горелок явление капиллярности используется несколько по-иному. Спирт подается по трубке в нижний боковой отвод, внутри которого заложено несколько проволочек (медных). Отсюда спирт поступает в нижнюю часть горелки, набитую также медной проволокой, но уже меньшего диаметра. По этому пучку проволоки, представляющему собой как бы пучок капилляров, спирт поступает к выходному отверстию, расположенному почти на середине горелки около регулирующего винта.

Вначале некоторое количество спирта наливается на находящийся в нижней части горелки кольцеобразный жолоб, спирт зажигается, и когда горелка прогрелась, открывается кран баллона со спиртом. Винтом сбоку горелки регулируют пламя. Эта горелка дает довольно высокую температуру, так как пары спирта смешиваются с воздухом, поступающим из двух боковых довольно широких отверстий.

Имеются горелки такого же типа, но с резервуаром приделанным внизу (рис. 17). Обращение с ними аналогичное.

б) Бензиновые и керосиновые горелки.

Главнейшим недостатком спиртовых горелок является то, что они не дают пламени с высокой температурой. В лабораторных же условиях, особенно в аналитических лабораториях, необходимо иметь пламя именно с высокой температурой. Поэтому в тех лабораториях, где нет проводки газа или карбюраторной установки, большим распространением пользуются бензиновые или керосиновые горелки и примуса. Они также бывают разнообразных типов, но обращение с ними всегда более или менее одинаковое. У всех них (рис. 18 и 19) имеются кольцеобразные желобки около тех мест, которые

должны сначала прогреться спиртом или бензином. Когда горелка достаточно прогреется, накачивают воздух, который и подает бензин или керосин. Очень часто в лабораториях употребляются паяльные бензиновые горелки. Обращение с ними такое же, как и со всеми горелками этого типа.

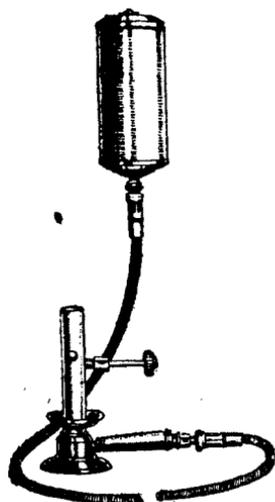


Рис. 16. Металлическая спиртовая горелка с отдельным резервуаром для спирта.

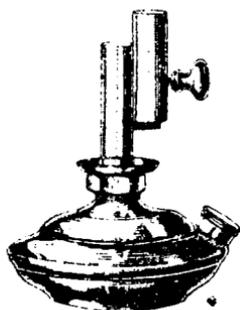


Рис. 17. Спиртовая горелка с резервуаром.

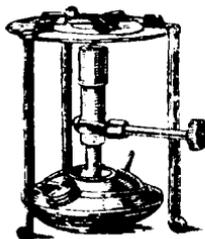


Рис. 18. Бензиновая горелка.

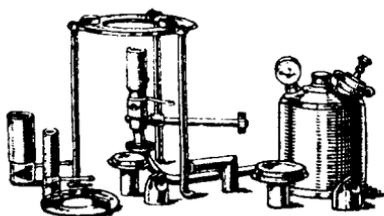


Рис. 19. Бензиновая горелка с отдельным резервуаром.

Когда нужно потушить горелку, следует открыть клапан, выпустить весь воздух из баллона или же закрыть винт, дающий выход парам бензина или керосина, а затем выпускать воздух из резервуара.

в) Газовые горелки. Наибольшим распространением в лаборатории пользуются газовые горелки. Там где нет подвода газа, почти всегда имеются карбюраторные установки, вырабатывающие газ (рис. 20).

Газовые горелки существуют двух основных типов: Бунзена и Теклю (рис. 21 и 22). Наибольшим распространением пользуются горелки Теклю (рис. 22) как более удобные в обращении.

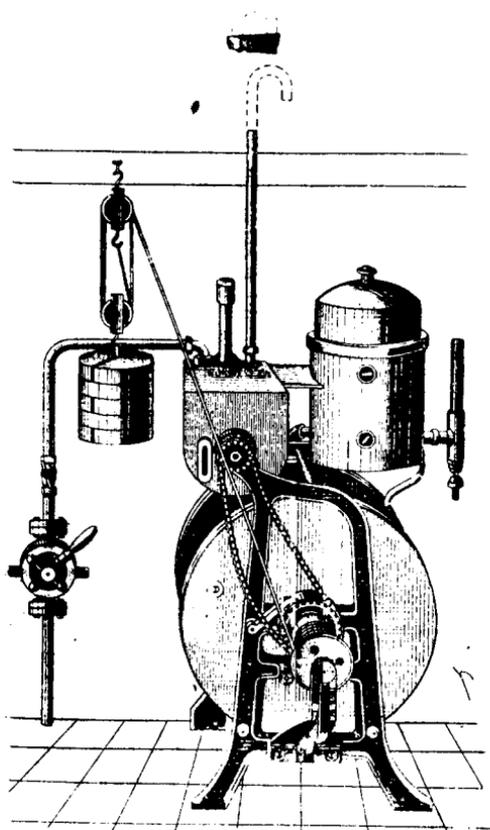


Рис. 20. Карбюраторная установка для получения светильного газа.

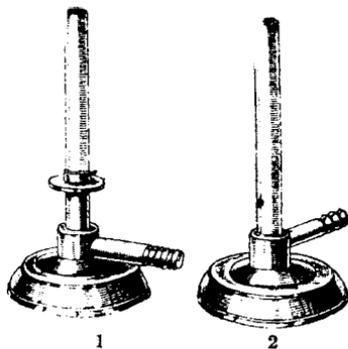


Рис. 21. Горелки Бунзена: 1) без регулировки подачи воздуха; 2) с регулятором подачи воздуха.

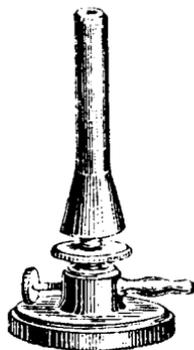


Рис. 22. Горелка Теклю.

Газовые горелки удобны тем, что они дают и коптящее и светящееся пламя („холодное“) и несветящееся („горячее“). Устройство их видно на рисунке. Газ подводится через нижний боковой отвод и поступает в горелку после того как открыт газовый кран. У горелок Бунзена (рис. 21) снизу, несколько выше бокового отвода, имеется два отверстия для поступления воздуха, который, смешиваясь с газом, улучшает горение. С доступом воздуха получается прозрачное, слегка голубоватое несветящееся пламя, а без доступа — коптящее.

Горелки Бунзена бывают двух типов: 1) без регулирования

притока воздуха и 2) с регулированием его. Для регулирования притока воздуха горелки снабжаются регулирующей гильзой. Поворачивая ее, можно или совсем закрыть отверстие для воздуха и получить коптящее пламя или же, регулируя приток воздуха, получать несветящееся пламя с внутренним конусом различной величины. От этого конуса зависит температура самого пламени, а следовательно и нагревание им.

Горелки Теклю устроены иначе (рис. 22). У них регулирование подачи воздуха производится нижним кольцом, закрывающим в исходном положении нижнюю расширяющую часть горелки.

Когда это регулирующее кольцо находится в исходном положении, воздух в горелку не попадает, и пламя получается коптящее. Отвинчивая кольцо, дают доступ воздуху, и пламя получается несветящееся. Кроме регулятора для воздуха горелки Теклю снабжены также регулирующим винтом для регулирования подачи газа. Если этот винт закрутить до отказа, то газ в горелку поступать не будет; открывая его, можно по желанию регулировать большую или меньшую подачу газа.

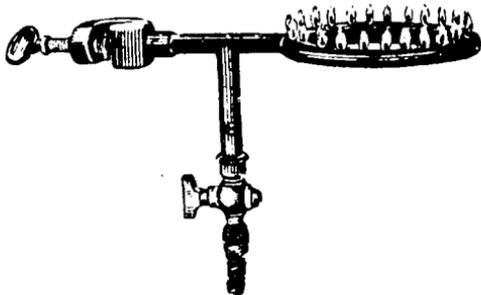


Рис. 23. Кольцевая газовая горелка.

Как нужно обращаться с газовыми горелками?

Прежде всего горелки *должны содержаться в безусловном порядке*. В особенности нужно следить за тем, чтобы *внутри* них ничего *не попадало*; поэтому рекомендуется время от времени проверять горелки, разбирать их и прочищать. Зажигание горелки производится следующим образом: вначале проверяют, закрыт ли доступ воздуха. Если регулирующая гильза у горелки Бунзена и регулирующее кольцо у горелки Теклю не занимают исходного положения, т. е. не закрывают доступа воздуха, их приводят в исходное положение. У горелок Теклю кроме того должен быть проверен регулятор для газа; он должен быть открыт (достаточно два оборота винта от исходного положения). После того как горелка приведена в порядок, открывают газовый кран и зажигают горелку. Когда горелка зажжена, регулируют поступление воздуха для получения несветящего пламени.

При несоблюдении этого порядка *возможен „проскок“* пламени, в особенности у горелок Бунзена. Проскочившее пламя имеет особый вид и форму и если горелка медная, оно окрашивается в зеленоватый цвет. Обычно характерный шум газовой горелки сменяется как бы свистом. В таких случаях *немедленно закрывают* газовый кран и только после того как она *точно остынет*, горелку приводят в порядок и зажигают вновь, соблюдая вышеописанное правило.

Когда требуется легкий обогрев колб или других сосудов, иногда применяют кольцевую горелку (рис. 23). Она снабжена

муфтой и может быть укреплена на штативе. Наличие муфты позволяет перемещать горелку вверх и вниз, регулируя этим обогрев. Величину пламени регулируют краном, имеющимся у горелки около соединения ее с каучуковой трубкой.

Кроме горелок для нагревания больших сосудов, прокаливания больших количеств солей в сковородах и для других целей

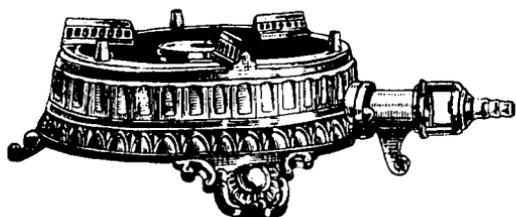


Рис. 24. Газовая плита.

употребляются также газовые плиты (рис. 24). При употреблении их следует помнить, что они имеют очень много мелких отверстий для газа, и потому при зажигании их газовый кран вначале должен открываться очень немного, и только тогда, когда плита зажжена, его можно открывать полностью. Эта мера предосторожности никогда не лишняя, так как если открывать кран полностью, не исключена возможность взрыва вследствие выделения большого количества газа из отверстий плиты.

Этого же правила нужно придерживаться при употреблении групповых (по 2, 3, 4, 5 и больше) горелок.

г) **Стенные водонагреватели.** В лаборатории часто, особенно при мытье посуды, бывает нужна горячая вода. Для постоянного получения горячей воды, если нет специальной проводки, применяются различные водонагреватели различных систем. При помощи этих аппаратов, обогреваемых электричеством или газом, очень быстро, через 20—30 сек., получается горячая вода с температурой, доходящей до 100°, так что часто из водоотводной трубки идет пар.

Один из наиболее простых типов водонагревателей с газовым обогревом показан на рис. 25. Вода из водопроводной сети поступает через верхнюю подводящую трубку, проходит по спирали, под которой находится газовая горелка в виде трубы со многими отверстиями, и выходит уже нагретой через отводную трубку. При применении аппарата вначале пропускают небольшую струю воды, затем зажигают газ, придерживаясь тех указаний, которые даны выше при описании газовых плит. Регулируя пламя горелки и силу тока воды, можно нагреть ее до

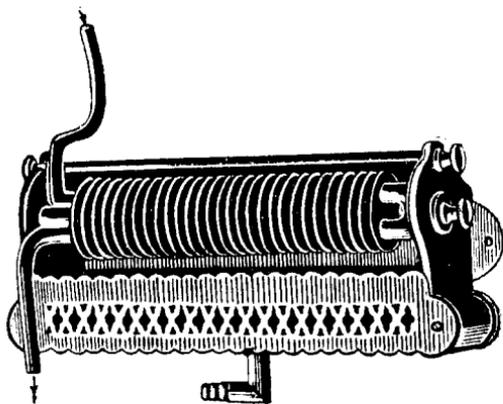


Рис. 25. Водонагреватель стенной с газовым обогревом.

любой температуры. Когда надобность в горячей воде миновала, прежде всего закрывают газ, а затем воду.

Более совершенный прибор системы Юнкерса изображен на рис. 26 (I и II). Здесь обогрев производится также или газом или электричеством. Правила работы с ним те же, что и выше. Большим преимуществом этого прибора является то, что он сам регулирует пламя (в новейших моделях). Когда вода нагреется, пламя само уменьшается и поддерживается в пределах, необходимых для поддержания постоянной температуры воды. Регулируя силу струи, можно получать воду различной температуры.

Принцип устройства этого аппарата также прост и похож на указанный выше.

За аппаратом нужно следить и время от времени очищать спиральную трубку, нагреваемую газом, от грязи и копоти. При хорошем уходе и правильном пользовании аппарат работает безотказно очень долго. Теплая вода начинает идти через 5—6 сек., а через 15—20 сек. идет уже горячая.

Аппарат с электрическим обогревом — более удобен.

Для всех лабораторий аппараты такого типа безусловно необходимы. Там, где их нет, они могут быть легко изготовлены в любой мастерской по первому из описанных образцов. Для этого нужны трубки в $\frac{1}{4}$ " (для воды) и еще лучше в $\frac{1}{8}$ ",

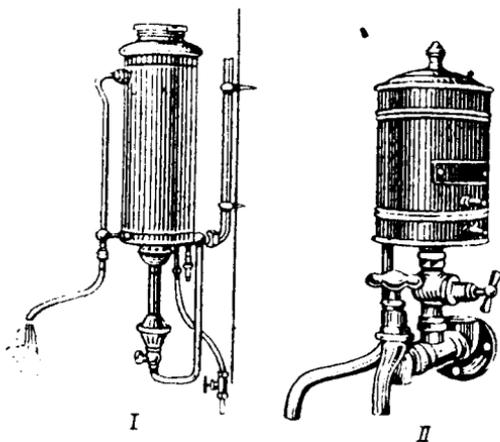


Рис. 26. Водонагреватель системы Юнкерс: I — газовый, II — электрический.

Карбюраторы

В очень многих лабораториях, особенно заводских, отсутствует подводка светильного газа. В подобных условиях целесообразно установить в отдельном, связанном с лабораторией помещении, *карбюратор* — аппарат, производящий воздух, насыщенный парами углеводородов (чаще всего бензином), который через газопровод подается в лабораторию к горелкам. Общий вид такого карбюратора дан на рис. 20. Карбюраторы изготовляются различной мощности, от 16 горелок до 240, т. е. один нормально работающий карбюратор может питать от 16 до 240 горелок. Систем этих аппаратов несколько. В СССР карбюраторы изготовляются¹.

¹ Бензиногазогенераторы изготовляются в СССР например на заводе „Пролетарий“, Ленинград, Лиговская ул., 123. Этот завод выпускает бензиногазогенераторы на 60, 120, 200, 300 и 400 горелок.

При небольшом числе горелок в лаборатории и отсутствии или невозможности установки карбюратора можно самим сделать карбюрационный прибор. Такая установка состоит из: 1) воздуходувки, 2) собственно карбюратора и 3) предохранительной склянки.

Для получения более спокойного и ровного пламени горелок между воздуходувкой и карбюратором лучше всего ставить уравнительную или буферную склянку, или большого размера склянку Вульфа, или же склянку из-под реактивов. В последнем случае она плотно закрывается пробкой, снабженной двумя стеклянными трубками: одна для поступления воздуха, соединенная с воздуходувкой, а другая для выхода воздуха, соединенная с карбюратором.

Воздуходувки или нагнетательные насосы, работающие от электромотора, являются наиболее желательными, так как обеспечивают равномерное и достаточное по объему поступление

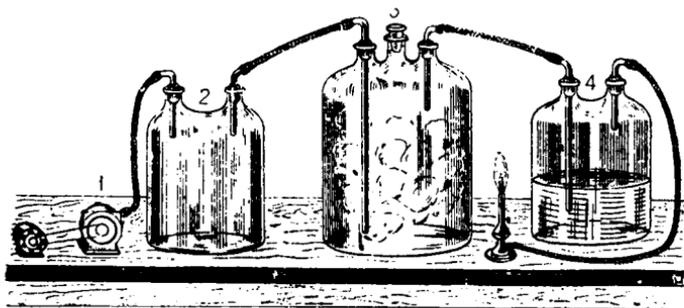


Рис. 27. Схема устройства лабораторной карбюрационной установки.

1 — воздуходувка; 2 — буферная склянка, 3 — карбюратор, 4 — предохранительная склянка.

воздуха. Производительность их достигает до 2 м³ в минуту. Если же такой воздуходувки нет, можно приспособить для этой цели простую стеклянную, работающую от водопроводного крана. Но такая воздуходувка может обслужить не больше 2—3 горелок. Производительность ее сильно зависит от давления воды в водопроводной сети, и потому такие воздуходувки не обеспечивают равномерного горения.

В качестве карбюратора служит трехгорлая склянка Вульфа. Одно из крайних горлышек ее соединено с воздуходувкой, другое крайнее горлышко — с предохранительной склянкой, а среднее отверстие, обычно плотно закрытое, служит для заполнения карбюратора бензином. Карбюратор почти доверху заполняется древесными стружками, что способствует лучшему испарению бензина. Последний наливается так, чтобы карбюратор был заполнен им не больше чем на половину. Трубка, соединенная с воздуходувкой, должна доходить почти до дна карбюратора. Предохранительная склянка делается так же, как и при водоструйных насосах, с той только разницей, что склянка

должна иметь емкость около 2 л и кроме того она на половину заполняется водой.

Общая схема устройства показана на рис. 27. Если на фабрике, заводе или в лаборатории есть проводка сжатого воздуха, то вместо воздуховодок выгоднее и удобнее пользоваться

именно сжатым воздухом. Тогда описанная выше установка (карбюратор и предохранительная склянка) ставится в лаборатории на группу в 2—3 горелки. Если в лаборатории нет готового водоструйного нагнетательного насоса (о нем см. главу 6), то водяную воздуховодку можно сделать, используя водоструйный насос. Для этого берется двугорлая склянка с нижним тубулусом, емкостью до 5—6 л. В одно из горл вставляется водоструйный насос, а нижний тубулус снабжен водоотводной трубкой. Приток воды из водоструйного насоса и слив ее регулируется так, чтобы вода в склянке не скоплась. Поэтому диаметр водосливной трубки должен быть около 1 см и на конце турбки должна быть надета резиновая трубка с зажимом Гофмана для регулирования слива. Схема устройства показана на рис. 28.

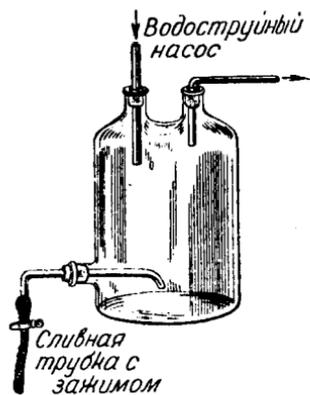


Рис. 28. Схема устройства водоструйной воздуховодки.

Проведение операции нагревания

Кроме обращения с горелками работающим в лаборатории чрезвычайно важно правильно вести нагревание. Нагревание пожалуй самая распространенная операция. Оно может производиться: 1) голым пламенем, 2) с применением асбестовых сеток и других предохранительных приспособлений, 3) на бане и 4) электрическими нагревательными приборами.

Нагревание голым пламенем производится реже всего. Таким образом можно нагревать, по большей части при *прокаливании*, шамотные, фарфоровые, платиновые, никелевые, железные и другие металлические тигли и кварцевую посуду.

Нагревать *голым пламенем* химическую посуду, как например колбы, химические стаканы и т. д., *не рекомендуется*, так как при таком нагревании посуда может лопнуть.

Чаще же всего для нагревания химической посуды при всякого рода работах пользуются *асбестовыми сетками* (рис. 29) или куском листового асбеста. Сетка кладется на треногу или на кольцо, на нее ставится сосуд и снизу подставляется горелка. В этом случае пламя горелки не касается непосредственно сосуда и нагревание идет через асбест. Этим достигается более равномерное и правильное нагревание. Недостатком применения сетки является то, что при употреблении ее довольно трудно

достичь постоянного нагревания при какой-либо определенной температуре. Поэтому в тех случаях, когда бывает нужно вести нагревание при постоянной температуре, применяются разного

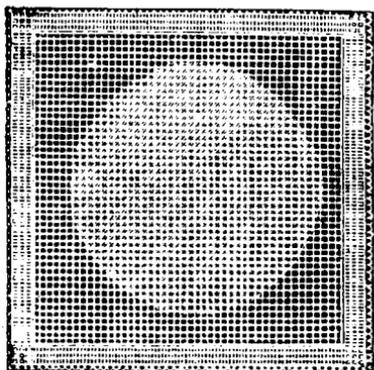


Рис. 29. Асбестовая сетка.

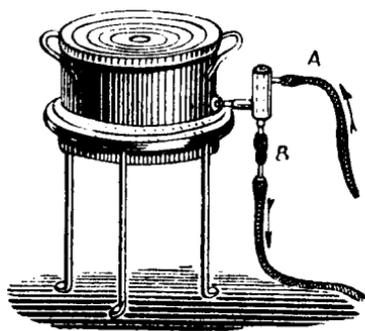


Рис. 30. Водяные бани с постоянным притоком воды.

рода бани. Из них наиболее употребительными являются: а) водяная, б) воздушная, в) песочная, г) масляная, д) глицериновая, е) парафиновая, ж) металлическая (свинец, олово, сплавы с низкими точками плавления).

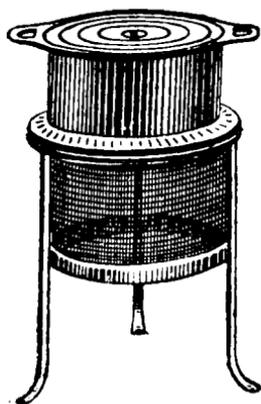


Рис. 31. Водяная баня простая, тренога которой снабжена предохранительной сеткой.

а) **Водяная баня.** В качестве водяной бани служит цилиндрический или круглодонный металлический (обычно из красной меди) сосуд (рис. 30, 31 и 32), закрывающийся сверху рядом concentрических, налегающих одно на другое колец. В сосуд наливается вода настолько, чтобы до краев оставалось 2—3 см. Нагреваемый сосуд помещается на кольцо такого диаметра, чтобы своей нижней частью он находился на 1,5—2 см внутри бани. Если нагревается стакан, то его надо ставить так, чтобы он не проваливался, т. е. внутренний диаметр кольца должен быть меньше диаметра дна стакана.



Рис. 32. Водяная баня простая.

Вода нагревается до кипения и поддерживается в таком состоянии все время нагревания.

Если приходится нагревать огнеопасные вещества, как эфир, спирт, ацетон, бензол и другие, то в этих случаях работа производится несколько иначе. *Вначале баня нагревается отдельно, затем горелка тушится*, и нагреваемый сосуд с огнеопасным

веществом погружается в воду. При выпаривании эфира воду нужно нагревать не выше 60—70°, и сосуд с эфиром погружается настолько, чтобы уровень эфира в сосуде был на одном уровне с водой в бане. Этому же правилу нужно придерживаться при нагревании и других указанных *огнеопасных* веществ.

При работе с водяной баней нужно заботиться о том, чтобы в ней всегда была вода. Часто случается, что по недосмотру работающего вся вода из бани выкипит и в результате могут получиться неприятные последствия (порча бани, порча нагреваемого вещества). Поэтому в лабораторной практике лучше всего пользоваться банями с автоматическим питанием водой. Одна из таких бань изображена на рис. 30. Внизу бани устроен отросток, внутри которого имеется сифонная трубка. Питание бани водой производится через трубку *A*, соединенную с источником воды (водопроводный кран, бутылку с водой). Излишки воды вытекают через патрубков *B*, на который надевается резиновая трубка, отведенная в раковину. Ток воды через трубку *A* устанавливается очень медленно.

Но кроме такого способа можно устроить автоматическое питание бани водой по схеме, изображенной на рис. 33. В ней баня *e* соединяется через патрубков *d* (аналогичный части *B* рис. 30) резиновой трубкой с сосудом *C*. Уровень воды в этом сосуде должен быть одинаковым с уровнем воды в бане. Этот сосуд при помощи коленчатой трубки *b* соединен с сосудом Мариотта *a*. Трубка *b* опущена в сосуд *C* на 1—1,5 см. Когда уровень воды в бане *e* и в сосуде *C* понизится так, что конец трубки *b* будет находиться над жидкостью, через нее будет проходить воздух в сосуд *a* и в результате выльется такое количество воды, которое снова создаст прежний уровень. Таким образом обеспечивается полная автоматизация питания бани водой.

Нужно всегда помнить, что водяная баня употребляется для *испарения* или для расплавления веществ, точка кипения или плавления которых *не выше* 100°.

Вместе с тем, особенно при качественном и количественном анализе, водяная баня служит нагревателем, обеспечивая возможно более спокойное испарение воды из растворов, точка кипения которых часто и выше 100°.

Если в лаборатории не хватает водяных бань, то вместо них можно пользоваться кастрюлями или металлическими банками, обычно имеющимися в лаборатории (тара от некоторых реакти-

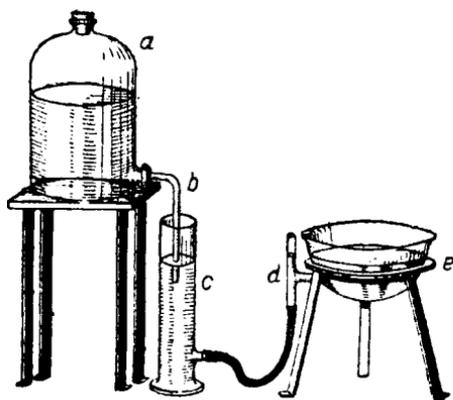


Рис. 33. Схема автоматического питания водяной бани.

вов, например NaOH). Они только должны быть обрезаны так, чтобы высота их была около 12—15 см.

б) Воздушная баня. В качестве воздушной бани может применяться любой металлический сосуд. Но обычно для этих целей пользуются так называемыми *воронками Бабо* (рис. 34).



Рис. 34. Воронки Бабо для воздушной бани.

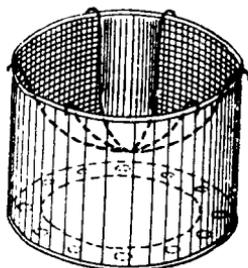


Рис. 35. Воздушная баня из жестяной банки.

Эти воронки сделаны из черной жести и дно их открыто. Внутри на некотором расстоянии от низа находится кружок из асбеста. На стенках по образующим проложено несколько (в зависимости от размера воронки) ребер из асбеста. По верхнему широкому краю имеется ряд отверстий. Воронка укрепляется на треноге или

кольце. Если в нее поместить какой-либо сосуд, например колбу, то стенки ее не будут касаться воронки. Подставляя снизу горелку, нагревают нижний кружок, не соприкасающийся с сосудом. Нагретый воздух все время поступает через концентрическое отверстие, имеющееся между кружком и нижней узкой частью воронки.

Когда в лаборатории нет воронки Бабо, вместо нее можно использовать любую металлическую банку. Для этой цели дно ее пробивается снизу в нескольких местах, ближе к стенке, из асбеста вырезывается кружок по размерам на $\frac{1}{3}$ меньше диаметра дна, который, предварительно намочив, кладут на дно. Из толстой (1 мм) проволоки выгибается 2—3 дужки, которые обертываются асбестом. Дужки по концам загнуты и при опускании в банку зацепляются за ее края (рис. 35).

Нагревание производится так же, как и воронок Бабо.

в) Песочная баня. Для осторожного нагревания до высокой температуры, например для осторожного прокаливания соды, довольно часто пользуются *песочными* банями. Песок берут по возможности *чистый*, мелкий,



Рис. 36. Песочные бани.

помещают его в сковородку или в специальную железную чашку (рис. 36), насыпая так, чтобы получилась пирамидка. В середину сковороды с песком ставится подлежащий обогреву сосуд (колба, тигель и т. д.), который должен быть погружен в песок так, чтобы *не касался* дна сковороды или чашки. Рядом в песок втыкается термометр, чтобы можно было более или менее регу-

ливать температуру (рис. 37). Как правило, *свежий песок перед употреблением для бани должен быть хорошо прокален* (в вытяжном шкафу), чтобы сгорели все органические примеси, которые часто остаются в нем.

Иногда вместо песка рекомендуется применять железные стружки. Но недостатком такой бани является сравнительно быстрое остывание стружек, в то время как песок остывает медленно.

г) **Масляная баня**¹. Для масляной бани, очень распространенной в исследовательских лабораториях, пользуются высококипящими *минеральными маслами*, получаемыми из нефти, например цилиндрическим, трансформаторным и т. д. Масло, темное и очень густое, помещается в специальные чугунные цилиндрические бани (рис. 29—32) или же в эмалированные кастрюли. Нагреваемый сосуд помещается в баню таким образом, чтобы уровень вещества в сосуде был на одном уровне с маслом.

В масло погружается специальный термометр, на котором красными цифрами обозначена температура, выше которой нагревать опасно. Термометр привешивается на гибкой проволоке к лапке, укрепленной на штативе.

Работа с масляными банями очень неприятна, так как при высокой температуре начинают образовываться различные вещества, неприятные по запаху и вызывающие головные боли; поэтому она должна производиться *обязательно в вытяжном шкафу*.

Нередки случаи, когда при продолжительном нагревании масло в бане вспыхивает. В таких случаях его можно потушить, быстро закрыв баню асбестом. **Ни воду, ни песок для тушения воспламенившегося масла употреблять нельзя.** Поэтому при работе с масляной баней всегда должен быть *наготове кусок асбеста*, достаточный для того, чтобы им можно было закрыть баню.

д) **Глицериновая баня.** Значительно удобнее масляной бани *глицериновая*. Глицерин — густая, вязкая жидкость с температурой кипения выше 250°. На глицериновой бане очень удобно вести обогрев до температуры не свыше 200°. Недостатком этой бани является то, что при нагревании возможно разложение глицерина у самых стенок и выделение паров так называемого акролеина: Пары его чрезвычайно неприятны, вызывают слезотечение и кашель. Поэтому обогрев такой бани следует вести *через асбест, но не на голом огне*.

е) **Парафиновая баня.** Иногда вместо масляной бани при-

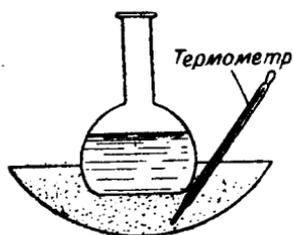


Рис. 37. Схема устройства песочной бани.

¹ Существенное отличие масляной (см. далее), глицериновой и парафиновой бань от водяной то, что в первых обогреваемый объект помещается в жидкость; в то время как в последней нагревание часто производится в парах кипящей воды.

меняется парафиновая. Разница состоит только в том, что вместо масла берется парафин. Поэтому все, что сказано о масляной бане, относится и к парафиновой.

Нужно помнить, что при работе как с масляной, так и с парафиновой банями регулировать температуру их довольно легко. Нагрев до нужной температуры, в дальнейшем регулируют только *величиной пламени* горелки. Если произошел перегрев, чего в работе следует избегать, то нужно отставить горелку или сильно уменьшить ее пламя (у горелок Теклю это делается просто завинчиванием винта, регулирующего подачу газа).

ж) Металлическая баня из легкоплавких металлов и сплавов. В обычных лабораториях почти не употребляется. Их применяют только при особых работах. По форме и устройству они отличаются от описанных выше бань. Главное их преимущество состоит в том, что они совершенно безопасны в отношении воспламенения.

з) Нагревание парами веществ с постоянной точкой кипения¹. Для нагревания при строго определенной температуре, особенно при проведении опытов в малом масштабе, вместо масляной или глицериновой бани удобнее пользоваться парами веществ с постоянной точкой кипения. Для этой цели служит особый прибор. Это — широкогорлая колба, имеющая восходящую трубку. В горлышко колбы укрепляют в пробке пробирку или другие маленькие сосуды. На дно колбы наливают небольшое количество определенной жидкости и нагревают ее до кипения. Образующиеся пары и производят обогрев. Восходящая трубка служит холодильником, где пары жидкости охлаждаются и в виде капель стекают обратно. Преимущество такого способа заключается в том, что при таком нагревании можно следить за процессом.

Для получения постоянной температуры можно пользоваться следующими веществами:

хлорбензол	темп. кип.	132°
бромбензол	" "	156°
анилин	" "	184°
нитробензол	" "	211°
дифениламин	" "	302°

и ряд других.

Проведение операции прокаливания

Очень часто в лабораториях приходится прокаливать так ие вещества, как например CaCl_2 , Na_2SO_4 и др. Прокаливание этих веществ производится с целью обезвоживания. Для этого употребляются железные сковороды, операцию прокаливания лучше всего производить на газовой плите. Если нельзя допускать чтобы препарат загрязнился желом, то прокаливать можно в

¹ R. E. Schmidt, Ztschr. f. ang. Ch., 40, 818—21 (1931).

шамотных тарелках или сковородах. Никогда не нужно загружать сковороду *сразу* большими количествами соли, так как при обезвоживании соль разлетается и ее много теряется.

Если приходится что-либо прокаливать в фарфоровом или шамотовом тигле (рис. 38), то нагревание тигля производится *постепенно*: вначале на небольшом пламени, потом пламя постепенно увеличивается. Во избежание потерь при прокаливании тигли обычно закрываются крышками. Если в таком тигле приходится что-либо озолить, то при постепенном нагревании дают веществу спокойно сгореть и уже после этого закрывают тигель крышкой.

Если фарфоровый тигель после работы имеет внутри загрязнения, то для очистки тигля наливают в него концентрированную азотную кислоту или дымящей соляной кислоты и осторожно нагревают. В других случаях, когда не помогают ни азотная, ни соляная кислоты, берут смесь их в пропорции: азотной 3 части и соляной 1 часть. Иногда помогает обработка тигля концентрированным раствором KHSO_4 при нагревании или просто сплавлении этой соли с последующей промывкой водой. Все же бывают случаи, когда ничего не помогает, загрязнение так и остается. Тогда тигель уже не годен к работе и его или выбрасывают или употребляют для каких-либо других целей, менее ответственных.

Очень осторожного обращения требуют *платиновые* тигли. У неопытных работников очень часто случается, что платиновый тигель „прогорает“. Для того чтобы этого не случилось, при нагревании платиновой посуды на голом пламени всегда нужно следить, чтобы **внутренний конус пламени горелки не соприкасался с платиной**. Прогорание происходит именно тогда, когда дно тигля при нагревании касается этого конуса. При прогорании образуется карбид платины, и дно тигля проваливается. Прогоревший тигель вместе с образовавшимся порошком карбида платины, который должен обязательно собираться, сдается для переплавки.

Вместе с тем нужно заботиться о том, чтобы платиновые тигли (а также чашки и др. платиновая посуда) не мялись, так как частое исправление их приводит к износу. Затем следует избегать сплавления в платиновых тиглях таких веществ, как едкие щелочи, перекись натрия, окиси и гидроокиси бария и лития, а также их азотисто- и азотнокислые соли и соли синильной кислоты (цианиды). Все эти вещества сильно действуют на платину, ускоряя износ тиглей. Также нельзя прокаливать в платиновых тиглях осадков или веществ, содержащих Fe_2O_3 , FeO , соли тяжелых металлов, как PbSO_4 , PbO_2 , SnO_2 , Bi_2O_3 , Sb_2O_3 и т. п.

Если платиновый тигель загрязнился, его следует очистить, нагревая в нем чистую азотную кислоту (без следов соляной

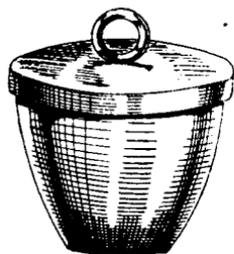


Рис. 38. Тигель.

Если платиновый тигель загрязнился, его следует очистить, нагревая в нем чистую азотную кислоту (без следов соляной

кислоты). Если это не помогает, в тигле плавят HSO_4 или NaHSO_4 . Когда и это не приводит к достаточной чистоте тигля, стенки протирают очень мелким чистым песком.

В последнее время в лабораториях стали применяться *кварцевые* тигли, которые обладают многими ценными свойствами, как-то: большая термическая прочность, химическая индифферентность к большинству веществ и пр.¹, однако нужно помнить, что кварц сплавляется с щелочами или щелочными солями, например содой или поташем.

Для продолжительного прокаливания, в особенности при определении золы и самом озолении, очень удобны муфельные печи. Они бывают как горизонтальные (рис. 39),

так и вертикальные (рис. 40). Муфельные печи изготавливаются из шамота или другого огнестойкого силиката. Обогрев горизонтальных муфельных печей производится групповыми горелками,

а вертикальных — специальными большими горелками. Как правило, муфельная печь при работе должна стоять под тягой, причем ее нужно ставить не непосредственно на стол тяги, а на толстый асбестовый картон. Это необходимо для предохранения стола от перегрева и как мера пожарной безопасности. При хорошем обогреве мощной групповой горелкой температура внутри муфельной печи может быть доведена до 900° , что является вполне достаточным почти для всех работ по определению золы.

Вертикальные муфельные печи делают из расчета, чтобы можно

было поместить внутри них тигель диаметром не свыше 60 мм.

Когда зажжена горелка, дверца печи должна быть закрыта. Время от времени щипцами открывают дверку и наблюдают за состоянием тигля.

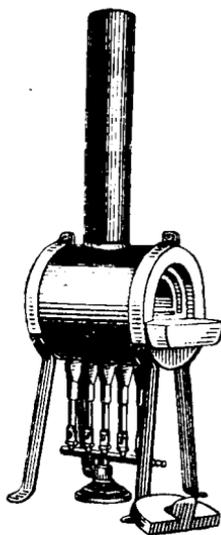


Рис. 39. Муфельная печь с газовым обогревом горизонтальная.

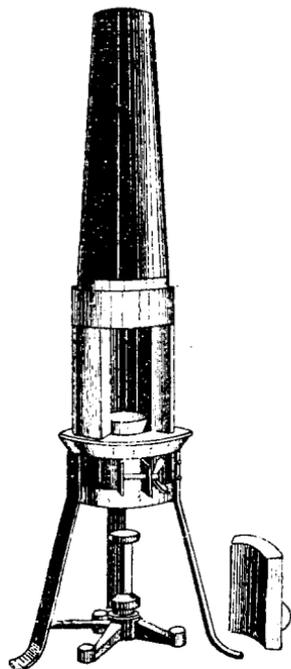


Рис. 40. Муфельная печь с газовым обогревом вертикальная.

¹ Следует отметить особенно ценное свойство всех кварцевых изделий, это — нечувствительность к резким колебаниям температуры, обусловленную малым коэффициентом термического расширения этого материала.

Муфельные печи особенно пригодны для работы с платиновыми тиглями, так как при прокаливании последних в муфеле исключается опасность прогорания тигля.

Таким образом при работе с горелками и нагревании всегда нужно придерживаться следующих правил:

1. **Прежде чем зажечь горелку, приведи ее в порядок.** Если работаешь со спиртом, бензином или керосином, всегда посмотри, нет ли каких-либо неисправностей в горелке, благодаря которым она может гореть неправильно.

Если работаешь с газом и имеешь горелки Теклю или Бунзена, **перед зажиганием закрой доступ воздуха.**

2. **Периодически осматривай горелку,** прочищай ее, если она засорилась. Помни, что плохих горелок почти не бывает, бывает только неумение обращаться с ними.

3. **Не нагревай простое химическое стекло на голом пламени.** Помни, что при этом оно всегда может лопнуть.

4. **Пользуйся для нагревания или асбестом или асбестовыми сетками.**

5. Всегда помни о том, что эфир, спирт, бензол, бензин, петролейный эфир и другие **огнеопасные вещества нельзя нагревать непосредственно пламенем, а обязательно на водяной бане.** При работе с ними горелки должны быть потушены.

6. **Будь осторожен с платиновой посудой,** при нагревании следи за тем, чтобы внутренний конус пламени не касался платины.

7. **Будь экономен с газом для горелок и не допускай бесполезной траты его.**

Электрические нагревательные приборы

В лабораториях все больше начинают распространяться электрические нагревательные приборы. Они особенно ценны для тех лабораторий, в которых отсутствует газ, а также и для работ, требующих нагревания и не позволяющих пользоваться для этого горелками (например перегонка легколетучих и воспламеняемых органических растворителей).

Большим удобством электронагревательных приборов является то, что включение их можно производить через реостат. Таким образом возможно регулировать температуру нагрева приборов, что значительно расширяет область их применения.

Из электронагревательных приборов наибольшим распространением пользуются: плиты, печи, бани, сушильные шкафы и т. д.

а) Плиты бывают различного размера, круглые или прямоугольные (рис. 41). Верхняя плита, на которую ставят посуду или другой обогреваемый предмет, может быть или металлической, или асбестовой, или тальковой. Асбестовые и тальковые плиты очень удобны, так как сравнительно устойчивы к действию химических реагентов. Плиты с асбестовой нагревающей



Рис. 41. Электрическая плита.

поверхностью обычно имеют бортики, так что из них можно делать песчаные бани, насыпав на асбестовую поверхность песок.

Плиты открытого типа, т. е. у которых нагревающая спираль ничем не покрыта, употребляются преимущественно в тех случаях, когда нет опасности попадания на нее обогреваемого вещества. Такие плиты удобны тем, что в случае перегорания их легко исправить.

Нужно помнить, что обычно плиты изготавливаются на напряжение 110 В или 220 В и пользоваться можно только теми плитами, которые подходят к имеющейся в лаборатории электрической сети. Плиты включаются вилкой в штепсель. Срок службы плит зависит исключительно от качества их и правильного пользования. Хорошая плита может работать годами. Если она перегорит, ремонт не представляет больших трудностей, так как всегда можно перемотать обмотку и изолировать ее, изготовив асбест в лаборатории. В крайнем случае обмотку можно залить гипсом.

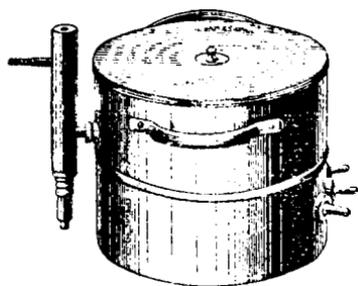


Рис. 42. Электрическая водяная баня.

Для того чтобы плита работала дольше, нужно заботиться, чтобы:

1) включение производилось только в ту сеть, вольтаж которой соответствует вольтажу плиты, всегда указываемому на специальной пластинке сбоку плиты;

2) не греть плиту без надобности, употребляя ее только тогда, когда в этом есть необходимость, так как каждая лишняя минута нагревания без надобности сокращает срок службы плиты;

3) не обливать плиту кислотами или растворами солей, щелочей и т. д.;

4) наблюдать за чистотой плиты;

5) не ставить плиту прямо на деревянную поверхность стола, а только на лист асбеста или в крайнем случае металла.

6) **Водяные бани.** Электрические водяные бани по форме часто напоминают обычные, обогреваемые газом (рис. 42). Однако они встречаются и других форм и размеров. Бани эти очень удобны для работы с огнеопасными веществами. Включая их в сеть через реостат, можно регулировать температуру нагрева; для этого бани могут быть оборудованы терморегуляторами специального типа.

Когда баня не имеет автоматического питания водой, как изображенная на рис. 43, нужно внимательно следить за уровнем воды в ней, так как если она будет нагреваться без воды—это может привести к ее порче.

Все, что сказано выше о плите, в большей части относится и к водяной бане, в особенности в части вольтажу и ухода¹.

¹ Часто электрические приборы готовят для трехфазного тока, поэтому включение двух вилок приводит к работе прибора на двух фазах.

Кроме описанных бань за последнее время за границей начинают применять бани, особенностью которых является нагревание электродами, причем сопротивлением служит сама вода. Электроды находятся в изолирующем сосуде, помещенном под баней, что делает невозможным переход тока на баню, явление, наблюдаемое при работе с обычными электрическими банями. Удобством описываемой бани является то, что нечего бояться порчи ее из-за испарения воды, так как когда вся вода испарится, ток выключается автоматически. Эта водяная баня особенно удобна для выпаривания огнеопасных веществ.

в) Муфельные печи. Электрические муфельные печи изготовляются вертикальными и горизонтальными, т. е. загрузочное отверстие имеет вид шахты или камеры. Это — очень удобный прибор, в особенности для сжигания и определения золы в органических веществах. Температура, достигаемая в муфеле, может достигать до 1000° . Большие муфельные печи (рис. 44), а часто и малые горизонтальные, снабжены реостатом, позволяющим регулировать температуру в муфеле. Включение печи производится постепенно, передвигая ручку реостата, тем самым уменьшаем его сопротивление. Таким образом муфель нагревается не сразу, что важно, так как от этого зависит срок службы его. Под муфель нужно класть толстый лист асбеста.

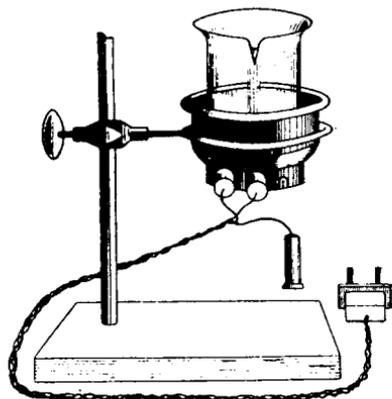


Рис. 43. Электрическая водяная баня без автоматического питания.



Рис. 44. Электрическая муфельная печь.

Во время работы, когда муфель загружен, дверка должна быть закрыта. Для наблюдения за помещенным в муфель предметом в дверках иногда делают окошечки. Такие муфельные печи очень удобны для прокаливания тиглей, в особенности платиновых.

Отношение к ним должно быть очень внимательное, и все сказанное о плите относится и к муфелю¹.

Кроме того нужно помнить следующее:

- 1) прежде чем включать муфель, проверь, отведена ли ручка реостата к нулевому положению и только после этого вставляй вилку в штепсель;
- 2) одновременно с этим проверь, нет ли внутри муфеля

¹ Об электронагревательных приборах см. книжку инж. А. Марковича „Электрические нагревательные приборы“, КОИЗ, 1936 г., ц. 1 р. 50 к.

посторонних предметов, бумаги, мусора и т. д.; если в муфеле есть что-либо постороннее, его следует удалить;

3) передвигая ручку реостата не сразу после включения в сеть, а через некоторое время, когда муфель немного обогреться, причем увеличивать накал нужно также постепенно.

г) **Воронки для горячего фильтрования.** В последнее время в продаже появились воронки для горячего фильтрования с электрическим обогревом. Они очень удобны в употреблении в тех случаях, когда приходится иметь дело с огнеопасными растворителями. Обращение с ними такое же, как и для всех электронагревательных приборов.

3. ВЕСЫ И ВЗВЕШИВАНИЕ

Почти ни одна работа в химической лаборатории не обходится без того, чтобы не приходилось что-нибудь взвешивать. Поэтому *весы — самая необходимая вещь* в лаборатории, и каждый работающий в ней должен знать их и уметь обращаться с ними.

В каждой хорошо оборудованной лаборатории должны иметься следующие весы: 1) для грубого взвешивания, 2) технические и 3) точные.

Для *грубого* взвешивания применяются обычные чашечные весы Роберваля (рис. 45) (обычные весы в магазинах). Они не обладают большой чувствительностью, поэтому при работе с ними нельзя получить той точности, которая требуется во многих случаях. Такие весы имеют обычно большую предельную нагрузку, которая всегда указана на чашках весов. Разновес для них может содержать гири до 1—2 и даже до 3—5 кг.

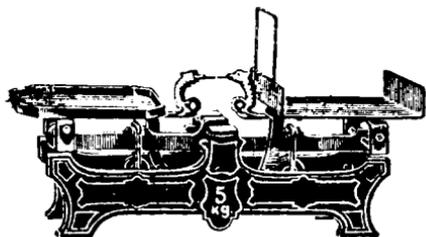


Рис. 45. Весы Роберваля.

Для более *точного взвешивания* (кроме аналитических целей),

когда точность может не превышать 0,01 г, пользуются техническими или точными техномеханическими весами. Для техномеханических весов должно быть отведено постоянное место, с которого их переносить не разрешается. Весы устанавливаются по отвесу, которым они всегда снабжены. У них также всегда имеется рычаг (арретир), который при работе поднимается, благодаря чему чашки весов приходят в нормальное для взвешивания положение. При опускании рычага чашки опускаются и лежат основаниями на подставке весов. Таким образом призма весов не испытывает давления от веса коромысла и работает только во время взвешивания. Благодаря этому она дольше сохраняется и не тупится (рис. 46).

Эти весы тоже имеют предельную нагрузку, обычно до 200—500 г и реже до нескольких килограммов. На них можно взвешивать с точностью до 0,01 г, а иногда до 0,001 г. Особо точные весы помещают в специальный деревянный остекленный футляр с поднимающейся крышкой.

Для *очень точных работ*, когда требуется максимально доступная нам точность, применяются так называемые *аналитические весы*. Это точный инструмент, требующий весьма осторожного обращения (рис. 47).

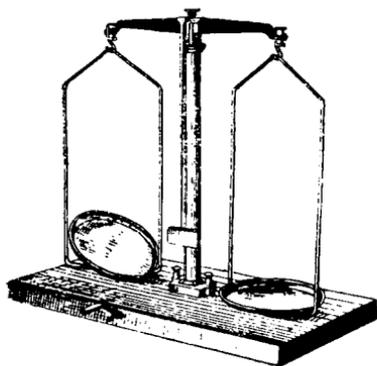


Рис. 46. Техно-химические весы.

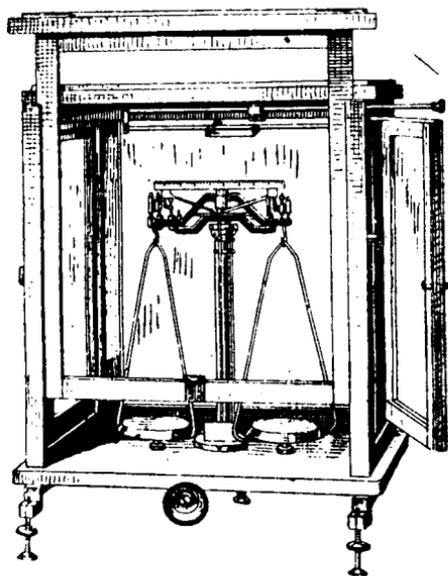


Рис. 47. Аналитические весы.

Для аналитических весов также должно быть раз навсегда определенное место. Если в лаборатории нет специальной весовой комнаты, то весы нужно ставить так, чтобы они не подвергались тряске (дальше от моторов и пр.), неравномерному обогреву, были бы в стороне от водопроводной раковины и вытяжного шкафа. Лучше всего к капитальной стене пристроить специальную нивелированную, точно выверенную по уровню, полку, как показано на рис. 48, и держать весы на ней. Весы помещаются в футляре, застекленном со всех сторон. Боковые стороны и передняя стенка его открываются.

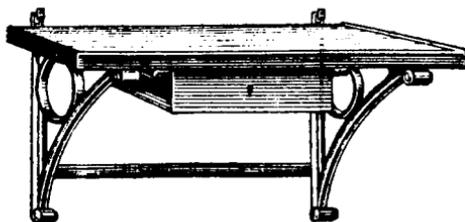


Рис. 48. Полка для аналитических весов.

На этих весах взвешивание можно производить с точностью до 0,0002 г.

К ним полагается специальный разновес. Для того чтобы металл гирек не окислялся и следовательно чтобы вес гирек не изменялся, они, начиная с 1 г, золотятся. Более же мелкий раз-

новес, менее грамма, для таких весов делается из платины. Нужно взять себе за правило, что **гирьки разновеса брать руками нельзя**, так как даже малейший след загрязнения уже меняет вес гирьки и она, если быть требовательным по-настоящему, к работе уже не годна и требует проверки. В каждом разновесе имеется специальный пинцет, которым следует брать гирьки.

Как же производить взвешивание?

Взвешиваемый предмет кладется на *левую* чашку весов, а гирьки на правую. Если взвешивание производится на грубых или техно-химических весах в какой-нибудь посуде или на бумаге, то посуда и бумага предварительно *или взвешиваются или тарируются*, т. е. уравниваются чем-либо, например дробью или еще чем-нибудь. Поэтому около таких весов вместе с разновесом должна быть всегда банка с дробью или стеклянными бусами нескольких размеров (т. е. мелкими и крупными).

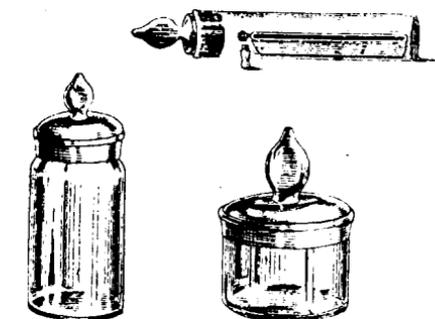


Рис. 49. Стаканчики для взвешивания (бюксы).

20—30 мин., причем в эксикатор нужно ставить уже обтертую полотенцем посуду.

Как правило, чашки аналитических весов *не должны ничем пачкаться*, так как даже небольшой налет на чашке уже отражается на точности весов. Поэтому необходимо, чтобы все, что ни ставится на чашку весов, было чистым. Никакое вещество, даже самое безобидное, нельзя насыпать на чашку аналитических весов. Всякое взвешивание должно производиться в какой-нибудь посуде. Для этих целей при взвешивании на аналитических весах должны употребляться или лабораторные часовые стекла или специальные стаканчики для взвешивания (бюксы) с притертой пробкой (рис. 49). Они бывают разной емкости и формы.

Кроме того вместо часового стекла очень удобно применять так называемые чашки Петри и Коха, которые употребляются в бактериологических лабораториях (рис. 50 и 51).

Так как в некоторых случаях при взвешиваниях требуется, чтобы в витрине весов воздух был совершенно сухим, то для достижения этого около весов (внутри футляра) ставится стаканчик с хлористым кальцием, который очень гигроско-

пичен и жадно впитывает в себя пары воды из окружающего воздуха¹.

Вместо CaCl_2 нельзя употреблять другие водопоглощающие вещества, особенно такие, которые могут испаряться хотя бы в самой незначительной степени, как например серная кислота. Это требование вызывается тем, что пары таких веществ могут действовать на металл весов. Это же обстоятельство (т. е. окисление медных частей весов) нужно учитывать и при взвешивании летучих веществ, которые могут оказать химическое воздействие на металл весов, например иод, крепкие азотная и соляная кислоты, уксусная кислота, трех- и пятихлористый фосфор и др. **Такие вещества взвешивать в открытых бюксах или колбочках нельзя.** При взвешивании веществ, которые могут испаряться и пары которых действуют на металл весов, их обязательно нужно помещать в *хорошо закрытые сосуды*. Это — очень важное правило, которому следует всегда подчиняться. Если такие вещества приходится взвешивать на грубых весах, то взвешивание должно



Рис. 50. Чашка Петри.

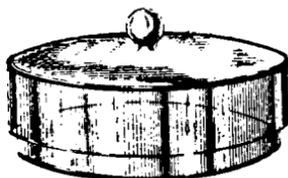


Рис. 51. Чашка Коха.

производиться только *под тягой* (в вытяжном шкафу). Нужно помнить, что не следует отравлять себя и товарищей летучими ядовитыми веществами.

Так как обращаться с аналитическими весами должен уметь каждый, остановимся еще раз подробнее на этом.

Чашки аналитических весов и само коромысло обычно снабжены призмочками или лезвиями и гнездами для них, чем достигается большая чувствительность весов. Как лезвия, так и гнезда должны быть совершенно чисты. Пыль с них удаляется имеющейся при каждом весе кисточкой или замшей. Даже небольшая пылинка или волосок могут отразиться на точности весов.

Весы с помощью ножек-винтов устанавливаются по отвесу или уровню. Правильно установленные весы без нагрузки при качании отклоняются одинаково в обе стороны от среднего деления шкалы. Если же этого нет, то с помощью передвижного груза на конце коромысла или других приспособлений нужно добиться того, чтобы весы колебались одинаково в обе стороны. При испытании весов нужно обращать внимание прежде всего

¹ При особо точных взвешиваниях стаканчик с CaCl_2 убирают, так как даже незначительные токи воздуха, образующиеся около весов в результате поглощения CaCl_2 паров воды, могут мешать наблюдению.

на то, чтобы они при неоднократном арретировании и освобождении давали одинаковую установку и чтобы колебания уменьшались медленно.

Для испытания равноплечности на обе чашки кладут большие разновески, например в 20 г, и затем уравнивают. Если эти разновески поменять местами, то равновесие не должно изменяться.

Нужно заботиться о том, чтобы весы *не подвергались неравномерному нагреванию*. Поэтому тигли после прокаливания охлаждают вначале в эксикаторе, а затем эксикатор с тиглем ставят не меньше чем на 20 мин. около весов, чтобы дать уравняться температуре. Поэтому же весы следует устанавливать так, чтобы на них *не падали лучи солнца*, в особенности при работе.

Разновески следует класть только при арретированных весах. Если разновес накладывают при освобожденных весах, то колебания чашек могут привести к ошибкам.

При взвешивании футляра должен быть закрыт со всех сторон. Нужно всегда помнить, что при взвешивании переднюю дверцу футляра открывать нельзя, *работать нужно с боковыми дверцами*. Только тогда, когда футляр не имеет боковых дверок, приходится работать с передней.

Как уже упоминалось, взвешиваемый предмет кладут обычно на левую чашку. Если же нужно отвесить определенное количество такого вещества, как например жидкости или соли, то в этих случаях удобнее взвешивать на правой чашке весов.

Вот вкратце то, что нужно знать на первых порах работы с весами в лаборатории. Однако не только начинающему, но и каждому работнику лаборатории всегда нужно помнить следующее:

1. **С весами нужно обращаться всегда осторожно** и с любовью.
2. Весы — точный инструмент, помогающий в работе тогда, когда за ним ухаживают, и портящий дело, когда к нему относятся небрежно.
3. **Весы всегда должны быть чистыми**. Поэтому после взвешивания посмотри, чиста ли чашка весов. Если ты ее запачкал, немедленно вытри.
4. **Особо осторожно обращайся с аналитическими весами, их очень легко испортить**.
5. **Никогда не насыпай на чашку весов никаких веществ**. Для взвешивания сыпучих веществ на грубых или теххимических весах нужно приспособить какую-нибудь коробку, вначале оттарировать ее, а уже потом насыпать вещество.
6. Всегда имей около грубых и теххимических весов банку для тарирования.
7. **Не переставляй весы с места на место**.
8. **Осторожно обращайся с разновесом, особенно с аналитическим**. Никогда при точных взвешиваниях **не бери гирьки руками**. Для этого есть пинцет. Гири руками можно брать только при грубых взвешиваниях, да и то из одного определенного разновеса.

9. Помни, что взвешивать все дурно пахнущие и ядовитые вещества при грубом взвешивании нужно в вытяжном шкафу.

10. На аналитических весах не следует взвешивать в открытых сосудах иод, аммиак, концентрированные кислоты — азотную, соляную и уксусную, трех- и пятихлористый фосфор и вообще летучие вещества, которые могут в парообразном состоянии действовать на материалы, из которых сделаны весы, или разрушать их.

11. Возьми себе за правило убирать разновес после того как кончил взвешивать.

Каждой гирьке в разновесе отведено свое место, куда и следует класть их. Оставлять разновес на чашке весов недопустимо.

12. Чем в большем порядке содержатся весы, тем надежнее результат работы¹.

4. ТЕРМОМЕТРЫ И ОБРАЩЕНИЕ С НИМИ

Термометр — прибор, служащий для измерения температуры. Он представляет собою стеклянную трубку, внутри которой находится капилляр, сканчивающийся резервуаром с ртутью. Сзади капилляра находится шкала с делениями на градусы. Встречаются также термометры, сделанные из сплошной трубки, шкала которых нанесена на наружной поверхности трубки. Химические термометры имеют шкалу в градусах Цельсия, так как эта шкала является общепринятой при всех научных исследованиях.

Химические термометры обычного типа делаются на разные температуры, начиная с -20° . В последние годы начали изготавливать термометры для очень низких температур, до -200° . Однако они встречаются редко.

Наибольшим распространением пользуются термометры со шкалой в 100, 200, 250, 300 и 360° (рис. 12). Кроме того имеются так называемые „газонаполненные“ термометры со шкалой до 550° . Возможность достичь такую температуру у ртутных термометров обуславливается тем, что капилляр их заполнен инертным газом, например азотом, не действующим на ртуть². При нагревании термометра и поднятии столбика в капилляре создается давление, а повышение давления, как известно, повышает точку кипения (см. главу „Дистилляция“).

¹ Более полные сведения о весах можно найти в книге П. А. Альянки, М. С. Жаворонкова, Б. М. Леонова „Лабораторные весы и взвешивание“, Гос. изд-во Стандартизация и рационализация, 1935 г., ц. 2 р. 50 к., а также „Инструкция № 1 по установке, пользованию и уходу за весами, гириями, мерами длины и мерами объема“ того же издательства 1934 г.

² Если бы капилляр был наполнен газом, реагирующим со ртутью, это привело бы к ошибкам показаний, засорению капилляра продуктами реакции и загрязнению самой ртути.

Это и позволяет измерять температуру до 550° , при которой в отсутствие в капилляре инертного газа ртуть превратилась бы в пар.

Все эти термометры имеют деления на 1° , но встречаются и такие, где имеются деления и в $\frac{1}{2}^{\circ}$.

Для особо точных работ применяются так называемые „нормальные термометры“ (обычно имеющиеся наборами, где каждый термометр имеет свои пределы температуры). Такие термометры имеют деления в 0,2 и $0,1^{\circ}$.

Для очень точных измерений применяют термометры Бекмана (рис. 53), имеющие значительную длину и разделенные всего на $5-6^{\circ}$. На них нанесены деления в $0,01^{\circ}$, и точность измерения может быть доведена до $0,002^{\circ}$.

Так как термометры сделаны из стекла, то при измерении температуры, когда в нагретое вещество погружена только нижняя часть термометра, происходит неодинаковое расширение стекла, и поэтому показания термометра будут несколько отличаться от истинных значений. Чтобы получить точные данные, нужно вводить поправки, которые иногда выражаются в долях градуса и реже — в целых градусах. Отклонения показаний термометра зависят главным образом от качества стекла, из которого он сделан. Заграничные термометры очень часто

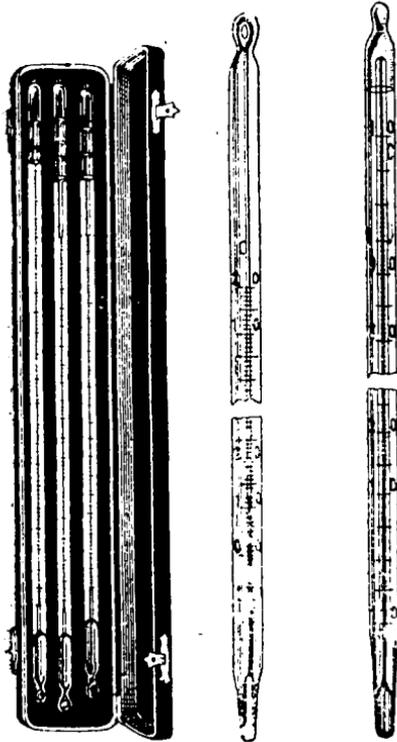


Рис. 52. Химические термометры.

имеют аттестаты, в которых указывается, какую поправку нужно вводить, чтобы получить правильный отсчет. Об этих поправках следует почитать в курсах физики или других пособиях, например в книжке проф. Кольрауша „Краткое руководство к практическим занятиям по физике“.

Как же обращаться с термометром?

При измерении температуры какой-либо жидкости термометр должен погружаться в нее так, чтобы быть на *одинаковом расстоянии от стенок* и ни в коем случае *не должен касаться их*. После того как температура



Рис. 53. Термометр Бекмана.

измерена, термометру дают *постепенно* остыть, затем его хорошо обтирают, так чтобы на нем не оставалось следов того вещества, температура которого измерялась¹. Если нижняя часть термометра запачкана осолом, жирными и другими веществами, то термометр надо обтереть кусочком ваты, смоченной каким-нибудь органическим растворителем.

Опрятное содержание термометра — основное правило обращения с ним.

Чтобы дать термометру постепенно остыть, его следует оставить висеть прикрепленным на штативе или, вставив в пробку, зажать в лапку на том же штативе.

Никогда не нужно класть термометр на твердые предметы, как стеклянные пластины, изразцы, металл и т. д.

Когда термометр больше не нужен, его следует положить в футляр и убрать в специально отведенное место. Очень полезно положить на дно футляра немного ваты, чтобы смягчить удар при укладке термометра.

В тех случаях, когда термометр входит как часть прибора, его или укрепляют в пробке или подвешивают за ушко в верхней части его. При укреплении в пробку отверстие в ней сверлится несколько *меньше диаметра* термометра. В этом случае, чтобы термометр прошел в отверстие пробки, его следует смазать вазелином или спиртом или даже водой и вставлять с широкого конца пробки. После того как термометр вставлен в пробку, выступающую часть его, которая будет находиться в приборе, нужно обязательно обтереть чистым полотенцем или кусочком ваты, смоченным бензином, чтобы удалить загрязнения от пробки.

Термометры, у которых шкала нанесена на наружной поверхности, обладают одним недостатком: вследствие того что краска, нанесенная в углубление делений, стирается, деления становятся плохо заметными, что мешает наблюдению. Чтобы сделать заметными деления и цифры, такие термометры следует время от времени „чернить“. Для этой цели нужно взять обыкновенную корковую пробку, обжечь ее и полученной сажей потереть по выступающей наружу из прибора части термометра. Сажа задерживается в углублениях делений, и они становятся заметными. Чтобы сохранить „чернение“ на относительно долгий срок, перед протиркой обожженной пробкой термометр полезно протереть тряпочкой, смоченной спиртовым раствором канифоли, шеллака или другой светлой смолы. Тогда сажа сохраняется дольше. Растворы канифоли или других смол должны быть не выше 5—10%.

Для специальных целей употребляются другие термометры. Например термометр, служащий для калориметрических целей при способе смешения, рассчитан для измерения температур от 15 до 25°. На его шкале нанесены деления от 0°, затем идет

¹ Особо осторожного обращения требуют нормальные термометры. После употребления им нужно дать медленно остыть.

вздутие, потом шкала от 15 до 25°, потом второе вздутие и наконец деления от 95 до 105°.

У упомянутого уже термометра Бекмана (так называемый „метастатический термометр“) вся шкала вмещает 5—6°, но настолько длинных, что можно производить отсчеты до 0,002°. У этого термометра сверху находится изогнутый резервуар с ртутью, и, подвергая термометр легким сотрясениям, можно заставить падать капли ртути верхней части резервуара в нижнюю. Это и называется „настройкой“ термометра.



„Настраивать“ термометр Бекмана нужно потому, что абсолютное значение его показаний может быть изменено по желанию¹.

Для некоторых специальных работ применяются так называемые „максимальные“ термометры (рис. 54). Они обычно имеют небольшую шкалу, не больше 20—25°. Особенностью их является то, что после охлаждения термометра столбик ртути останавливается на той температуре, до которой производилось нагревание данного вещества.

Рис. 54.
Максимальный термометр.

Чтобы привести максимальный термометр к нормальному положению, его просто встряхивают. Каждый такой термометр должен иметь паспорт, в котором указывается опускание столбика ртути при охлаждении термометра. Обычно оно не превышает 1°.

Кроме ртутных термометров иногда употребляют термометры, наполненные спиртом или толуолом. Последние термометры очень удобны для измерения низких температур, так как толуол не затвердевает даже при -80° .

Проверка термометров

Термометр является довольно чувствительным прибором. В зависимости от условий, в которых термометр работал, находится постоянство его показаний. Если например термометр нагревать продолжительное время при высокой температуре, его нулевая точка смещается вверх, причем это смещение может достигь 20°. Периодическое нагревание и охлаждение, т. е. совершенно нормальные условия работы термометра, обычно приводят также к некоторому смещению точки 0°. Поэтому время от времени термометры следует проверять. Проверка термометра заключается в том, что определяют правильность показаний его при 0 и 100°. Это не такое простое дело, как кажется с первого раза.

Для измерения 0° рекомендуют применять лед. При этом нужно помнить, что от того, какой лед взят, будут зависеть

¹ Подробно об установке термометра Бекмана можно прочесть в книге О. Кноблаух и К. Генки „Точные изменения температур в технике“, изд. ГНТИ, Лгр. 1931 г., стр. 150—154 или в книге Оствальд-Лютер-Друкер „Физико-химические измерения“, ч. I, стр. 303 (изд. 1935 г.).

показания термометра. Если лед был грязный, с примесями, то термометр всегда будет показывать ниже 0° . Если при таянии льда скапливается вода и пузырьки воздуха, термометр может показывать выше 0° . Поэтому для определения 0° следует брать лед, полученный из свежеперегнанной чистой дистиллированной воды, по возможности освобожденной от воздуха (лучше брать для замораживания воду после кипячения ее), или же предназначенную для замораживания воду поместить на некоторое время в вакуум-эксикатор и таким образом освободить ее от воздуха. В этом случае, пользуясь охлаждающими смесями, можно заморозить воду под вакуумом. Полученный лед разбивается чистым ножом или молотком.

Замораживать воду лучше всего в фарфоровой чашке. Если после того как вода замерзнет, чашку немного нагреть, опустив ее на $\frac{1}{2}$ мин. в теплую воду, то лед легко вынется из нее.

Разбитый на куски величиной не меньше 1 см^3 чистый лед кладется в стакан, обмывается дистиллированной водой, причем воды наливается столько, чтобы вытеснить воздух и образовать густую кашу, в которую опускают термометр так, чтобы он не касался стенок, и отмечают положение столбика ртути¹. Если в течение нескольких минут показания термометра не изменяются, эту точку записывают.

После определения 0° находят вторую точку — 100° . Это точка кипения чистой воды при нормальном давлении в 760 мм . Поэтому для определения ее нужно брать также свежеперегнанную дистиллированную чистую воду, не содержащую никаких примесей (см. вводную часть гл. „Дистилляция“).

Для работы употребляют прибор, изображенный на рис. 55. Это металлический сосуд, в верхней части двухстенный. Сверху имеется отверстие, в которое вставляется термометр и наливается вода. Нижняя, более широкая часть, нагревается. Термометр помещается в сосуд на пробке так, чтобы он 1) не касался воды, а был бы лишь в парах ее и 2) из прибора термометр должен выходить так, чтобы точка 95° была видна и находилась на уровне пробки.

Наличие двойных стенок предохраняет пар от охлаждения, и через несколько минут после начала кипения воды в приборе устанавливается постоянная температура.

Отмечают то показание термометра, на котором останавливается ртутный столбик. Одновременно записывают показания барометра, т. е. внешнее давление, и вводят поправку на нормальное давление.

Таким образом точно устанавливается правильность показаний термометра.

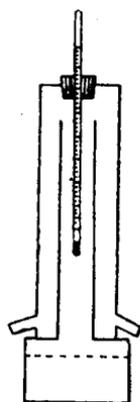


Рис. 55.
Прибор для определения точки кипения воды.

¹ При точном определении необходимо, следить, чтобы шарик и ртутный столбик были целиком погружены в лед.

Когда известна ошибка термометра, то при работе ее учитывают и вводят поправку на показание.

Вот вкратце то, что следует помнить при работе с термометрами.

1. С термометром нужно обращаться осторожно.
2. Не нагревать его выше той температуры, которая указана на шкале как высшая. Нагрев вести постепенно.
3. После работы дать термометру постепенно остыть до комнатной температуры, очистить его и, положив в футляр, убрать на свое место.
4. При работе со специальными термометрами быть особенно осторожным.
5. Время от времени проверять правильность показаний термометра, определив 0° при погружении его в чистый лед и 100° в парах воды при 760 мм атмосферного давления. При другом давлении точка кипения воды может быть найдена в таблицах. Нужно также сравнивать показания данного термометра с показаниями паспортизованного нормального термометра, если он имеется в лаборатории¹.

5. ПРОБКИ И ОБРАЩЕНИЕ С НИМИ

В лаборатории употребляются три сорта пробок: корковые, резиновые и стеклянные.

а) **Корковые пробки**, получающиеся из коры пробкового дуба,

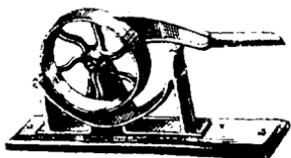


Рис. 56. Жом для пробок.

являются самыми употребительными. Это один из самых нужных предметов в лаборатории. *Прежде чем налить в сосуд какую-либо жидкость* или наполнить его каким-нибудь другим веществом, *нужно подобрать к нему пробку*, которая должна быть всегда *немного больше* диаметра горлышка сосуда, так, чтобы она входила с трудом. Чтобы приспособить такую пробку к данному сосуду, ее обжимают на специальном жоме (рис. 56). Если же жома нет, то пробку обминают например деревянной доской. Для этого доской прижимают пробку к столу и несколько раз прокатывают ее. Только после того как пробка подбрана и работающий убедится, что сосуд закрывается плотно, можно наливать или насыпать в него то или иное вещество.

¹ Подробные сведения о термометрах см. в книге Н. В. Ламбин «Термометры», Гос. изд-во Стандартизация и рационализация, 1933 г., ц. 80 к.

Это очень важное правило, и его следует придерживаться всегда. Если вначале налить или насыпать в сосуд какое-нибудь вещество, а потом подбирать пробку, то никогда нельзя быть уверенным, что ничего постороннего не примешается к взятому веществу, так как или с пробки упадет грязь, или отломится кусочек пробки, или даже может проскочить сама пробка, если взять ее меньше того размера, который нужен. А всякое загрязнение, в особенности химически чистого вещества, не допускается ни при какой работе, в особенности же аналитической.

Подобрать пробку — дело нетрудное, а вместе с тем это облегчает работу. Хорошо закрытый сосуд дает уверенность в том, что ваше вещество не загрязнится, не испарится (если оно жидкое или летучее) и сохранится.

При составлении каких-нибудь, иногда самых простых, приборов пробки требуется просверливать, чтобы в отверстие можно было вставить стеклянную трубку, термометр, или еще что-нибудь. Для сверления пробок в каждой лаборатории должны иметься специальные сверла. Они бывают двух видов: 1) ручные, 2) механические.

Ручные сверла (рис. 57) имеются в продаже наборами, в 6, 12 и 18 штук. Они представляют собой металлические трубки, один конец которых снабжен ручкой, а другой заточен. Эти трубки вставляются одна в другую, так что при большом количестве сверл всегда имеется постепенный переход диаметров. **Сверлить пробку обязательно следует с ее узкого основания.** Прежде следует наметить *середину* пробки и уже затем сверлить так, чтобы отверстие приходилось на середине и одинаково отстояло от краев. Для сверления пробка берется в левую руку, в правой же руке должно находиться сверло. Легко нажимая на сверло и все время поворачивая его, производят сверление. Все время нужно заботиться о том, чтобы сверло шло перпендикулярно к той поверхности, которая сверлится.

При выборе сверла всегда нужно помнить, что *диаметр его должен быть немного меньше, чем требуется*. Таким путем достигается то, что вставленная трубка или термометр будет держаться хорошо.

Если диаметр отверстия слишком мал, то его можно расчистить круглым напильником и таким путем подогнать до нужного размера. Сверлить с *нижнего*, узкого основания пробки нужно потому, что как раз эта часть будет находиться внутри сосуда, и поэтому она должна быть равной. Если начать сверлить с широкого основания пробки, то узкое основание, из которого выйдет сверло, в большинстве случаев будет немного рваным и пробка будет в этом месте крошиться, так что она всегда сможет попасть в сосуд и загрязнить его.

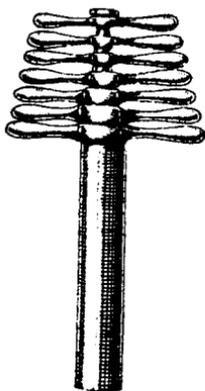


Рис. 57. Набор сверл для пробок.

После того как пробка просверлена, сверло вынимается и находящаяся внутри него вырезанная пробка *выбивается* или сверлом меньшего диаметра или специальной палочкой, которая имеется при каждом наборе. Если выбитая из сверла пробка целая и нигде не повреждена, ее выбрасывать не следует, она еще может пригодиться в работе.



Рис. 58.
Нож для
точки
сверл.

От частого употребления сверла тупятся. Тупое сверло рвет пробку, а не режет ее. Чтобы наточить сверло, применяют специальные ножи для точки сверл (рис. 58). Сверло надевается на коническую часть, нож прижимается к сверлу и при поворачивании ножа сверло, неподвижно зажатое в левой руке, точится довольно быстро. Машинки для сверления пробок употребляются довольно редко (рис. 59). Они применяются по большей части для сверления резиновых пробок.

Недостатком корковых пробок является то, что они не выдерживают действия кислот и щелочей. Однако это неприятное свойство можно уменьшить, если пробку особым образом обработать. С этой целью вначале нужно изготовить такой раствор:

Воды	1 000 частей
Глицерина	50 "
Желатины	30 "

Вначале желатину растворяют в воде, нагрев ее до 40—50°, и когда она растворится целиком, добавляют глицерин. В этот раствор, нагретый до 40—50°, кладут пробки (которые предварительно должны быть хорошо вымыты) минут на 15—20. Затем пробки нужно снова хорошо обмыть, высушить и положить в следующую смесь:

Парафина	42 части
Вазелина	12 частей

Эта смесь расплавляется, и в ней пробки должны пробыть тоже минут 15—20. Затем они вынимаются и высушиваются.

При выдерживании в последней смеси нужно заботиться, чтобы пробки покрылись ею со всех сторон. Поэтому их следует все время поворачивать стеклянной палочкой. Такую обработку корковых пробок нужно производить всегда, когда приходится закрывать ими крупные бутылки со *щелочами* и *кислотами*. А эти бутылки в лаборатории встречаются очень часто. Подобная обработка пробок нужна еще и потому, что таким путем кислоты и щелочи сохраняются от загрязнений, неизбежных всегда, когда бутылки закрыты непропи-

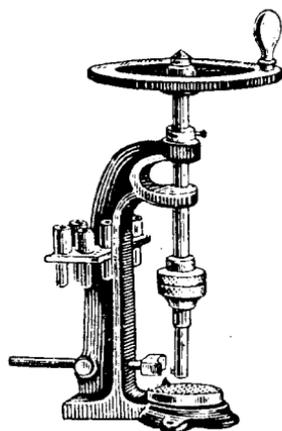


Рис. 59. Машинки для сверления пробок.

танными корковыми пробками. Часто бывает нужно залить парафином пробку или крышку банки.

Сплошь и рядом бывают случаи, когда тот или иной сосуд или реактивную банку нужно очень хорошо и герметично закрыть. Это достигается заливкой пробки и мест соединения ее с горлышком сосуда такими веществами, как например парафин. Для этого расплавляют парафин в какой-нибудь металлической посуде, например ложке, железной выпарительной чашке (песочная баня) или железной крышке от какой-нибудь банки и расплавленный парафин выливают на пробку так, чтобы он покрывал всю ее поверхность. Удобен также следующий прием: расплавленный парафин набирается в прогретую пипетку и из нее постепенно выливается на то место, которое должно быть залито. Особо нужно заботиться о том, чтобы место соприкосновения стекла и пробки было хорошо залито. Перед заливкой парафином полезно горлышко сосуда немного прогреть.

Кроме парафина можно применять воск или церезин, но недостатком их является то, что они довольно трудно снимаются со стекла, в то время как парафин можно счистить очень легко. Из других веществ, которые находят применение для заливки сосудов и корковых пробок, можно указать на лаки из эфиров целлюлозы, как нитро- или ацетилцеллюлозные, затем менделеевская замазка, сургучи и пр., однако последние применяются редко и главным образом тогда, когда вещество в банке или бутылке отправляется на дальнейшее расстояние или оставляется как образец, который не будет использован для работы.

Корковые пробки, имеющиеся у нас в продаже, разделяются по величине диаметров верхнего и нижнего.

В продаже имеются следующие конусные пробки:

9×7 мм	16×14 мм
10×8 "	18×16 "
12×10 "	20×18 "
14×12 "	22×20 "

Пробки более крупных размеров встречаются редко.

б) Резиновые пробки значительно дороже корковых и употребляются не так часто, как последние. При их помощи достигается более герметическая закупорка сосудов, но вместе с тем их можно *применять только тогда, когда вещество, заключающееся в сосуде, не действует на резину*. Так, сосуды с бензином нельзя закрывать резиновой пробкой, так как бензин растворяет каучук, из которого изготавливаются пробки. Веществ, растворяющих или действующих химически на каучук, не так много. Поэтому резиновыми пробками можно закрывать сосуды с большинством веществ, в особенности твердых.

Из других органических растворителей, так или иначе действующих на резину, следует отметить ацетон, хлороформ, сероуглерод, сольвентафта, бензол, хлорированные углеводороды, петролейный эфир, нитробензол и ряд других. Часть из этих веществ растворяет каучук, в других он только набухает или

же органические растворители экстрагируют из каучука примеси — смолы, серу и пр. Из неорганических веществ на каучук действуют крепкие кислоты, особенно серная и азотная.

Новые резиновые пробки обсыпаны сверху тальком или другими минеральными веществами. Поэтому, прежде чем закрывать новой пробкой какой-либо сосуд, ее следует обмыть и вытереть¹.

Резиновые пробки также вначале подбираются к определенному сосуду. Никогда не нужно *путать* резиновых пробок от сосудов. **У каждого сосуда должна быть своя постоянная пробка.** Это относится не только к резиновым, но и к корковым и стеклянным пробкам.

При мытье посуды одновременно должна быть вымыта и резиновая пробка, чем избегается загрязнение вновь налитого в сосуд вещества.

При собирании разного рода приборов резиновые пробки употребляются очень часто. В таких случаях их обычно приходится сверлить. Сверление резиновых пробок — задача более трудная, чем сверление корковых пробок. Но знать, как нужно сверлить резиновые пробки, следует каждому. Начинать сверлить резиновую пробку нужно так же, как и корковую, с меньшего основания. Так же вначале устанавливается центр, если нужно сделать одно отверстие в середине пробки, и уже после этого приступают к сверлению. Так как при этом вследствие упругости развивается трение, сверлить резиновую пробку без смазки очень трудно. В качестве смазывающих веществ, облегчающих сверление резиновых пробок, обычно употребляют крепкую щелочь, вазелиновое масло или глицерин.

Применение щелочи неудобно тем, что она может вредно действовать на кожу. В этом отношении удобнее применять вазелиновое масло или, даже лучше, глицерин, совершенно безвредные для кожи.

Поворачивать сверло нужно с небольшим нажимом и притом осторожно, все время наблюдая за тем, чтобы не скосить отверстия. Когда сверло будет близко к выходу, пробку ставя широким основанием на какую-нибудь доску (но не на стол или стул) и сильным нажимом при поворачивании сверла прорезают пробку, следя за тем, чтобы оно не врезалось в дерево. После этого сверло вынимается и пробка из него выбивается.

Нужно взять за правило, что *пробку никогда не следует оставлять в сверле.*

Просверленная пробка обмывается водой, если смазкой служил раствор щелочи или глицерина, и просто обтирается, если смазкой было вазелиновое масло.

Для большей точности сверления резиновых пробок удобнее пользоваться уже упомянутой машинкой. С ней можно получить

¹ Это достигается или простым обмыванием пробки или же лучше всего слабым нагреванием на водяной бане в растворе любой щелочи (2—3%).

очень точное и ровно просверленное отверстие, что не всегда удаётся при ручном сверлении.

Если пробка долго находится в работе и если она часто подвергалась влиянию относительно высоких температур, то она растрескивается или затвердевает, делаясь уже негодной к работе. Чтобы избежать этого, очень полезно *пропитывать* резиновые пробки парафином. Для этого парафин нагревается до 100°, и резиновая пробка кладется в него на несколько секунд, самое большое на одну минуту. После этого пробка помещается в сушильный шкаф на проволочную сетку, под которую положен кусок картона или асбеста. Сушильный шкаф нагревается до 100—105°, при этом парафин пропитывает резину. Обработанная таким путем пробка не будет затвердевать или трескаться и вместе с тем становится плотнее, что тоже неплохо. Это же рекомендуется делать не только с пробками, но и с резиновыми трубками, особенно при работе с такими веществами, как хлор, который довольно скоро разрушает резиновые трубки и пробки. При пропитывании трубок нужно заботиться о том, чтобы парафин хорошо покрыл и внутреннюю поверхность их, но в то же время не растворил каучука, что может произойти при продолжительном нагревании в парафине.

На резиновые пробки введен стандарт (ОСТ 471), по которому пробки характеризуются диаметрами нижним и верхним и высотой. По стандарту имеются следующие размеры резиновых пробок:

8 × 11 × 16 мм	27 × 31 × 32 мм
12 × 15 × 20 "	29 × 34 × 35 "
14 × 17 × 20 "	36 × 41 × 42 "
16 × 19 × 22 "	38 × 43 × 44 "
18 × 21 × 23 "	45 × 51 × 52 "
22 × 26 × 27 "	

в) Стекланные пробки отдельно не продаются, они всегда составляют часть какого-либо сосуда или прибора. Они применяются во всех тех случаях, когда нужна особо тщательная упаковка, гарантирующая полную герметичность, и когда вещество, заключающееся в сосуде, может так или иначе действовать на корковую или резиновую пробки. Стекланные пробки всегда должны быть хорошо пришлифованы к горлышку. *Чтобы пробки не путались, на сосуде и пробке проставляются одинаковые номера.*

Когда сосуд пустой, то между пробкой и горлышком *обязательно нужно прокладывать кусочек чистой бумаги*, чтобы пробка случайно не заела. „Заедание“ стеклнной пробки происходит довольно часто. Для того чтобы открыть сосуд в этом случае, существует много различных способов. Остановимся на наиболее распространенных из них. При заевшей пробке вначале следует *осторожно постучать* по ней снизу вверх небольшим деревянным молоточком, обшитым кожей, или же просто деревянной дощечкой. Постукивать нужно со всех сторон, но так, чтобы не разбить сосуд или не отколоть выступающую

часть пробки. Обычно уже таким способом удается открыть пробку.

Если же этот способ не помогает, то следует *осторожно прогреть* горлышко сосуда так, чтобы не нагрелась пробка. Тогда горлышко несколько расширится, и пробку можно будет вынуть. Нагревать можно на *коптящем* пламени горелки, если вещество, находящееся в сосуде, не огнеопасно. В последнем случае на горлышке сосуда устраивается „компресс“. Горлышко обвязывают тряпкой или вообще каким-нибудь волокнистым материалом и на этот „компресс“ льют осторожно горячую воду.

Особенно часто заедание происходит в сосуде, в который налита *щелочь*. Поэтому последнюю *не рекомендуется* держать в склянках с притертой пробкой. Часто случается, что такую склянку никак не откроешь, и в этом случае приходится жертвовать сосудом, чтобы достать вещество.

Вот вкратце то, что нужно знать о пробках и обращении с ними.

1. Следует **быть экономным при пользовании пробками как корковыми, так и резиновыми**. Нужно использовать вырезанные пробки. Иногда приходится очень долго искать пробку, а это затягивает работу. Если же иметь у себя разнообразный ассортимент пробок, да еще при этом сохранять вырезанные, работа будет облегчена.

2. **Прежде подбери пробку к сосуду, а уже потом помещай в него то, что нужно.**

3. **Если корковой пробкой будешь закрывать кислоту или щелочь, вначале обработай ее так, как указано выше.**

4. **При сверлении пробок всегда начинай сверлить с меньшего основания.**

5. **Не путай пробок от разных сосудов.** Особенно это относится к стеклянным пробкам.

6. **Если сосуд с притертой пробкой пуст, то обязательно положи кусочек фильтровальной или простой чистой бумаги между горлышком и пробкой.**

7. **Не оставляй пробки в сверле, всегда заботься о том, чтобы выбивать пробковый цилиндр из нее.**

8. **Следи за тем, чтобы сверла всегда были острыми, и время от времени точи их.**

9. **Помни, что когда в пробку вставляешь стеклянную трубку или термометр, держи их как можно ближе к тому концу, который вставляется в пробку¹.**

¹ Часто неопытные работники, вставляя тонкостенную стеклянную трубку в пробку, особенно если сделано слишком маленькое отверстие, ломают трубку, обрезая себе руки. Чтобы избежать этого, следует смазывать трубку вазелином и обертывать руку плотенцем.

6. ХИМИЧЕСКАЯ ПОСУДА И ДРУГИЕ ПРИНАДЛЕЖНОСТИ

Стеклянная посуда

Химическая стеклянная посуда, употребляемая в лабораториях, по своему назначению и материалу может быть разделена на ряд групп.

По назначению всю посуду можно разделить на следующие группы: *общего назначения, специального назначения.*

По материалу: *простого стекла, специального стекла, кварца.*

К группе общего назначения относятся те предметы, которые всегда должны быть в лаборатории и без которых нельзя провести ни одной работы. К этой группе относятся: пробирки, воронки простые и делительные, стаканы, плоскодонные колбы, измерительные цилиндры, кристаллизаторы, колбы Эрленмейера, колбы Бунзена, холодильники Либиха, пипетки, бюретки, реторты, колбы для дистиллированной воды, тройники, краны.

К группе специального назначения относятся те предметы, которые употребляются для одной какой-либо цели. Сюда относятся: аппарат Киппа, аппарат Сокслета, прибор Кьельдаля, дефлегматоры, склянки Вульфа, склянки Тищенко, пикнометры, ареометры, газовые пипетки, Дрекслея, кали-аппараты, прибор для определения углекислоты, круглодонные колбы, специальные холодильники, прибор для определения молекулярного веса, приборы для определения точки плавления и др.

Познакомимся с каждой группой и с каждым предметом в отдельности.

А. Группа общего назначения

а) Пробирки (рис. 60) представляют собою узкие, цилиндрической формы трубки с закругленным дном. Они бывают различной величины и диаметра и из различного стекла. Обычные лабораторные пробирки изготавливаются из легкоплавкого стекла, но для особых работ, когда требуется нагрев до высоких температур, пробирки изготавливаются из специального тугоплавкого стекла или кварца.

Кроме обычных изготавливаются еще и градуированные пробирки.

Для пробирок в лаборатории всегда имеются специальные деревянные штативы (рис. 61). Пробирки служат для проведения работ аналитического и другого характера или при микрохимических работах.

Мыть их лучше всего ершом.

б) Воронки простые служат для переливания жидкостей, для фильтрования и т. д. Они бывают различной величины и диаметра. Обычные воронки имеют ровную внутреннюю стенку, но для облегчения фильтрования иногда внутренняя поверхность делается ребристой. При работе воронки устанавливаются или

в специальном штативе (рис. 62) или в кольце на обычном лабораторном штативе (рис. 63).

в) Воронки делительные и капельные употребляются для разделения несмешивающихся жидкостей (например воды и масла) (рис. 64). Они бывают или цилиндрические или грушевидной формы, в большинстве случаев снабжены притертой стеклянной пробкой. В том месте, где начинается отводная трубка, имеется стеклянный, хорошо притертый кран. Делительные воронки бывают различной емкости (от 50 см³ и до нескольких литров). В зависимости от емкости толщина стенок меняется. Чем емкость меньше, тем стенки тоньше, и, наоборот, чем емкость больше, тем стенки толще.

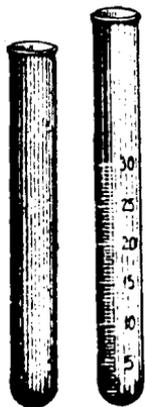


Рис. 60. Пробирки. Простая и градуированная.

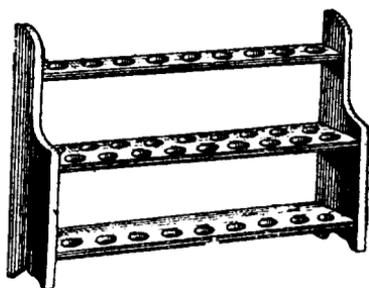


Рис. 61. Штатив для пробирок.

При работе делительные воронки, в зависимости от емкости, укрепляются по-разному. Если воронка цилиндрическая и притом небольшой емкости, ее можно укрепить просто на лапке. Если же воронка большая, то она устанавливается между двумя кольцами. Нижняя часть

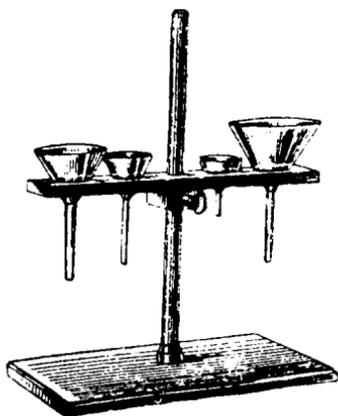


Рис. 62. Стеклянные воронки в специальном штативе.

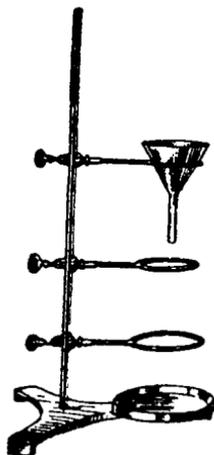


Рис. 63. Стеклянная воронка, укрепленная в кольце.

цилиндрической воронки должна опираться на кольцо, диаметр которого немного меньше диаметра воронки, верхнее же кольцо имеет диаметр несколько больший, такой, чтобы воронка осо-

бенно не раскачивалась. Если она качается, то полезно между кольцом и воронкой положить пробку, вырезанную так, как показано на рис. 65, т. е. пробка разрезается пополам, по вертикали, и на каждой половине вырезывается кусок так, что профиль напоминает букву „Г“.

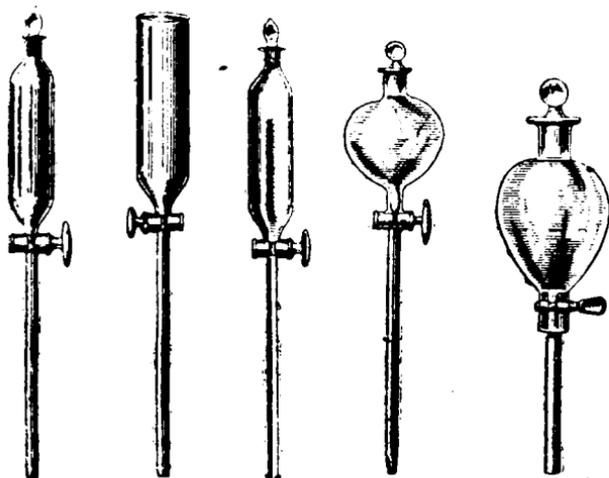


Рис. 64. Делительные и капельные воронки.

При грушевидной делительной воронке крепление ее происходит на кольце, и горлышко воронки зажимается лапкой. Нужно всегда прежде закрепить воронку, а уже потом наливать в нее подлежащие разделению жидкости.

Капельные воронки отличаются от делительных не только своей преимущественно грушевидной формой, но и тем, что они делаются более легкими, тонкостенными и в большинстве с длинным концом. Они применяются при многих работах, когда вещество должно добавляться в реакционную массу небольшими порциями или непрерывным током капель. Поэтому они часто составляют часть прибора и укрепляются например в горлышке колбы при помощи корковой или резиновой пробки.

Перед работой с делительной или капельной воронкой нужно осторожно *смазать* вазелином шлиф стеклянного крана. Это позволяет открывать его легко и без усилий, что очень важно, так как туго открывающийся кран можно сломать или же при открывании его повредить весь собранный аппарат.

Смазывание вазелином нужно производить так, чтобы при поворачивании крана вазелин не попадал внутрь воронки.

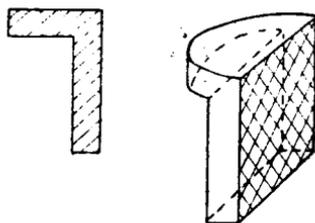


Рис. 65. Пробка для прокладки между делительной воронкой и кольцом.

г) **Стаканы** химические представляют собой тонкостенные цилиндры различной емкости. Они бывают двух видов: с носиками и без носиков (рис. 66). Так же как и другую стеклянную химическую посуду, их иногда делают из тугоплавкого или из химически стойкого стекла. Последний сорт стаканов применяется главным образом для специальных работ, когда требуется, чтобы стекло не выщелачивалось.

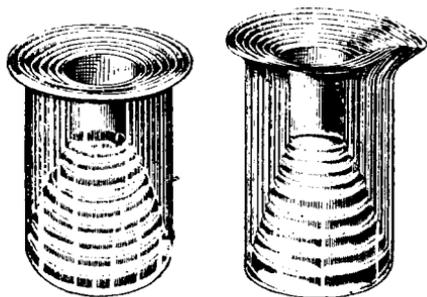


Рис. 66. Наборы химических стаканов: слева — без носика, справа — с носиком.

В стаканах можно вести самые разнообразные работы. Во многих случаях они заменяют кристаллизаторы и т. п.

Нагревать стаканы из обычного стекла *на голем пламени нельзя*, от этого они часто лопаются. Нагревание должно производиться только на асбестовой сетке или на водяной или другой бане.

Кроме химических стаканов иногда в лабораториях приме-

няют и толстостенные стаканы, так называемые батарейные. Они бывают также разной величины и емкости и предназначены для работы без нагревания.

д) **Колбы плоскодонные**, так же как и вся химическая посуда, тонкостенные, самой разнообразной емкости, начиная от 50 см³ и до нескольких литров. Они изготавливаются из обычного стекла, а также и из кварцевого и специальных сортов (рис. 67.)



Рис. 67. Колба плоскодонная.

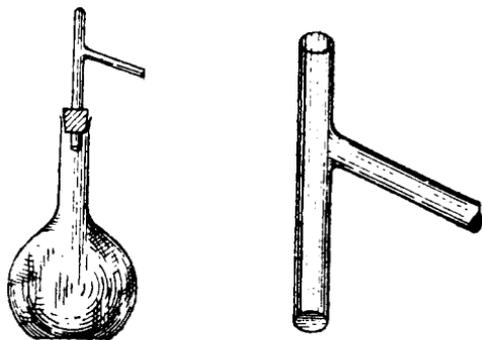


Рис. 68. Схема приспособления плоскодонной колбы для перегонки. Направо — насадка, сделанная из горлышка колбы Вюрца.

Обычные колбы всегда могут заменить в случаях нужды специальные виды колб, для чего их следует только соответствующим образом приспособить. Так, очень часто можно простой колбой заменить колбу Вюрца (о ней см. ниже). Для этого нужно в пробку, подобранную к колбе, вставить горлышко

с отводом от разбившейся колбы Вюрца или Энглера или же изготовить самую широкую трубку с отводом (рис. 68).

Если у колбы разбивается только горлышко, то выбрасывать ее не следует, колба даже без горлышка очень часто может пригодиться как резервуар для хранения какого-либо вещества или как сосуд для ценных осадков и т. д.

Самые обыкновенные колбы, только большей емкости, от $\frac{1}{2}$ до 2 л, приспособливают для дистиллированной воды (так называемой „промывалки“) (рис. 69). Для этого к колбе сначала подбирается резиновая пробка, затем в ней просверливаются два отверстия, в одно из которых вставляется трубка, изогнутая под острым углом. При этом один конец трубки должен доходить почти до дна колбы, а другой конец должен быть оттянут, чтобы получить узкое выходное отверстие. В другое отверстие вставляется трубка, изогнутая под тупым углом. Конец этой трубки, находящийся внутри колбы, должен высовываться из пробки не больше чем на 3—5 см.

В эту колбу до горлышка наливается дистиллированная вода, вставляется пробка, снабженная упомянутыми уже трубками, и плотно закрывается. При работе колба берется в руку за горлышко, конец короткой трубки, изогнутой под тупым углом, берется в рот, в колбу вдвигается воздух и этим увеличивается давление внутри нее, что заставляет воду вытекать из другой трубки в виде струйки, которую и направляют например на стенку стакана, чтобы смыть осадок на низ фильтра и т. д.

Такие колбы для дистиллированной воды особенно нужны в аналитических лабораториях, в учебных и т. д.

Иногда такие колбы специально изготавливаются со стеклянной притертой пробкой, снабженной обеими трубками. Конечно такие специальные колбы удобнее простых.

е) Колбы Эрленмейера, или конические колбы, находят при аналитических работах особо широкое применение. Они также бывают различной емкости, с носиками и без носиков (рис. 70). Кроме того для особых

работ применяются колбы Эрленмейера с притертой пробкой. Это очень удобная для титрования, для нагревания и других целей посуда, [без которой не обходится почти ни одна лаборатория.

Нагревать их следует только на сетке или какой-либо бане, например водяной.



Рис. 69. Колба для дистиллированной воды (промывалка).

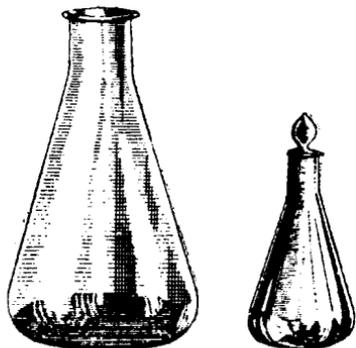


Рис. 70. Колбы Эрленмейера.

ж) Колбы для отсасывания при фильтровании (или колбы Бунзена) — также одни из самых распространенных в лабораториях. Они употребляются в тех случаях, когда фильтрование ведется с применением вакуум-насоса, о чем будет сказано отдельно. Для работы отросток колбы, находящийся в верхней части ее, соединяют каучуковой трубкой с предохранительной склянкой, а затем с вакуум-насосом. В горло колбы вставляется

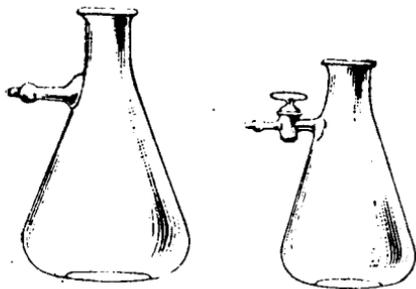


Рис. 71. Колбы Бунзена для фильтрования (сосалки).

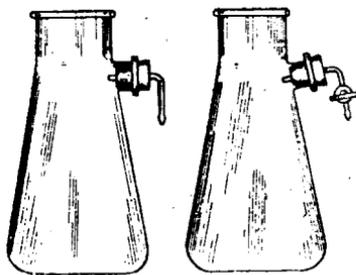


Рис. 72. Колба для фильтрования.

та или иная воронка, насаженная на резиновую пробку. Колбы для фильтрования бывают различной емкости и формы (рис. 71). По большей части в лабораториях встречаются колбы конической формы как наиболее устойчивые и удобные.

Для каждой колбы для фильтрования следует заранее подобрать несколько резиновых пробок (2—3) с отверстиями разного диаметра, но такого, который был бы подходящим для наиболее часто употребляемых воронок.

Колбы для фильтрования после работы следует тотчас же мыть. Это требование очень важное, и ему нужно всегда подчиняться.



Рис. 73. Реторта без тубуса.

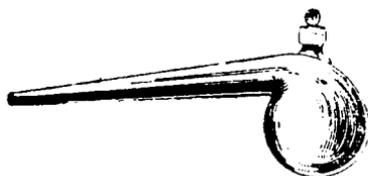


Рис. 74. Реторта с тубусом.

Более удобна колба для фильтрования, изображенная на рис. 72. Особенностью ее является то, что соединение с вакуумом производится через трубку с краном, вставленным в резиновую пробку (или шлиф) и соединяющуюся с колбой через небольшой отвод, в который и укрепляется пробка (или шлиф). Когда нужно сменить колбу, вынимают только пробку, оставляя трубку соединенной с вакуум-насосом.

з) Реторты (рис. 73 и 74). Реторты бывают двух видов: без

тубуса (рис. 73) и с тубусом (рис. 74), последние же с притертой пробкой и без нее.

Как и все виды химической посуды, реторты бывают различной величины и емкости: от 125 см^3 и до 2—3 л. Реторты емкостью больше 2—3 л встречаются очень редко и их изготовляют только по специальному заказу.

и) **Измерительные цилиндры** представляют собой стеклянные толстостенные цилиндры с нанесенными на наружной стенке делениями, указывающими объем в куб. сантиметрах (рис. 75 и 76). Они бывают самой разнообразной емкости: от 10 см^3 до 1 л и выше.

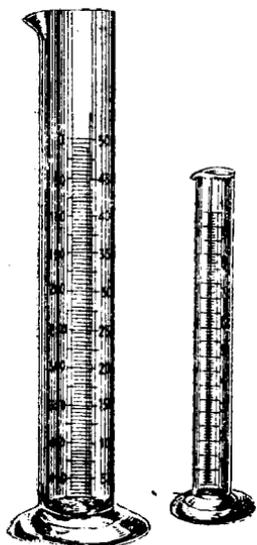


Рис. 75. Мерный цилиндр обыкновенный.



Рис. 76. Мерный цилиндр с притертой пробкой.

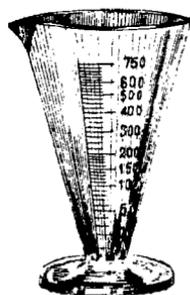


Рис. 77. Мензурка.



Рис. 78. Набор кристаллизаторов.

Их назначение — измерять с необходимой точностью объем той или иной жидкости. Ими пользуются в лабораториях очень часто, например при приготовлении растворов редко можно обойтись без измерительного цилиндра. Кроме обычных открытых цилиндров (рис. 75) иногда встречаются цилиндры, снабженные притертыми пробками (рис. 76). Обычно они применяются только при специальных работах. Кроме цилиндров встречаются и так называемые „мензурки“ (рис. 77). Это сосуды конической формы, на стенке которых имеются деления. Назначение их такое же, как и измерительных цилиндров. Надо принять за правило мыть цилиндры тотчас же после работы с ними.

к) **Кристаллизаторы** — тонкостенные стеклянные, плоскодонные различных диаметров и различной емкости чашки (рис. 78). Они применяются при перекристаллизации веществ. Их также иногда применяют вместо выпарительных чашек.

В этих случаях нагревание производят обязательно на водяной бане.

л) **Холодильники** — приборы, служащие для целей охлаждения и конденсации парообразных веществ.

Холодильник Либиха. Общеупотребительные в лабораториях *холодильники Либиха* представляют собой (рис. 79) стеклянную трубку, один конец которой имеет более широкую часть, чем вся остальная трубка (форштосс). Эта трубка насажена при помощи кусков резиновой трубки на холодильную муфту или рубашку, имеющую в противоположных концах по одному отводу. На отводы надеваются каучуковые трубки, одна из

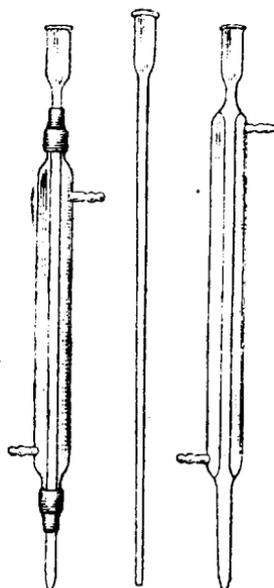


Рис. 79. Холодильник Либиха.

которых, находящаяся близ узкого конца стеклянной трубки (конденсатора), соединяется с водопроводным краном, а другая отводится в сточную трубу или надевается на отвод в нее. Следовательно вода в холодильнике идет **навстречу парам жидкости**, и здесь осуществляется так называемый „**принцип противотока**“. Это нужно всегда помнить, так как начинающие работать в химической лаборатории почти всегда собирают холодильники как раз наоборот, т. е. воде дают то же направление, что и парам, поступающим в холодильник. Здесь может быть рекомендовано такое правило: если встать перед прибором так, чтобы колба была с левой стороны, а холодильник — с правой, то вода должна втекать в холодильник через правый отвод, а вытекать через левый. Резиновые трубки, служащие для соединения холодильной трубки (конденсатора) с холодильной рубашкой, должны быть обвязаны тонкой проволокой или бечевкой, чтобы вода в этом месте не могла провалиться.

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

Как правило, **холодильник должен быть всегда чистым.**

После долгого употребления в холодильной рубашке часто образуется красновато-желтый налет окислов железа, попадающих с водой из водопроводных труб. Этот налет мешает видеть холодильную трубку, и от него нужно избавляться. Для этого холодильник следует разъединить от водопроводного крана, выпустить всю воду и налить в холодильную рубашку 10—16%-ной соляной кислоты. Конечно при этом на каучуковые трубки около отвода надеваются зажимы. Осторожно поворачивая холодильник, дают раствориться налету окислов железа в соляной кислоте и затем последнюю выливают. Эту операцию повторяют:

2—3 раза, после чего холодильник снова соединяют с водопроводом и пропускают воду в течение 5—6 мин.

При работе с холодильником нужно всегда заботиться о том, чтобы **холодильная рубашка (муфта) была вся заполнена водой**. Если этого не сделать, то может случиться, что при продолжительной перегонке холодильная трубка сильно нагреется и у границы соприкосновения с водой лопнет.

Перегонять парособразное вещество с холодильником Либиха можно только тогда, когда температура паров не превышает 150°. Подробности будут изложены в главе о перегонках.

Кроме такого типа иногда встречаются холодильники Либиха, у которых холодильная трубка спаяна с холодильной рубашкой (муфтой). Затем в лабораториях иногда применяются холодильники Аллина и Сокслета.

Холодильник Аллина внешне похож на холодильник Либиха. Отличие между ними состоит в том, что холодильная трубка у холодильника Аллина не прямая, а содержит ряд последовательно расположенных расширений яйцевидной или круглой формы. Таким образом увеличивается поверхность охлаждения и происходит более полная конденсация паров.

Холодильник Сокслета (рис. 80) применяется главным образом в тех случаях, когда нужно, чтобы жидкость после конденсации паров снова стекала в сосуд (так называемый обратный холодильник). В нем вода поступает через левый отвод во внутреннюю шарообразную полость и вытекает из правого отростка. Пары жидкости проходят между внутренней шарообразной поверхностью и наружной стенкой. Таким образом охлаждение паров производится сразу с обеих поверхностей: с наружной — воздухом, с внутренней — водой.

Кроме описанных холодильников имеется еще целый ряд систем их. Так, можно часто встретить холодильники, у которых холодильная трубка имеет вид спирали. Это делается для того, чтобы, не увеличивая размеров холодильника, увеличить поверхность охлаждения.

Часто, особенно при разного рода исследовательских работах, необходимо нагревание сопровождать перемешиванием. Когда аппарат снабжен обычным холодильником Либиха, это сделать трудно. В этом случае очень удобно применение специальных холодильников с мешалкой. Особенностью их является то, что стеклянная мешалка, проходящая через холодильник, укрепляется наверху в шариковом подшипнике, который служит одновременно и как направляющая. Подшипник не закрепляется прочно, но качается, вследствие чего ось мешалки приспособляется к оси аппарата. Подшипник соединен при помощи передачи с мотором. На рис. 81 указано, как смонтирован прибор.



Рис. 80. Холодильник Сокслета.

На рис. 82 показано устройство обратного холодильника (шарикового) с мешалкой.

м) **Пипетки** (рис. 83) служат для того, чтобы отбирать определенные объемы жидкости. Обычные пипетки представляют собой стеклянные трубки небольшого диаметра с расширением посредине. Нижний конец пипетки слегка оттянут и имеет диаметр около 1 мм. Такие пипетки бывают емкостью от 1 до 200 см³. Обычно в верхней части трубки бывает метка, до которой набирается жидкость. Некоторые же пипетки снабжены двумя метками: в верхней и нижней частях трубки. Такие пипетки удобнее, так как они дают возможность очень точно измерить объем жидкости, на которую рассчитана пипетка. В таких случаях нужный объем заключается между обеими метками.

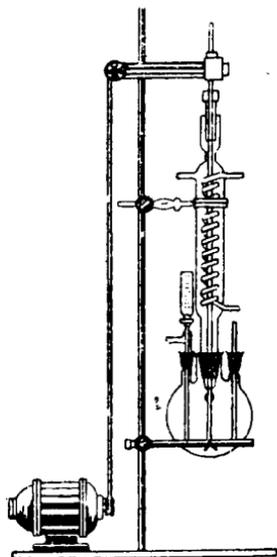


Рис. 81. Холодильник с мешалкой.

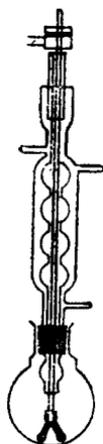


Рис. 82. Шариковый холодильник с мешалкой.

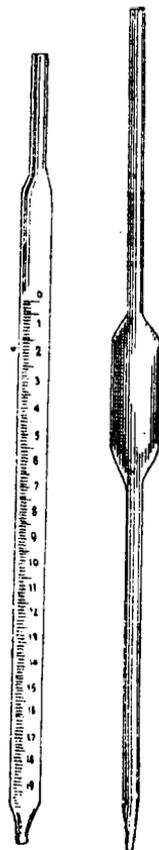


Рис. 83. Пипетки. Слева—градуированная, справа простая.

Чтобы набрать в пипетку жидкость, опускают в последнюю нижний конец пипетки и ртом втягивают жидкость так, чтобы она поднялась на 2—3 см выше метки. Тогда быстро закрывают верхнее отверстие указательным пальцем правой руки, придерживая ее в то же время большим и средним пальцами.

Очень полезно указательный палец слегка *увлажнить*. Этим достигается большая герметичность. Когда жидкость набрана до указанного уровня и пипетка плотно закрыта пальцем, то,

чтобы довести уровень жидкости до метки, указательный палец следует слегка ослабить и, когда будет достигнута метка, т. е. когда нижний мениск жидкости будет на уровне с меткой, палец снова прижимается. Если на конце пипетки после этого будет висеть капля, ее следует осторожно удалить. Перенеся пипетку в нужный сосуд, отнимают указательный палец и дают жидкости стечь, лучше всего *по стенке сосуда*. Для того чтобы выгнать всю жидкость из пипетки, нужно вначале снова закрыть верхнее отверстие и обхватить расширенную часть левой рукой. Теплая рука нагреет воздух внутри пипетки, и он, расширяясь, выгонит жидкость из узкой части нижнего конца. *Никогда не следует выгонять остатков жидкости из пипетки выдуванием ртом.*

Это общий недостаток большинства работающих в лабораториях и от него нужно отказаться.

Когда в пипетку приходится набирать *ядовитые* или опасные для полости рта вещества, как крепкие кислоты или щелочи, *ртом набирать жидкость не рекомендуется*. В таких случаях она набирается или при помощи баллона от резиновой груши, как это указано выше, или же применяются другие меры, чтобы жидкость не попала в рот. Очень полезными в таких случаях оказываются пипетки, у которых в верхней части, выше метки, имеется 1—2 шарообразных расширения. Гюппнер предлагает следующее приспособление для предотвращения попадания пипетируемой жидкости в рот (рис. 84). Прибор состоит из довольно широкого цилиндрического сосуда, суженного с обоих концов.

Засасывание производится через верхний конец, нижний же соединяется с пипеткой посредством резиновой трубки или же прямо припаивается к пипетке. Внутри цилиндра находится стеклянный поплавок, который в нерабочем состоянии опускается в цилиндре до углублений *a*, на которые он опирается, не препятствуя току засасываемого воздуха. Если жидкость проникнет в цилиндр, поплавок поднимется и в определенный момент закроет верхний конец прибора, вследствие чего подъем пипетируемой жидкости прекращается.

Как правило, *пипетки должны быть всегда чисто вымытыми*. Их следует держать на особом штативе (рис. 85) и при этом закрывать маленькими пробирками. Такие штативы, если нет

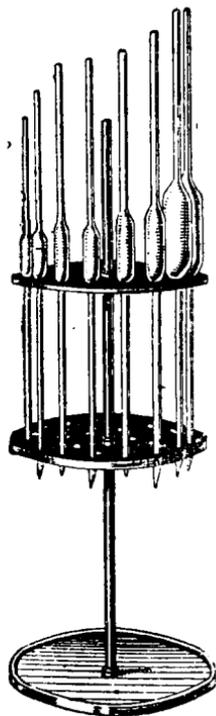


Рис. 85. Штатив с пипетками.

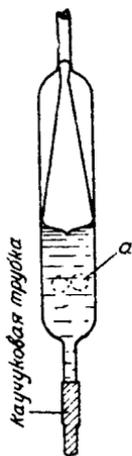


Рис. 84. Пипетка Гюппнера.

готовых, можно сделать самому из двух больших корковых пробок или деревянных кругов (рис. 86). Если взять корковые пробки, то их нужно соединить в центре тремя стеклянными палочками, причем по краю верхней пробки предварительно вырезать ряд отверстий, в которые и следует вставлять пипетки.

Кроме обычных в лаборатории иногда применяются градуированные пипетки. Они снабжены делениями в $0,1 \text{ см}^3$ и бывают также различной емкости. Очень редко применяются микропипетки, которые имеют деления в $0,01 \text{ см}^3$, с ними можно достичь точности до $0,005 \text{ см}^3$. Это обычно трубки с отверстием капиллярного диаметра. Обращение с градуированными пипетками такое же, как и с обычными.

Из пипеток особого устройства следует упомянуть об одной, наиболее удобной для пипетирования разного рода *ядовитых*

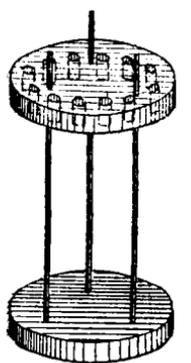


Рис. 86. Самодельный штатив для пипеток.

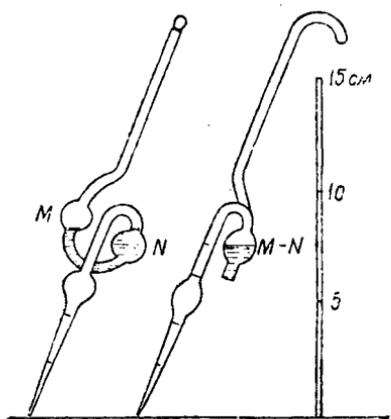


Рис. 87. Пипетки для ядовитых веществ.

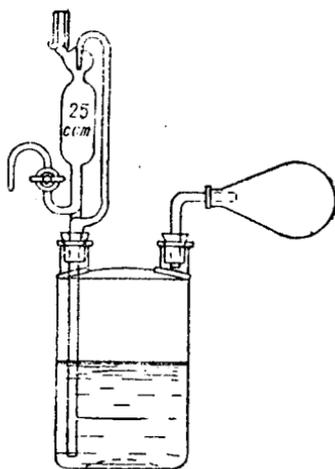


Рис. 88. Автоматическая пипетка.

веществ, набирать которые в пипетку ртом опасно для жизни. Эта пипетка (рис. 87) снабжена ртутным резервуаром *MN*. При наклонении и повороте пипетки таким образом, чтобы ртуть заполнила шарик *N*, из пипетки вытесняется воздух. Введя теперь конец пипетки в жидкость и приводя ее в первоначальное положение, наполняют ее. Количество набранной жидкости зависит от угла наклона и поворачивания пипетки.

Освобождение от жидкости производится просто наклонением пипетки.

Верхний конец пипетки сделан в виде крючка, так что ее можно вешать.

Большими удобствами обладает пипетка, изображенная на рис. 88. Она относится к типу автоматических и особенно пригодна например для таких растворов, как растворы иода и др. веществ, которые действуют на кожу. Эта автоматическая пи-

летка состоит из трех частей: 1) двугорлой склянки Вульфа 2) резиновой груши и 3) собственно пипетки. Последняя имеет изогнутый конец, снабженный краном. В верхней части пипетки открытый конец ее закрывается сверху стаканчиком для предотвращения попадания пыли. Жидкость поступает в пипетку через питающую трубку, вставленную в склянку Вульфа почти до дна. Собственно пипетка имеет два деления: сверху и внизу (на уровне крана). Наполнение пипетки производится следующим образом: закрывают кран и осторожно нажимают на грушу, тогда раствор по питающей трубке начинает переливаться в пипетку. Когда уровень жидкости поднимется немного выше черты, грушу отпускают. Затем открывают кран, дают жидкости наполнить пипетку до конца (чтобы немного вытекло) и новым нажимом на грушу снова дополняют пипетку. Затем осторожным открыванием крана дают стечь избытку жидкости до тех пор, пока уровень ее не остановится на верхней черте. После этого кран снова закрывают и, подставив нужную посуду, например колбу Эрленмейера, снова открывают кран и дают стечь жидкости до нижнего уровня. Тогда кран закрывают. Это очень удобная пипетка, которую можно рекомендовать для каждой лаборатории.

н) **Бюретки** — один из наиболее нужных и важных приборов при всех аналитических работах. Это стеклянные трубки, снабженные внизу краном или оттянутые. На наружной стенке по всей длине бюретки нанесены деления в $0,1 \text{ см}^3$, так что отсчеты можно вести с точностью до $0,02 \text{ см}^3$, но обычно ограничиваются точностью в $0,05 \text{ см}^3$.

Как уже указано, бюретки бывают двух типов: 1) с притертым краном и 2) с оттянутым концом, на который надевается резиновая трубка, снабженная концом из оттянутой стеклянной трубки, причем на резиновую трубку надевается зажим Мора или же внутрь нее закладывается стеклянная буса (рис. 89 и 90).

В бюретки с краном можно наливать все жидкости *за исключением щелочей*. Для работы с последними применяются

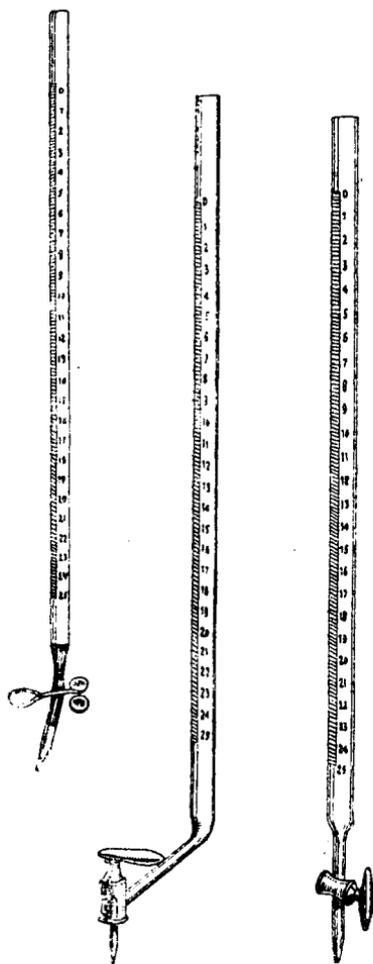


Рис. 89. Бюретки.

бюретки с оттянутым концом, на который надевается резиновая трубка. Это обуславливается тем, что, как уже упоминалось в главе о пробках, щелочь может „заесть“ притертый кран, и вследствие этого бюретка может выйти из строя, так как открыт „заевший“ кран очень трудно и при этом можно сломать бюретку.



Рис. 90. Резиновая насадка с бусой для бюреток.

Для работы в учебных лабораториях или в тех случаях, когда титрование производится редко, бюретки при всех временных работах крепятся на штативе в лапках (рис. 91). Однако значительно удобнее применять специальные держатели для бюреток, изображенные на рис. 92. Они сделаны из проволоки и захватывают бюретку таким образом, что не мешают отсчету, что бывает при упоре лапок, когда последние закрывают часть делений бюретки.

Так как бюретки предназначены для очень ответственной работы — титрования, они должны содержаться в особенной чистоте.

В аналитических лабораториях или в тех случаях, когда данным раствором приходится часто пользоваться для титрования, тщательно вымытые бюретки укрепляются стационарно.

Существует очень много способов такого постоянного крепления. Опишем некоторые из них.

На рис. 93 показана одна из таких постоянных установок. Бутыли с раствором ставятся на полку, к нижней стороне которой хорошо приделаны железные прутья. К этим прутьям с помощью лапок прикрепляются бюретки. В верхнюю часть бюретки вставляется трубка, в наружной части имеющая отросток. Эта трубка соединяется резиновой трубкой, в середину которой закладывается стеклянная буса, с другой трубкой коленчатой формы, одно колено которой вставлено в бутылку, почти касаясь дна. Боковой отвод первой трубки соединен резиновой трубкой с бутылкой. Последняя кроме того снабжается трубкой с натронной известью (для поглощения углекислоты). Таким образом резиновая пробка бутылки должна иметь 3 отверстия.

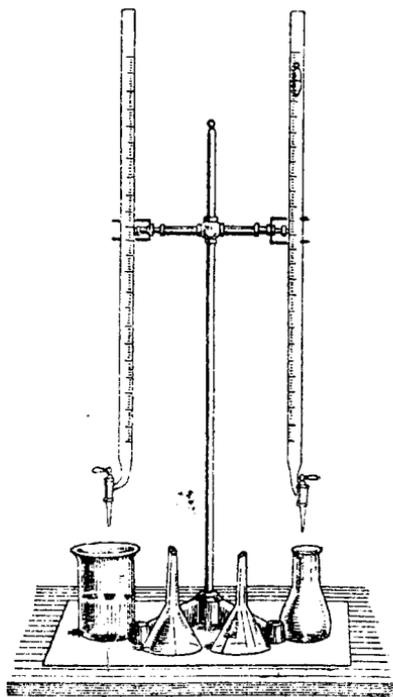


Рис. 91. Крепление бюреток в штативе.

Когда весь прибор собран, остается только наполнить коленчатую трубку жидкостью. Для этого бюретка опускается несколько вниз и через освобожденный конец трубки с отростком, зажав вначале резиновую трубку, насаженную на последний, тем или иным путем всасывают раствор. Конечно, при этом на ту часть резиновой трубки, в которую заложена буса, надо нажимать пальцами, чем достигается проникание воздуха и жидкости между стенкой резиновой трубки и бусой. Когда жидкость набрана, снова поднимают бюретку и опять вставляют в нее трубку с отводом.

Для наполнения бюретки раствором следует нажать на то место резиновой трубки, куда заложена буса.

Это довольно удобное приспособление, основанное на принципе сифона.

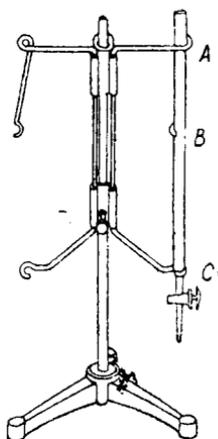


Рис. 92. Держатели для бюреток.

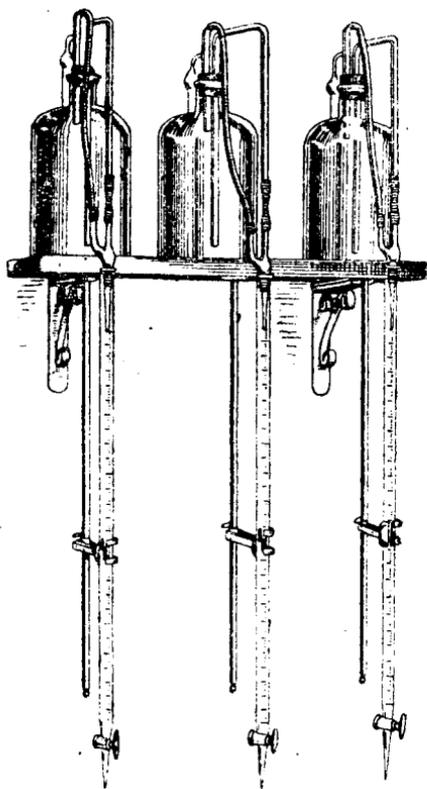


Рис. 93. Установка титрованных растворов.

На этом же принципе основано и другое приспособление, частично напоминающее только что описанное. Бутылка также находится выше бюретки, и последняя крепится совершенно одинаково с вышеописанным. Разница же заключается в том, что в пробке бутылки сверлятся только два отверстия: одно для трубки с натронной известью, а второе для коленчатой трубки, один конец которой доходит почти до дна бутылки с раствором, а второе служит для соединения с бюреткой. В этом случае берутся бюретки с оттянутым концом. Этот оттянутый конец соединяется резиновой трубкой с тройником

(рис. 94 и 95). На другой конец тройника насаживается с помощью резиновой трубки стеклянная трубка с оттянутым концом. В резиновую трубку, служащую для соединения, закладывается стеклянная буса.

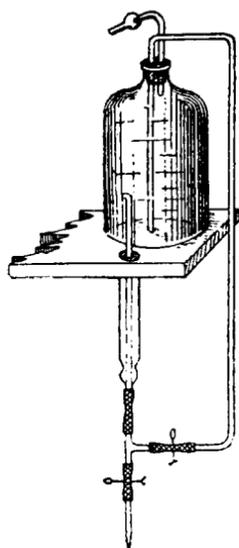


Рис. 94. Установка титрованных растворов.

Боковой отвод тройника служит для соединения с коленчатой трубкой. Соединение производится также резиновой трубкой с заложённой внутрь нее стеклянной бусой или же вместо нее надевается зажим Мора или винтовой. Для работы нужно первоначально по-предыдущему заполнить коленчатую трубку жидкостью и, соединив ее с бюреткой, наполнять последнюю.

Этот способ еще более удобен, чем первый, и с ним растворы расходуются экономнее, так как сразу можно набрать нужное количество жидкости.

Для тех случаев, когда бутылки с растворами помещаются прямо на столе, устраиваются другие приспособления, изображенные на рис. 96, 97, 98, 99 и 100.

Особо удобными для отсчета являются бюретки, имеющие на стенке, противоположной делениям на куб. сантиметры, матовую, синюю или другого цвета полосу. Наличие этой полосы удобно тем, что с такими бюретками не нужно искать края мениска, так как образующийся вследствие особых условий преломления света конус синего или другого цвета (от матовой полосы) точно указывает деление.

На рис. 101 видно, как производится отсчет.

Описанные выше бюретки применяются преимущественно для работы с растворами, на которые не влияет воздух (вернее содержащиеся в нем кислород и углекислота). Для чувствительных же к воздуху растворов необходимо применять бюретки специального устройства, одна из которых изображена на рис. 102. Прибор состоит из бутылки *A*, имеющей стеклянную притертую пробку, в которую впаяна бюретка с трубкой *b* для заполнения и трубкой *c* для выравнивания давления. Так как наполняющая сосуд *A* и бюретку жидкость не должна соприкасаться с воздухом, их наполняют каким-нибудь инертным газом, например водородом или азотом. Наполнение прибора этими газами производится через боковой отвод *d* с краном *h*, причем весь воздух таким путем вытесняется. Верхняя часть бюретки соединена с сосудиком *f*, снабженным краном *h*₃. Этот сосудик заполняется серной кислотой или другой жид-

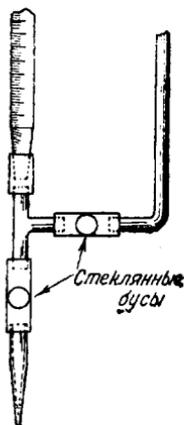


Рис. 95. Нижняя часть соединения у бюретки.

костью, поглощающей вредные для раствора части воздуха, причем заполняющая жидкость действует как затвор.

Так как при заполнении аппарата инертным газом неизбежно получается избыток давления, то лишний газ удаляется открыванием крана h_2 . При титровании газ, постоянно поступающий через d , проходит через трубку c , препятствуя таким образом входу воздуха через открытый кран h_3 . По окончании титрования краны h_1 и h_3 закрываются и приток газа приостанавливается. Эта бюретка очень удобна в работе и потому получила применение во многих лабораториях.

Кроме описанных бюреток в лабораториях иногда применяются микробюретки, отличающиеся от обычных тем, что имеют деления не на $0,1 \text{ см}^3$, а $0,01 \text{ см}^3$, и позволяют производить отсчет с точностью до $0,005 \text{ см}^3$.

При работе с этим хрупким прибором требуется чрезвычайная внимательность, особенно при мойке. Сушку прибора после мойки

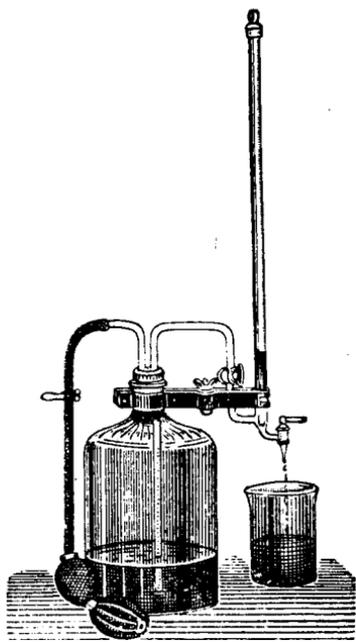


Рис. 96. Установка титрованных растворов.

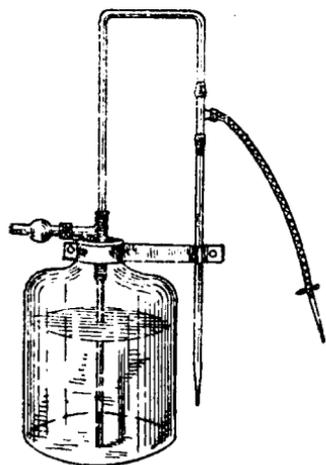


Рис. 97. Установка титрованных растворов.

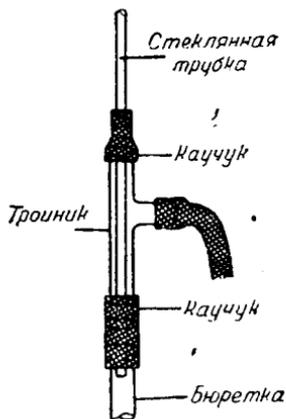


Рис. 98. Детали бюретки.

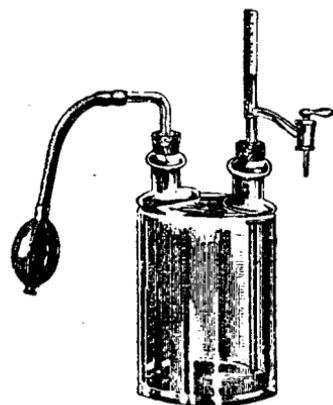


Рис. 99. Установка титрованных растворов.

лучше всего производить воздухом, но никак не нагреванием или не в сушильном шкафу.

о) **Сифон** — приспособление для переливания жидкости (рис. 103). Для работы с ним конец *A* опускается в ту жидкость, которую нужно перекачать, конец *B* закрывается пальцем или же, в тех случаях, когда приходится перекачивать едкие жидкости, на него надевается резиновая трубка с зажимом, а через конец *C* всасывают ртом или другим путем жидкость. Когда она достигнет уровня, указанного на рисунке, конец *B* открывается, а конец *C* зажимается. Рекомендуется и на конец *C* надевать резиновую трубку с зажимом Мора. После того как жидкость начала перетекать, конец *A* опускают до нужного уровня.

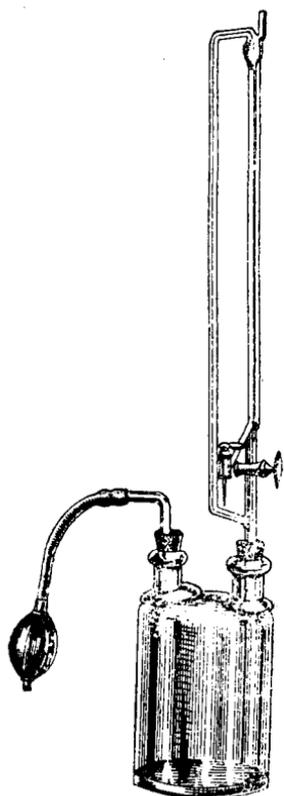


Рис. 100. Установка титрованных растворов.



Рис. 101. Бюретка с лоской.

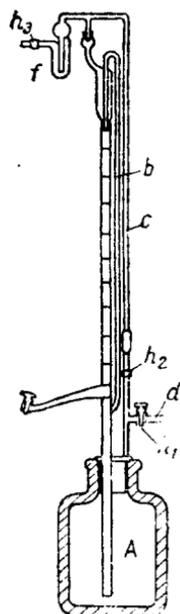


Рис. 102. Бюретка для растворов, которые надо беречь от воздуха.

После работы сифон должен обязательно промываться, и для него на стене должна быть устроена отдельная, лучше деревянная, вешалка.

Если в лаборатории нет сифона, подобного изображенному на рис. 103, сифонирование может быть произведено и обычной резиновой трубкой или согнутой под углом стеклянной трубкой. Когда жидкость, которую нужно сифонировать, не действует на кожу, то резиновую или согнутую стеклянную трубку заполняют жидкостью, закрывают оба конца пальцами и один конец опускают в жидкость. Отняв затем пальцы, дают жидкости

стекать. При таком способе нужно заботиться о том, чтобы в трубке не оставалось пузырька воздуха, обрывающего струю (пузырек займет самое верхнее положение в трубке).

п) Вакуум-насосы. Одним из необходимейших приборов в лаборатории является водоструйный вакуум-насос. Он применяется во всех случаях, когда желают использовать преимущества разреженного воздуха: при фильтровании — для ускорения его, при перегонке — для понижения точки кипения жидкости и т. д. При помощи этих вакуум-насосов можно получить разрежение до 5—7 мм рт. ст. (весной, когда вода имеет низкую температуру), обычно же до 11—12 мм¹.

Водоструйные стеклянные насосы бывают самой разнообразной формы. Наибольшим распространением пользуются те, которые показаны на рис. 104 и 105.

Водоструйный насос прикрепляется к водопроводному крану. Для соединения последнего с вакуум-насосом кран снабжается специальной насадкой (рис. 106). На конец *B* насоса надевается толстостенная резиновая трубка

длиной 10 см, которая в 2—3 местах стягивается мягкой проволокой так, чтобы вода не просачивалась между насосом и резиновой трубкой². После этого свободный конец резиновой трубки надевается на насадку крана и также в 2—3 местах сильно стягивается проволокой. Когда есть уверенность, что насос приделан прочно, нужно попробовать его работу. Для этого водопроводный кран постепенно открывают и, прикладывая палец

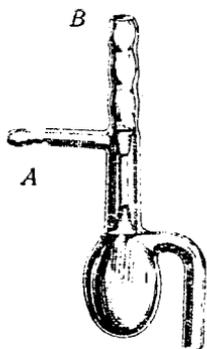


Рис. 104. Водоструйный насос.

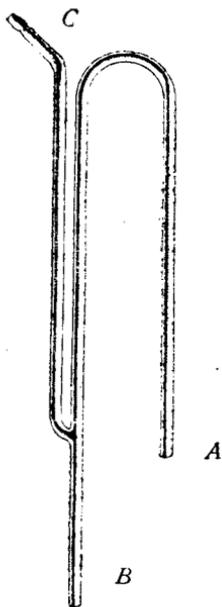


Рис. 103. Сифон.

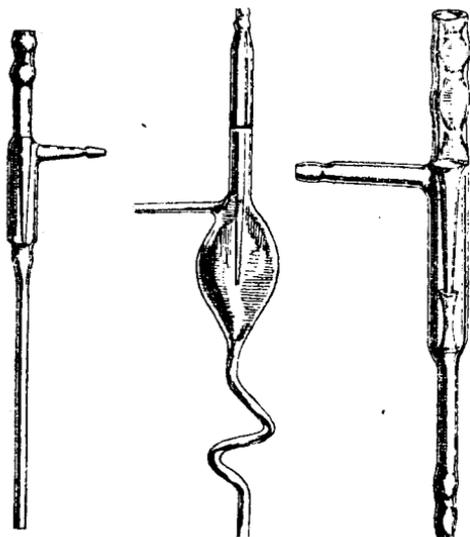


Рис. 105. Водоструйные насосы.

¹ Как правило, мерная посуда, бюретки и пипетки ни в коем случае не сушатся нагретым воздухом и в сушильных шкафах.

² Тонкостенную трубку применять нельзя, так как она создает много неудобств и, кроме того, раздувается водой. В том же случае, когда нет под рукой толстостенной резиновой трубки, можно использовать и тонкостенную, если после сборки насоса ее тщательно обмотать изоляционной лентой.

к отростку *A*, судят о том, как хорошо работает насос. Если палец присасывается быстро, насос исправен, если же присасывается плохо или совсем не присасывается, это значит, что насос или неправильно собран или вообще негоден. В последнем случае его нужно сменить.

Когда кран собран, на отросток *A* надевается также толстостенная каучуковая трубка обычного размера. Если же такой трубки нет, можно применять и обыкновенную каучуковую трубку, но она менее удобна для работы с вакуумом, так как сразу же сплющивается, что может затруднить достижение нужного разрежения (см. предыдущую сноску). Толстостенная же трубка сохраняет все время свою круглую форму, и потому внутренний диаметр ее не изменяется. Такие резиновые трубки называются вакуумными.

При отсутствии толстостенных резиновых трубок можно поступить и так: подбирается стеклянная трубка подходящего диаметра, которая соединяется с одного конца с вакуум-насосом, а с другого — с прибором, в котором создается вакуум.

Для соединения могут применяться обычные резиновые трубки, но их необходимо возможно лучше обмотать изоляционной лентой. Для большей гибкости стеклянную трубку можно разрезать на куски по 15 см и соединять их между собой по вышеописанному.

После долгой работы в вакуум-насосе скапливаются окислы железа, которые могут даже закупорить отверстие тонкой внутренней трубки, че-

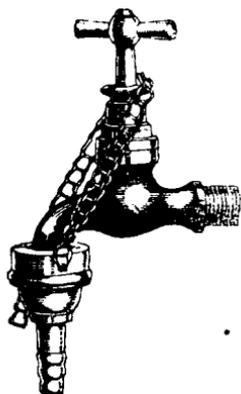


Рис. 106. Водопроводный кран для всосруйного насоса.

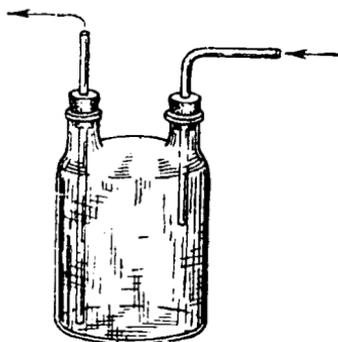


Рис. 107. Предохранительная склянка к водоструйному насосу.

рез которую вытекает вода. Поэтому рекомендуется хотя бы один раз в год разбирать насос и хорошо промывать его разбавленной соляной кислотой до полного удаления желтых пятен¹.

Резиновая трубка, надетая на отросток *A*, никогда не должна соединяться непосредственно с тем сосудом, из которого выкачивается воздух. Между насосом и сосудом должна находиться обязательно так называемая склянка Гульфа (о ней см. дальше). Она играет роль предохранительной на тот случай, если по той или иной причине вода хлынет в отросток *A*. Если не ставить

¹ Иногда удается очистить внутренность насоса засасываемым разбавленным соляной кислотой без того чтобы снимать насос.

предохранительную склянку, то вода попадет в тот сосуд, из которого выкачивается воздух, и может испортить всю работу. Предохранительная склянка оборудуется следующим образом (рис. 107). В ту резиновую пробку, которая будет соединять склянку с отростком А, вставляется почти до дна стеклянная трубка, на наружный конец которой и надевается резиновая трубка, надетая на А. Во вторую пробку также вставляется стеклянная трубка, но только на 2—3 см от узкой стороны пробки.

Если вода начнет собираться в предохранительную склянку, сосуд, из которого выкачивается воздух, нужно осторожно выключить и, не закрывая водопроводного крана, дать насосу работать некоторое время вхолостую. При этом вода из предохранительной склянки должна вся высосаться.

Лучше всего конечно вместо короткой стеклянной трубки вставлять трехходовой кран. Это удобно тем, что при заполнении предохранительной склянки водой не нужно разнимать всей системы, и при повороте крана вакуум в сосуде, из которого выкачивается воздух, сохранится.

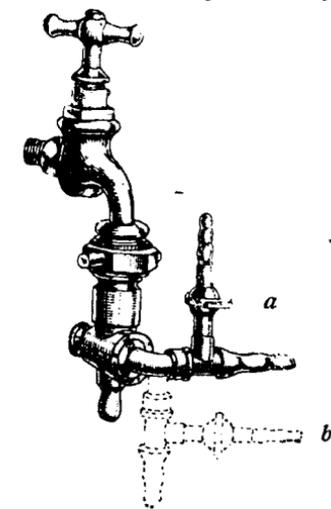


Рис. 108 б.

и обычный стеклянный, т. е. при помощи толстостенной каучуковой трубки. На отводной конец его надевается обыкновенная каучуковая трубка. Иногда насосы этой конструкции имеют кран, при помощи которого можно отъединять сосуд, из которого производится отсасывание воздуха.

На рис. 108в показан вакуум-насос более совершенной конструкции. Он прикрепляется к водопроводному крану накладной айкой, имеющей резиновую прокладку для обеспечения плот-

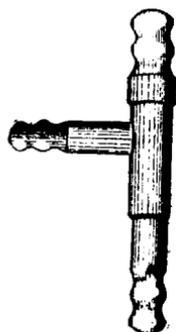


Рис. 108а.

Если нет трехходового крана, то можно применять склянку с тремя горлышками. В этом случае можно брать 2 обыкновенных стеклянных крана, один из которых вставлен в среднее горлышко, а другой в то, которое идет для соединения с аппаратом. При такой системе вначале закрывается кран трубки, соединяющей с аппаратом, а затем открывается у средней трубки, которая дает доступ воздуха в склянку.

Кроме стеклянных вакуум-насосов встречаются и металлические (рис. 108а, б и с).

Они бывают нескольких типов, отличающихся и по способу прикрепления и по конструкции. На рис. 108а дан простейший металлический вакуум-насос.

Он прикрепляется к крану так же, как и обычный стеклянный, т. е. при помощи толстостенной каучуковой трубки. На отводной конец его надевается обыкновенная каучуковая трубка. Иногда насосы этой конструкции имеют кран, при помощи которого можно отъединять сосуд, из которого производится отсасывание воздуха.

На рис. 108в показан вакуум-насос более совершенной конструкции. Он прикрепляется к водопроводному крану накладной айкой, имеющей резиновую прокладку для обеспечения плот-

ного соединения. В положении *a* — насос выключен и не работает, в положении *b* — насос показан в рабочем состоянии.

Показанные на рис. 108с вакуум-насосы по Фумелю прикрупляются к водоструйному насосу также навинчиванием, как и предыдущий. Но в отличие от последнего эти насосы могут быть снабжены вакуумметром, показывающим степень разрежения, достигаемую насосом.

Кроме того на рис. 108с показано интересное приспособление, заменяющее предохранительную склянку. Особенностью этого приспособления является то, что здесь применяется принцип бунзеновского клапана. На конец насоса *k*, соединенный с аппаратом или сосудом, из которого выкачивается воздух, насаживается толстостенная резиновая трубка *b*, в другой конец вставляется хлоркальциевая трубка *a*, внутри нее на пробке *c* укреплен клапан *e*.

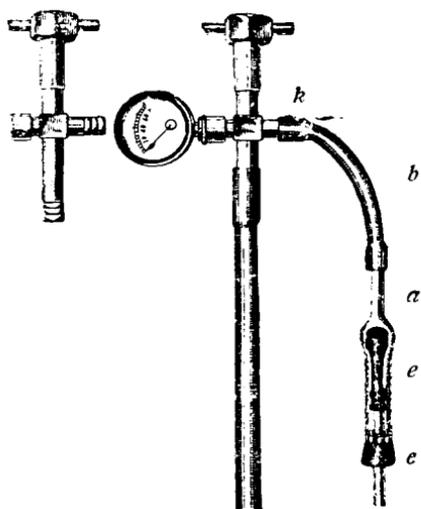


Рис. 108с. Металлические водоструйные насосы.

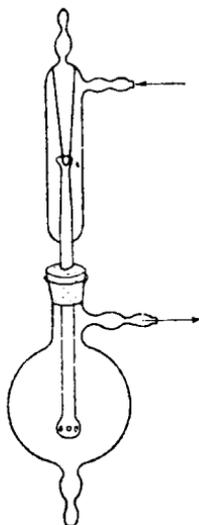


Рис. 109. Нагнетающий водоструйный насос.

Этот клапан сделан из резины. Он имеет небольшой прорез в верхней части, открывающийся в сторону насоса. Таким образом при нормальной работе насоса воздух из эвакуируемого сосуда легко проходит в сторону насоса. Если же по какой-либо причине отсасывание прекращается, клапан сам собой закрывается и затрудняет доступ в эвакуируемый сосуд. Такое устройство можно приспособить и к обычному водоструй-

ному насосу вместо описанной выше предохранительной склянки.

Металлические вакуум-насосы в работе очень удобны и во многом лучше стеклянных. Они не выходят из строя так часто, как последние и при засорении могут быть очищены проще, чем стеклянные, даже чисто механическим путем.

В последние годы за границей появились вакуум-насосы, дающие разрежение больше того, которое может дать обычный водоструйный насос, но они еще не получили широкого применения в наших лабораториях.

р) На. нетательный водоструйный насос. Когда в лаборатории нет воздуходувки, но есть потребность в аппарате, нагнетающем воздух, полезно иметь нагнетающий водоструйный насос (рис. 109). Он состоит из двух частей: верхней, напоминающей

обычный водоструйный вакуум-насос, и нижней, которая присоединяется к верхней при помощи пробки, лучше резиновой. Если пробка не надета при изготовлении насоса, то вставить ее на водоотвод нельзя. В этом случае нужно вначале вырезать в пробке отверстие необходимого диаметра, а затем разрезать пробку пополам, после чего и вставить. Пробка должна сидеть прочно, поэтому ее полезно даже *привязать* к горлышку нижней шаровидной части.

Внизу шаровидной части имеется отросток для стока воды. На эту часть надо надеть кусок резиновой трубки с зажимом Гофмана (винтовым). Этим зажимом можно регулировать выпуск воды. Выпуск воды и уровень ее в нижней части насоса нужно регулировать так, чтобы струя выходящего воздуха была сильной.

На рисунке стрелками обозначены места, где воздух захватывается и где он выходит. Обычно на выходной отросток надевают резиновую трубку.

Б. Группа специального назначения

а) Круглодонные колбы (рис. 110) изготавливаются из обыкновенного и из специального (иенского, шоттовского) стекла. Все, что сказано об обращении с плоскодонными колбами, относится и к круглодонным (за исключением изготовления промывалки). Они применяются при многих рабо-



Рис. 110. Круглодонная колба.

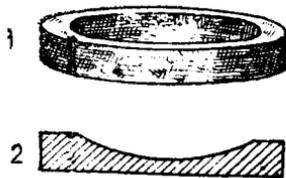


Рис. 111. Подставка для круглодонных колб.



Рис. 112. Кольца для колб.

тах. Некоторые специальные формы круглодонных колб имеют короткую, но широкую шейку.

Часто круглодонные колбы путают с колбами Кьельдаля. Последние отличаются тем, что имеют удлиненную шейку и несколько вытянутую форму. Они не так удобны в работе, так как удлиненная шейка не всегда желательна. Они применяются только для специальных работ, а именно для определения азота по Кьельдалю.

Для нагревания круглодонных колб на огне имеются специальные асбестовые сетки с полушаровидным углублением.

Круглодонные колбы, так же как и плоскодонные, бывают самой разнообразной емкости. Для круглодонных колб следует

иметь специальные подставки из дерева или даже большой пробки, которые можно легко сделать и самому.

Эти подставки имеют полушаровидное углубление, в которое колба и ставится (рис. 111).

Кроме такой формы применяются подставки в виде колец (рис. 112). Эти подставки удобны тем, что можно иметь целый набор колец разного диаметра для колб разной емкости.

б) Мерные колбы — необходимейшая посуда для большинства аналитических работ (рис. 113). Они представляют собой плоскодонные колбы различной емкости; иногда к мерной колбе пришлифована стеклянная пробка. На шейке колбы имеется кольцевая черта. Обыкновенно на каждой колбе вытравлено число, указывающее емкость колбы в куб. сантиметрах при определенной температуре. Указанная емкость означает, что если мы нальем в колбу воды до кольцевой черты при определенной температуре, то объем ее будет именно тот, который указан.



Рис. 113. Мерные колбы.

Мерная колба служит для разбавления всякого рода растворов до определенного объема или же для растворения какого-нибудь твердого вещества в определенном объеме. Так как обычно для этого применяют чистые вещества, то присутствие в колбе чего-либо постороннего совершенно недопустимо. Мерная колба всегда должна быть чисто вымыта. Когда миновала необходимость в данном, находящемся в мерной колбе, растворе, последний должен быть тотчас вылит, а колба вымыта. Когда колба вымыта и высушена вместе с пробкой, последняя один раз *обвертывается фильтровальной или чистой писчей бумагой* и в таком виде вставляется в колбу. При работе бумажка конечно снимается.

Вода или другая жидкость наливается в мерную колбу до тех пор, пока *нижний мениск не будет касаться уровня черты*. Жидкость вначале наливается до тех пор, пока уровень ее не будет находиться на расстоянии 0,5—1 см от черты. После этого наполнение производится каплями. Такая предосторожность нужна потому, что сразу налить до определенного объема бывает очень трудно.

Если в мерной колбе готовится какой-либо раствор, то вначале всыпают или вливают нужное вещество через воронку и тщательно без потерь смывают с нее вещество небольшими порциями воды. Когда все вещество переведено, наливают воды до $\frac{1}{2}$ объема колбы и осторожным встряхиванием производят перемешивание содержимого ее до тех пор, пока все взятое вещество не растворится. После этого доливают воду по вышеуказанному.

Начинающим работать в химической лаборатории рекомен-

дуются вначале попрактиковаться наливать в мерную колбу простую воду.

в) Колбы для дистилляции. Для перегонки каких-либо жидкостей при определенной температуре употребляются специальные колбы Вюрца (рис. 114) и Кляйзена (рис. 115). Колбы Вюрца употребляются чаще; они бывают различной емкости, от 50 см³ и до 1—2 л. Они представляют собою круглодонные колбы с длинной шейкой, от которой отходит под углом также длинная, но узкая, отводная трубка.

Прежде чем начинать работать с этой колбой, ее нужно предварительно подготовить. Для этой цели к горлышку подбирают корковую или резиновую пробку и просверливают в ней отверстие для термометра. Пробка с термометром должна сидеть в горлышке плотно. Термометр устанавливается так, чтобы шарик его не касался стенок шейки и был посредине ее против отверстия отводной трубки. После этого подби-

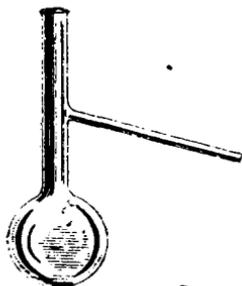


Рис. 114. Колба Вюрца.

рается пробка к холодильнику и в ней сверлится отверстие, в которое должна плотно войти отводная трубка колбы Вюрца. Пробка надевается на отводную трубку так, чтобы конец трубки, который будет вставляться в холодильник, имел не менее 4—5 см длины.

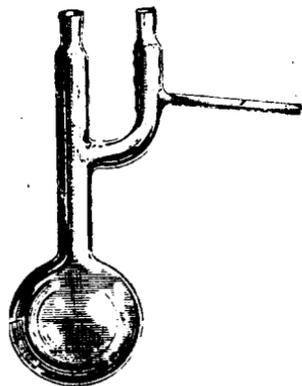


Рис. 115. Колба Кляйзена.

Когда колба таким образом подготовлена, ее устанавливают на баню или на асбестовую сетку, или же просто прикрепляют лапкой к штативу. Затем к ней приспособляется холодильник. Перед началом работы пробка с термометром вынимается, в горлышко вставляется воронка с концом такой длины, чтобы он был ниже уровня отводной трубки, и в колбу наливается жидкость, которую нужно перегнать. Когда жидкость заполнит максимум $\frac{3}{4}$ объема шара колбы, последнюю снова закрывают пробкой с термометром, проверяют еще раз весь прибор и только после этого приступают к перегонке.

Колба Кляйзена отличается от колбы Вюрца тем, что у нее имеются 2 шейки, причем одна, снабженная отводной трубкой, имеет коленчатую форму, а иногда бывает с одним или несколькими шаровидными расширениями. Колбы Кляйзена употребляются для перегонки жидкостей под уменьшенным давлением. В ту шейку, которая снабжена отводной трубкой, вставляется термометр совершенно так же, как в колбу Вюрца. Другую шейку закрывают резиновой пробкой, в которую вставлена стеклянная трубка, причем конец ее, находящийся внутри колбы, вытянут в капил-

ляр. Капилляр должен быть не выше 1 см от дна колбы. Наружная часть этой трубки также иногда вытягивается в капилляр или же на нее надевается резиновая трубка, снабженная винтовым зажимом. В последнем случае рекомендуется вставлять в резиновую трубку кусочек тонкой проволоки, с которой легче регулировать давление внутри колбы.



Рис. 116. Аллонж.

Как тот, так и другой способ регулирования поступления воздуха имеет свои достоинства и свои недостатки. Когда применяется резиновая трубка с зажимом и вложенной в нее проволокой, не исключена возможность засорения капилляра. Регулировать же поступление воздуха здесь довольно легко и просто.

Если же трубка снабжена и наружным капилляром, то это исключает возможность засорения. Трудность же здесь только в регулировании поступления воздуха. Если капилляр оттянут слишком тонким, его следует надломить. Если же он слишком широк, то его можно сузить, осторожно поднеся к нему зажженную спичку. В последнем случае нужно следить за тем, чтобы не запаять капилляр. Вообще же выбор той или иной системы зависит от работающего, однако все же следует отдать предпочтение капилляру, а не резиновой трубке.

Отводная трубка соединяется с холодильником при помощи резиновой пробки. О принципе, на котором основаны устройства и применение этих колб, будет сказано ниже в главе „Дистилляция“.

г) Аллонж или форштосс для перегонки — стеклянная изогнутая трубка, насаживающаяся своей широкой частью на конец холодильника при перегонке. Узкий конец опускается в приемник. Аллонжи бывают двух типов: двухколенчатые (рис. 116), и трехколенчатые. Трехколенчатый аллонж употребляется реже.

Для присоединения аллонжа к холодильнику вначале подбирается пробка для широкого конца, затем высверливается отверстие, в которое вставляется форштосс холодильника. Конец холодильника входит в аллонж на 3—4 см.



Рис. 117. Эксикатор обыкновенный.

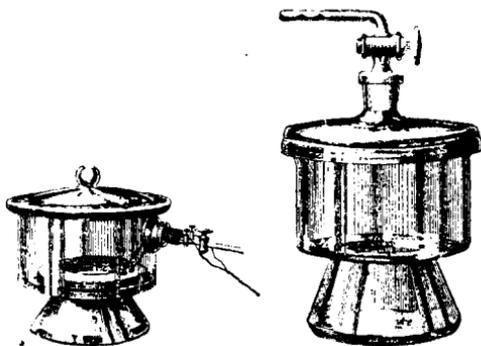


Рис. 118. Вакуум-эксикаторы.

д) **Эксикаторы** — приборы, служащие для медленного высушивания и для сохранения веществ, легко поглощающих влагу из воздуха. Закрываются эксикаторы стеклянными крышками, края которых притираются к верхней части цилиндра. Различают два основных типа эксикаторов: обыкновенные (рис. 117) и вакуум-эксикаторы (рис. 118).

Последние имеют в крышке отверстие, в которое на резиновой пробке вставляется трубка с краном, или же в крышке имеется горло с притертым краном. Наличие трубки с краном дает возможность, соединив ее с вакуум-насосом, создать внутри эксикатора уменьшенное давление (вакуум) и вести высушивание уже под вакуумом.

Для работы в конусообразную часть эксикатора насыпается прокаленный CaCl_2 или кристаллическая фосфорная кислота, или наливается концентрированная H_2SO_4 , или же насыпается какое-либо другое водопоглощающее вещество, например фосфорный ангидрид. Внутри эксикатора, на дно цилиндра и над

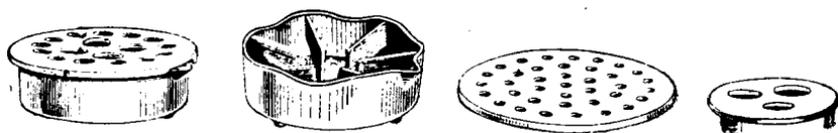


Рис. 119. Фарфоровые вкладки в эксикатор.

конусообразным дном, обычно кладется фарфоровая вкладка (рис. 119). Если же нет под руками такой вкладки, то во многих случаях, кроме тех, когда в эксикатор ставятся горячие тигли, вместо нее можно пользоваться обычным стеклом. Класть стекло нужно на пробки так, чтобы не закрывать плотно отверстия, соединяющего цилиндрическую часть эксикатора с конусообразной.

При работе с эксикатором нужно следить за тем, чтобы притертые части всегда были слегка смазаны вазелином. Эксикаторы очень часто приходится переносить с места на место и при этом нередки случаи, когда крышка слетает и разбивается. Без крышки же эксикатор непригоден. Поэтому нужно помнить, что *при переноске эксикатора обязательно нужно придерживать крышку и не открывать или закрывать при этом дверей локтями*, что очень часто практикуется в химических лабораториях и ведет к тому, что крышка слетает и разбивается и эксикатор выходит из строя.

Перед работой новые вакуум-эксикаторы нужно обязательно испытать. Это вызывается тем, что нередко не проверенные эксикаторы при откачке лопаются. Особенно это относится к большим вакуум-эксикаторам. Перед испытанием пустого вакуум-эксикатора его вначале следует завернуть в полотенце или старый халат и только после этого начинать откачивать воздух. Испытание должно проводиться при таком вакууме, который

чаще всего применяется при работе, и должно продолжаться не менее 15 мин.

е) Дефлегматоры (рис. 120 и 121), или насадки для дистилляции, представляют собою трубки, снабженные расширениями и имеющие в верхней части отводную трубку. Они применяются при фракционной перегонке (о ней см. главу „Дистилляция“) и бывают самых разнообразных форм и размеров. При работе с ними нужно соблюдать осторожность, так как некоторые типы их, например изображенные на рис. 121, имеющие боковые сточные отводы, при неосторожном обращении ломаются.

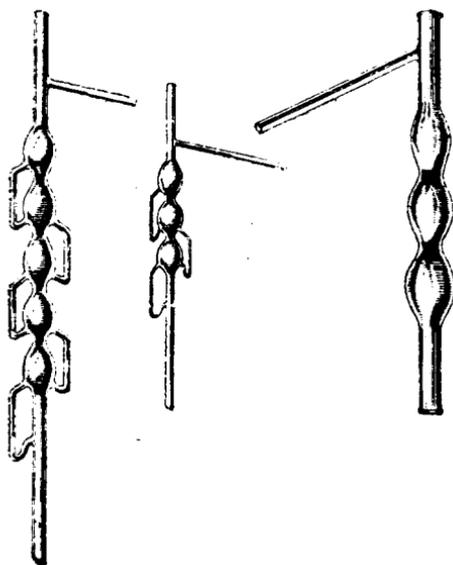


Рис. 120. Дефлегматоры.

Дефлегматор, вставленный нижним концом в резиновую или корковую пробку, укрепляется в горлышке колбы. В верхнюю часть вставляется термометр, причем следует соблюдать те же условия, что и при снаряжении колб Вюрца и Кляйзена. Отводная трубка при помощи пробки соединяется с холодильником. Дефлегматоры дают возможность фракционировать какую-либо смесь с большой тщательностью и позволяют собирать фракции, перегоняющиеся в пределах до 1°.

ж) Склянка Дрекслея (рис. 122) представляет собою цилиндр со стеклянной пробкой, через которую до самого дна цилиндра проходит трубка, от пробки же отходит отводная трубка. Склянка Дрекслея употребляется для промывки газов. Для этой цели в склянку не больше чем до половины наливают нужную

для промывки жидкость (вода, H_2SO_4 и т. д.), затем, плотно закрыв пробку, соединяют трубку, доходящую до дна, с источником газа; отводный конец склянки служит для подачи промытого или высушенного газа. Эти склянки бывают различной емкости. В тех случаях, когда в лабораториях отсутствует склянка Дрекслея, она может быть заменена промывалкой, т. е. колбой для дистиллированной воды (см. выше). В крайнем случае ее можно заменить, составив прибор из склянки Вульфа (см. ниже) с двумя

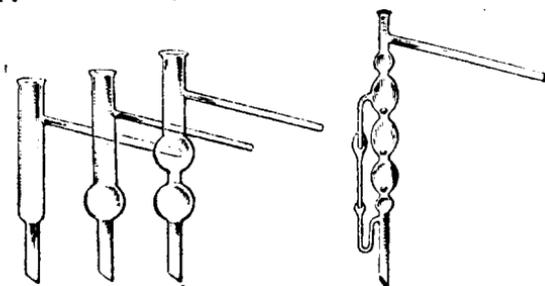


Рис. 121. Дефлегматоры.

тубулусами, что часто и практикуется. Снаряжение этого прибора то же, что и на рис. 107.

з) Слянки Вульфа, представляющие собой закрытый цилиндр, снабженный сверху двумя или тремя горлышками, служат для тех же целей, что и слянки Дрекселя. Кроме того они применяются и как реакционный сосуд для получения

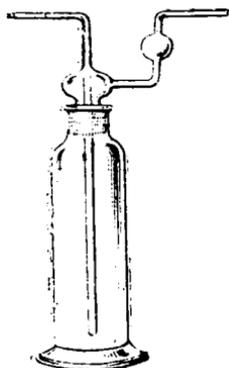


Рис. 122. Слянки Дрекселя.



Рис. 123. Слянка Вульфа двугорлая.

газообразных продуктов. Затем они применяются в качестве предохранительных сосудов при водоструйных насосах (рис. 107).

Двугорлые слянки Вульфа (рис. 123) употребляются чаще всего. Если они используются для промывки газа или в качестве



Рис. 124. Слянка Вульфа трехгорлая.

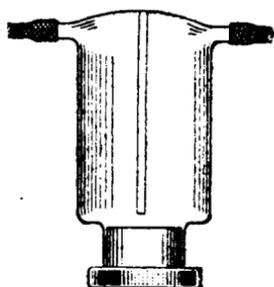
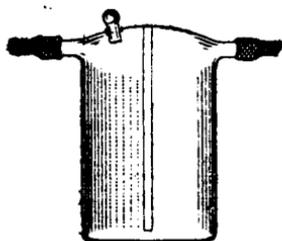


Рис. 125. Слянка Тищенко.

предохранительных, то вначале к горлышкам подбираются простые или каучуковые пробки. Затем в этих пробках сверлится отверстие, в которое вставляются стеклянные трубки, причем одна из них доходит почти до дна слянки, а другая на 2—3 см ниже пробки.

Трехгорлые слянки (рис. 124) употребляются реже.

В некоторых случаях слянки Вульфа большой емкости используются для снаряжения бюреток.

Иногда слянки Вульфа снабжаются внизу тубулусом.

и) Слянка Тищенко (рис. 125) отличается от слянок Вульфа и Дрекслея тем, что имеет внутри перегородку. Таким образом эта перегородка делит слянку на 2 сообщающиеся между собой части.

Имеется два типа слянок Тищенко: для жидкостей и для твердых тел. У слянок для жидкостей внутренняя перегородка доходит до дна и обе половины сообщаются при помощи отверстия в перегородке посредине ее у самого дна. В слянках для наполнения твердыми телами пробка служит дном.

Слянки Тищенко служат для промывки и высушивания газов и иногда в качестве предохранительных, однако для этой цели

они менее удобны, чем слянки Вульфа. В первом случае жидкость, через которую будет пропускаться газ, наливается не больше чем на $\frac{1}{4}$ объема слянки.

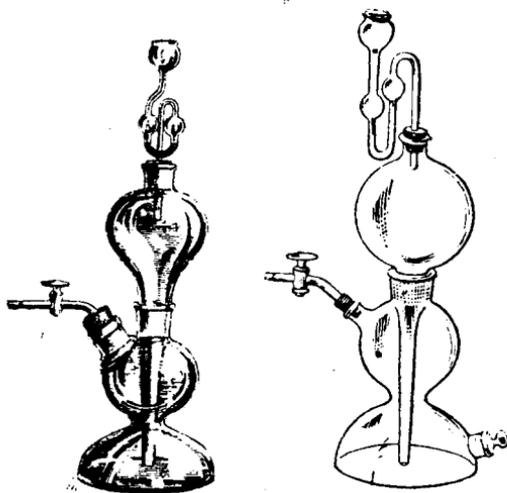


Рис. 126 и 126а. Аппарат Киппа.

к) Аппарат Киппа

(рис. 126) служит для получения газов: углекислоты, сероводорода и др. Он состоит из двух главных частей: 1) нижней, состоящей из широкого резервуара с плоским дном, над которой находится шарообразное расширение, имеющее тубулус для отвода газа, и 2) верхней, представляющей собой грушевидную воронку.

Верхняя часть вставляется в нижнюю через горлышко, которым снабжено шарообразное расширение нижней части. В этом месте верхняя часть аппарата Киппа притирается к нижней, так что получается очень плотное соединение.

Из рис. 126 видно различие между двумя типами этих аппаратов.

Перед работой аппарата должен быть вначале снаряжен. Прежде всего вынимают резиновую пробку, которой снабжен тубулус, и через горлышко насыпают в среднюю расширенную часть аппарата или мрамор (для получения углекислоты), или сернистое железо (для получения сероводорода), или другое требуемое вещество. Куски насыпаемого твердого вещества должны быть не менее 1 см^3 , но и не очень большими. Насыпать мелочь — порошок — не рекомендуется, так как это вызовет слишком бурное выделение газа и прорыв его через верхнюю часть. Затем в тубулус для отвода газа вставляется каучуковая пробка, снабженная стеклянным краном. В горлышко верхней части вставляется на каучуковой пробке предохранительная

воронка. Когда аппарат собран, в него наливают тот или иной раствор (разбавленную соляную кислоту, в случае получения в аппарате Киппа углекислого газа или сероводорода), соединяют газоотводную трубку, снабженную краном, с тем прибором, куда пропускается газ, и затем открывают кран.

Пока кран закрыт, выделяющийся после первой добавки кислоты газ вытесняет кислоту в нижнюю часть аппарата, и он тогда не работает. Если же открыть газоотводный кран, кислота вновь попадет в резервуар с мрамором или с другим веществом, и аппарат начинает работать.

Аппарат периодически очищают, сменяют мрамор или другое вещество и наливают свежей кислоты. При очистке аппарата, когда из него удалена кислота и куски непрореагировавшего вещества, его следует промыть водой.

При разборке, производить которую нужно под тягой, у аппаратов первого типа вначале вынимается предохранительная воронка и аппарат закрывается каучуковой пробкой. После этого осторожно поворачивают и отделяют верхнюю часть, имея наготове какой-либо сосуд, в который и выливают содержащуюся в ней кислоту. После этого, перевернув нижнюю часть, вытряхивают из нее вещество, служившее для получения того или иного газа, в заранее приготовленную посуду. И только уже после этого прополаскивают аппарат водой или моют его как следует.

Аппараты второго типа разбирают несколько по-иному. Сперва открывают тубулус нижней широкой части аппарата и сливают через него кислоту, затем споласкивают водой и, если нужно, разбирают весь аппарат. Когда ограничиваются только сменой кислоты, то после ополаскивания водой тубулус снова плотно закрывают, привязывают пробку и через верхнее расширение наливают свежий раствор кислоты.



Рис. 128.
Капельница.

л) Капельницы — флаконы, в которых содержатся разного рода индикаторы или другие жидкости, употребляемые при работе в количестве нескольких капель. Эти флаконы бывают разного устройства. В общем же их можно разделить на три группы: 1) капельницы, снабженные стеклянной пробкой с желобком, через который жидкость может вытекать каплями (рис. 127); 2) капельницы, в пробку которых вставляется маленькая пипетка, снабженная резиновым баллоном (рис. 128); 3) капельницы, в пробку которых вставляется оплавленная стеклянная палочка (рис. 129).

При выборе капельниц для лаборатории предпочтение сле-



Рис. 127.
Капельница.

дует отдавать второму типу, так как эта система является наиболее удобной¹.

м) Проверка калиброванной посуды. Всякую калиброванную посуду, как пипетки, бюретки, мерные колбы и пр., перед употреблением необходимо проверить. Часто случается, что например вследствие неодинакового внутреннего диаметра бюретки по всей длине или неравномерной толщины стенок у пипеток, или же вследствие ошибок на фабрике, изготовляющей калиброванную посуду, показания последней не соответствуют действительным объемам. Это может служить причиной ошибок при очень многих работах, когда важна именно точность, например при анализах.

Поэтому и необходимо всю такую посуду проверять.

Перед проверкой пипетку, бюретку, мерную колбу или другую калиброванную посуду или прибор следует тщательно вымыть, особенно следя за тем, чтобы внутри не было следов жирных пятен (см. главу „Мытьё посуды“).

Тщательность мытья имеет особо важное значение, так как только в этом случае можно быть спокойным за точность проверки и результаты ее.

Проверка производится следующим образом. Пусть нужно проверить пипетку. Как сказано, ее тщательно моют и наполняют до черты дистиллированной водой. Затем выливают воду в заранее взвешенный на техно-химических весах сосуд. Взвешивание производят с точностью, зависящей от объема пипетки, так чтобы ошибка при взвешивании не превышала 0,1% от веса воды в объеме пипетки².

Определение должно производиться при той температуре, которая указана на пипетке. Если же этого достичь нельзя, от-

¹ При отсутствии готовой капельницы ее можно легко изготовить самому. Для этого следует взять флакончик емкостью не более 50 см³, подобрать к нему резиновую пробку, в которую вставить вытянутую из стеклянной трубки пипетку. Суженная часть пипетки должна доходить почти до дна и иметь внутренний диаметр на конце не меньше 1 мм. Над пробкой пипетка должна выступать не менее как на 1,5 — 2 см. На этот выступающий конец надевается маленький резиновый баллончик. Если же его нет, то берут кусок каучуковой трубки длиной 3 — 5 см. Один конец этой трубочки закрывают кусочком стеклянной палочки или маленькой каучуковой пробкой, а другой конец надевают на выступающую из пробки пипетку. Таким образом получается подобие баллона (рис. 130).

² В дальнейшем при работе с калиброванными пипетками следует помнить, что выливание из них растворов должно производиться так же, как это делается при калибровании.

мечают температуру воды, при которой производится определение. Например взята пипетка на 10 $см^3$, определени производится при 15°. Взвешенная вода в объеме пипетки до черты имеет вес 9,93 г. Для того чтобы определить объем, соответствующий этому количеству воды, нужно знать удельный вес ее при температуре опыта, т. е. при 15°, или же вместо удельного веса знать удельный объем воды при той же температуре. В первом случае найденный вес делится на удельный вес, а во втором случае найденный вес множится на удельный объем. В конце книги дана таблица удельных объемов. По ней находим, что удельный объем воды при 15° равен 1,00087. Таким образом объем измеряемой пипетки определится как результат умножения:

$$9,93 \cdot 1,00087 = 9,94 \text{ см}^3.$$

Следовательно для точного объема недостает:

$$10,0000 - 9,94 = 0,06 \text{ см}^3.$$

Путем расчета, зная диаметр трубки пипетки, можно узнать, где нужно сделать новую черту, чтобы объем пипетки точно соответствовал нужному. Или же, сделав немного выше черты наклейку из бумаги, на которой нанесены тонкие черные линии, подбирают путем многократного взвешивания воды, наливаемой до различных уровней (до черточек на бумаге) нужный объем. На найденном уровне делают новую черту напильником или фтористоводородной кислотой.

Подобным же образом проверяются мерные колбы.

Несколько сложнее проверка бюреток. У них вначале проверяется весь объем от 0—25 или 50 $см^3$, в зависимости от объема бюретки. После этого проверяют или каждый $см^3$, или через 5 $см^3$ ¹.

Для точной калибровки нужно проверять каждый $см^3$. Пусть взята бюретка на 25 $см^3$. Первое взвешивание производится для всего объема, т. е. берется объем воды от 0 до 25, второе взвешивание от 1 до 25, затем 2 до 25, 3 до 25, 4 до 25 и т. д. и последнее от 24 до 25. Разность между двумя взвешиваниями покажет вес воды в определенном участке бюретки.

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

Хотя калибровка бюреток и хлопотливое дело, но его необходимо знать. В начале работы в лаборатории это дает определенные навыки и приучает к точности — залогоу успеха в химической работе².

¹ Поскольку чаще всего при титровании из бюретки выливается объем раствора от 15 до 25 $см^3$, можно рекомендовать проверять у бюретки первые 5 $см^3$, а затем следующие 5, 3, 2, 2, 2, 2, 2, 2, 3, 3, 5 и 10 $см^3$.

² Таблицы поправок при калибровке мерной посуды можно найти например в курсе „Качественный анализ“ Тредвелла, а также в книге проф. Л. М. Иольсон „Заводские химические лаборатории“, изд. ОНТИ, 1937 г., приложение 5, стр. 304.

Несколько замечаний о сортах стекла

Обычное стекло не отличается теми свойствами, которые необходимы для химической посуды. Стекло для последней должно быть по возможности химически устойчивым, не поддающимся действию тех или иных реагентов (например кислот, щелочей), должно иметь по возможности незначительный коэффициент расширения, что очень важно, если учесть обычные условия работы химической посуды, которую приходится часто нагревать и охлаждать.

Поэтому предприятия, занимающиеся выпуском химической посуды, разрабатывают все новые и новые сорта стекол, отвечающие тем требованиям, которые вызываются изменяющимися методами работы в химической лаборатории.

За границей существует целый ряд марок стекол, рекомендуемых для лабораторий. Обычно посуда и приборы, сделанные из специальных сортов стекла, имеют свой отличительный знак в виде надписи или цветной полосы.

Разберем несколько наиболее часто встречающихся сортов стекла.

Пайрекс. Этот сорт стекла отличается высокой механической прочностью и термической устойчивостью, т. е. относится к числу тугоплавких.

Температура размягчения его около 800° , коэффициент расширения равен $4 \cdot 10^{-6}$.

Таким образом посуда из пайрекса не так боится внезапного охлаждения, как другие сорта стекла. Однако химически пайрекс менее устойчив к щелочам, чем многие другие сорта. Посуда из пайрекса всегда имеет надпись „Pyrex“. Для работы в лабораториях эта посуда очень ценна.

Шоттовское (иенское) стекло. Это — наиболее известное среди химиков стекло, а также наиболее ценное.

Шоттовское стекло имеет очень много марок, отличающихся определенными свойствами, позволяющими применять посуду из этого стекла для самых тонких работ. Эти сорта различаются друг от друга или разноцветными продольными полосками или маркой фирмы того или иного цвета.

Стекло „дуробак“ (красная продольная полоса на трубках) отличается тугоплавкостью и рекомендуется для изготовления трубок к печам.

Кварцевое стекло (Felsenglass) (голубая полоса или голубая марка) также относится к тугоплавким и мало чувствительным к изменению температуры.

Стекло „фиолак“ (коричневая полоса или коричневая марка) обладает наибольшей химической стойкостью. Его растворимость чрезвычайно незначительна. Поэтому посуда из такого стекла применяется при особо ответственных работах, когда стремятся избежать возможного загрязнения препаратов от растворения стекла.

Стекло „резиста“ имеет сходство с указанным выше стеклом пайрекс. Оно также нечувствительно к резким изменениям температуры. Химическая стойкость этого стекла выше, чем у пайрекса.

Стекло „супремакс“ особо тугоплавкое, почему его и применяют для изготовления термометров до 675°.

Стекло „суптракс“ почти одинаково с предыдущим, но немного менее тугоплавко.

Кроме этих сортов имеется еще целый ряд их, причем каждый сорт может применяться в определенной области.

Химическая посуда, изготовленная из специальных сортов стекла, **особо ценна и ее нужно беречь от боя**. При хранении в шкафах лучше собирать в одно место всю посуду из стекла определенного сорта и не путать ее с другими сортами. Это позволит легче находить требуемое.

В СССР в настоящее время налажено производство некоторых специальных сортов стекла, например стекло типа пайрекс.

В частности на заводе „Дружная горка“ изготавливается посуда из стекла № 231, отличающееся химической устойчивостью. Стекло № 13 пригодно для трубок для сжигания.

Фарфоровая посуда

Список фарфоровых вещей, применяемых в обычных лабораториях, не так многочислен, как список стеклянной посуды. Правда, в отдельных лабораториях фарфоровая посуда имеет большое применение, но такие лаборатории редки.

Фарфоровая посуда имеет ряд преимуществ перед стеклянной. Так, она не боится сильного нагревания, в нее можно наливать горячие жидкости, не опасаясь за целостность посуды, и она имеет еще ряд преимуществ, обуславливающих применение ее в лабораториях. Недостатками изделий из фарфора является то, что они тяжелы, непрозрачны и значительно дороже стеклянных.

Рассмотрим наиболее ходкие фарфоровые предметы, не касаясь тех, которые применяются при специальных работах.

а) Стаканы — тех же видов и емкостей, что и стеклянные (рис. 131). Разница только в том, что фарфоровые стаканы более прочны и не так боятся резких перемен температуры, как стеклянные.

б) Выпарительные чашки наиболее употребительный предмет лабораторного оборудования (рис. 132). Они бывают самых разнообразных величин, начиная с очень маленьких, диаметром 3—4 см и до 50 см и выше. Внутри они обязательно покрыты глазурью,

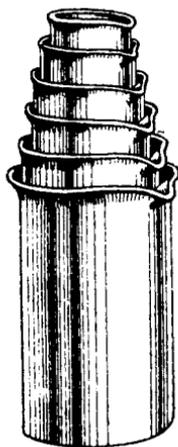


Рис. 131. Набор фарфоровых стаканов.

снаружи же глазурь доходит до $\frac{1}{8}$ — $\frac{1}{2}$ высоты от края. Они служат для упаривания разного рода растворов, причем их можно нагревать на голем пламени; все же при выпаривании следует применять асбест или водяную баню, так как нагревание в этом случае будет равномернее.

в) Ступки — сосуды, в которых производится размельчение твердых веществ при помощи *пестика* (рис. 133).

Перед работой ступка должна быть тщательно вымыта. Вещество, подлежащее размельчению, насыпается с таким расчетом, чтобы ступка была заполнена не больше чем на $\frac{1}{8}$ своего объема. После этого пестиком осторожными ударами разбивают крупные куски, доводя их до размеров не больше горошины, а затем медленно растирают, придавая пестику круговое движение и не очень сильно прижимая его к стенкам ступки. С ходом



Рис. 132. Набор фарфоровых выпарительных чашек.



Рис. 133. Фарфоровая ступка с пестиком.

размельчения скорость движения пестика можно увеличить, но так, чтобы вещество не выбрасывалось из ступки. Когда достигнуто нужное размельчение, вначале очищают пестик роговым шпателем, затем у стенок ступки и после этого высыпают размельченное вещество в заранее приготовленный сосуд или на чистую бумагу.

Никогда не следует насыпать ступку полной. Если насыпать в нее больше того количества, которое указано выше, всегда неизбежна потеря вещества.

Нередко случается, что в ступке приходится растворять какое-либо твердое тело. В этом случае общее количество жидкости и твердого тела не должно занимать больше указанного объема. Вначале в ступку насыпается твердое вещество, а затем к нему постепенно небольшими порциями при постоянном вращении пестика добавляется жидкость. Всю жидкость, которая берется для растворения, употреблять не следует; не меньше $\frac{1}{3}$ количества ее должно быть оставлено, для того чтобы после окончания растворения можно было остатком сполоснуть ступку и обмыть пестик и затем добавить эту часть жидкости к общему количеству.

При работе со ступкой никогда *не следует сильно ударять пестиком*. Если имеющиеся крупные куски вещества не размельчаются от нажимания на них пестиком, то, как уже упоминалось выше, разбить их нужно осторожными ударами пестика.

Кроме фарфоровых иногда встречаются в лаборатории и стеклянные ступки. Обращение с ними должно быть еще более осторожным, чем с фарфоровыми.

г) **Тигли** (рис. 134)— фарфоровые сосуды формы усеченного конуса, снабженные фарфоровой же крышкой. Емкость их самая разнообразная. Они служат для прокаливания разного рода веществ, для сжигания в них органических соединений при определении зольности и т. д. Большинство операций с тиглями проводится прямым нагреванием горелкой, без применения асбеста или бань. Перед работой тигель должен быть хорошо промыт. Нередко бывает, что в тигле от прежних работ остается часть вещества, которое не отмывается при применении обычных спо-



Рис. 134. Фарфоровый тигель.

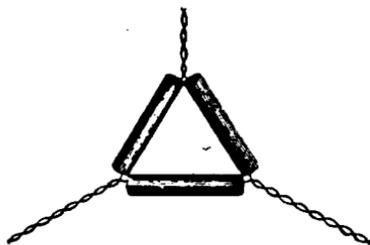


Рис. 135. Треугольник для тиглей.

собов мытья посуды. В этих случаях, в особенности если не отмывается какой-нибудь органический остаток, тигель следует слегка прогреть с азотной кислотой, вначале слабой, а потом, если потребуется, концентрированной.

Если в тигле остается хлористое серебро, то для удаления его в тигель наливается концентрированная соляная кислота и слегка подогревается. Хлористое серебро можно растворить также в аммиаке или серноватистокислом натрии.

Для нагревания тигля его нужно вставлять в *фарфоровый треугольник* (рис. 135). Последний делается из трех насаженных на проволоку фарфоровых трубочек. Эти треугольники следует брать таких размеров, чтобы тигель, вставленный в них, выдавался наружу не более чем на $\frac{1}{3}$ высоты. Подогрев должен вестись *постепенно*. Вначале тигель обогрывается коптящим пламенем, а затем бесцветным, причем сила огня увеличивается также постепенно. В особенности такой подогрев важен при сжигании органических веществ.

Само собой разумеется, что в большинстве случаев работы с тиглем последний должен быть закрыт крышкой на все время работы. Для наблюдения за ходом прокаливания или сжигания

крышка периодически снимается при помощи тигельных щипцов (см. ниже) или пинцета. После окончания прокаливания или сжигания горелка тушится, тиглю дают остыть некоторое время, а затем помещают его в эксикатор.

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

д) Воронки Бюхнера (рис. 136), отличающиеся от обычных стеклянных воронок тем, что они снабжены перегородкой с отверстиями, служат для отфильтровывания разного рода (главным образом кристаллических) осадков. Для работы чисто вымытая воронка вставляется на каучуковой пробке в колбу Бунзена для фильтрования или „сосалку“. Затем на сетчатую перегородку воронки укладываются два кружка из фильтровальной бумаги, причем нижний кружок почти соответствует диаметру сетчатой перегородки, а верхний кружок на 2—3 мм больше его; можно сделать его и совершенно равным диаметру нижнего кружка. Для того чтобы вырезать такие кружки, нужно взять листок фильтровальной бумаги, наложить его на воронку и сверху слегка надавить ладонью. На бумаге получается отпечаток верхнего диаметра воронки. Обрезав по нему бумагу ножницами, примеряют и окончательно подгоняют кружок до нужной величины. Если приходится часто работать с одной и той же воронкой, следует заранее заготовить некоторый

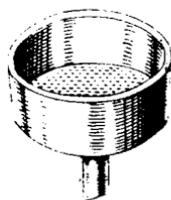


Рис. 136. Воронка Бюхнера фарфоровая.



Рис. 137. Фарфоровая сетка.



Рис. 138. Фарфоровая ложка—шпатель.

запас этих кружков в бюксе, или же в соответствующей величины чашках Петри.

Когда кружки уложены в воронку, на них следует налить из промывалки (колбы для дистиллированной воды) немного дистиллированной воды или той жидкости, которая будет фильтроваться. Это делается для того, чтобы фильтровальная бумага плотнее прилипла к сетчатой перегородке. Этим избегается попадание твердого вещества в фильтрат и между кружками, а следовательно и потеря его, в особенности в самом начале фильтрования. Когда прибор снаряжен, приступают к фильтрованию, о чем будет сказано ниже.

Кроме воронок Бюхнера для фильтрования употребляют *фарфоровые сетки* (рис. 137), которые кладутся в обычную воронку. Кружки из фильтровальной бумаги подбираются к ним заранее.

О фарфоровых фильтр-нучах будет сказано в главе о фильтровании.

е) Ложки и шпатели (рис. 138) в лабораториях употребляются не всегда.

Остальные фарфоровые предметы, встречающиеся в лабораториях, носят по большей части специальный характер.

Металлическое оборудование

Число металлических предметов, главным образом железных, встречающихся в лабораториях, не так многочисленно, как стеклянных. Часть из них уже упоминалась выше. Нам остается познакомиться только с некоторыми обще принятыми металлическими предметами, без которых не может обойтись ни одна лаборатория.

а) Штатив (рис. 139) представляет собою железный стержень, укрепленный на железной же подставке, чаще всего имеющей форму четырехугольника. Стержень укрепляется почти у самого края меньшей стороны его. Подставка должна быть тяжелой, чтобы весь штатив с прикрепленными к нему предметами был устойчивее.

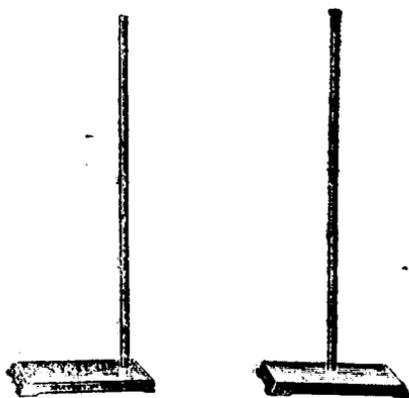


Рис. 139. Железный штатив.

Кроме таких штативов бывают также и с подставкой, имеющей форму треноги. Точно так же встречаются штативы, у которых железный стержень укреплен не у края, а по середине подставки. В этом случае подставка имеет более удлиненную форму.

Штативы служат для закрепления на них всякого рода приборов с помощью разного вида лапок или держателей. Обычно штативы продаются с набором различной величины держателей (лапок), колец, муфт и т. д. (рис. 140).

Очень часто держатели для бюреток бывают отлиты вместе

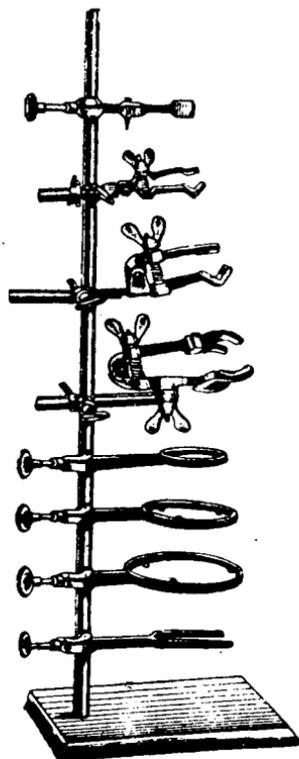


Рис. 140. Железный штатив с набором принадлежностей.

1 и 2 — лапки малые, 3 и 4 — лапки большие, 5, 6 и 7 — кольца, 8 — вилка.

с муфтой, чаще же всего *лапки* и *муфты* (рис. 141) продаются отдельно. Лапки бывают самых разнообразных форм и величин. Они служат для удерживания тех или иных предметов, например бюреток, холодильников и т. д.

Внутренняя часть губ лапок обычно проложена пробкой, чтобы при зажимании не раздавить стекла. Но все же лучше

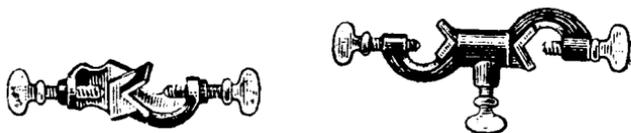


Рис. 141. Муфта для лапок и колец.

на них натягивать кусок резиновой трубки, так как со временем, обычно очень скоро, пробка отлетает и металл оголяется. Такими оголенными губами лапок зажимать стеклянные предметы нельзя, так как их тогда очень легко раздавить. В особенности это относится к большим держателям, которые служат для закрепления холодильников Либиха или др.

Кольца служат для того, чтобы заменять подставки для разного рода приборов, укрепляемых на штативе. Кроме того нагревание стаканов, небольших колб и пр. производится также на кольцах, укрепленных на штативе. Конечно, в этом случае обязательно нужно подкладывать асбестовую сетку или кусок листового асбеста.



Рис. 143. Зажим Гофмана винтовой.

Рис. 142. Тренога.

Рис. 144. Зажим Мора.

литических работах. Для этой цели служат „зажимы“. Они бывают двух типов: зажим Гофмана (рис. 143) и зажим Мора (рис. 144). Особенности их устройства и различие между собой ясно видны из рисунков. Зажимы Гофмана хорошо применять в тех случаях, когда требуется значительная герметичность. Если например колба с каким-нибудь веществом должна быть изолирована от наружного воздуха, но так, чтобы

в любой момент можно было соединить ее с каким-либо другим прибором, то в пробку колбы вставляется стеклянная трубка, а на нее резиновая с зажимом Гофмана.

Когда трубкой с зажимом приходится пользоваться часто например в случае больших бутылей с дистиллированной водой которые всегда имеются в лаборатории, лучше пользоваться зажимами Мора.

г) **Тигельные щипцы** (рис. 145) применяются при прокаливании в тигле тех или иных веществ. Они служат для захватывания крышки тигля. Обычно они железные, никелированные.

д) **Пинцет** (рис. 146) также служит для захватывания при самых разнообразных случаях. Например им следует пользоваться *при работе с металлическим натрием*.



Рис. 145. Тигельные щипцы.

Рис. 146. Пинцеты.



Рис. 147. Металлический тигель.

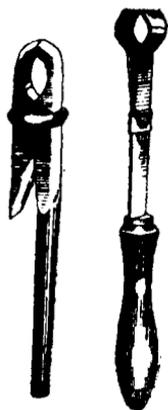


Рис. 148. Держатель для пробирок.
Рис. 149. Держатель для пробирок.

е) **Тигли металлические** (рис. 147) изготавливаются из разного металла: железные, никелевые и др. О платиновых тиглях уже упоминалось выше.

ж) **Держатели для пробирок** бывают металлические (рис. 148) и деревянные (рис. 149). Устройство их несложно и видно из рисунков. Употребляются для держания пробирок при нагревании, чтобы предохранить себя от возможных ожогов, которые могут быть получены как от раскаленного стекла, так и от жидкости, бурно вскипевшей и потому выбрасывающейся из пробирки.

За металлическими предметами лабораторного обихода следует постоянно следить и не давать им ржаветь. Поэтому например штативы, муфты, лапки следует иногда, хотя бы раз в год, покрывать специальным негорючим черным лаком. Такие вещи, как треноги, зажимы, тигельные щипцы, пинцеты, металлические тигли, которые нельзя лакировать, следует очищать от ржавчины.

Чистить можно наждачной бумагой разных номеров (в зависимости от предмета) или песком и мелом.

Кроме перечисленных предметов, обязательно нужно иметь минимум два ножа: один перочинный, а другой большой, а также ножницы, молоток и плоскогубцы.

Полезно иметь звонковую проволоку, запас железной проволоки разных диаметров и размеров и обыкновенную бечевку.

7. РАСТВОРЕНИЕ

Основные понятия о растворах

В лаборатории чаще всего приходится готовить растворы твердых тел, поэтому остановимся более подробно именно на них.

При приготовлении растворов встает вопрос: сколько граммов или какое количество данного вещества может раствориться в данном количестве жидкости.

Даже поверхностное наблюдение обыденной жизни говорит нам, что разные вещества ведут себя по-разному. Если взять ряд стаканов с одинаковым количеством воды и попробовать растворять в них разные соли, то мы заметим, что одни соли почти совсем не растворяются, другие растворяются, но немного, третьи больше, четвертые еще больше и т. д. Возьмем например такие соли: сернистый барий, квасцы, поваренную соль, глауберову соль (сернистый натрий), хлористый кальций и попробуем их растворять. Сразу бросится в глаза, что сернистый барий совсем не переходит в раствор¹, как бы мало мы его ни взяли; квасцы растворяются уже лучше, а хлористый кальций — совсем хорошо. Кроме того мы сможем заметить, что после некоторой добавки соль уже больше не растворяется, сколько бы мы ее ни перемешивали.

На этих примерах видно, что количество твердого вещества, которое может раствориться в данном количестве воды, в присутствии избытка его, имеет предел, зависящий от рода взятых веществ и от тех условий, в которых совершается растворение.

Когда этот предел достигнут, получается так называемый *насыщенный раствор*, а концентрация этого раствора, отнесенная к определенному количеству раствора (или растворителя), носит название растворимости.

Растворимость твердого вещества можно повысить, если раствор *нагреть*. Замечено, что с повышением температуры раствора количество растворяющегося твердого тела увеличивается, но некоторые соли не подчиняются этому правилу.

¹ Точное исследование обнаруживает, что в действительности сернистый барий растворяется в воде, но в ничтожно малой степени.

Затем в некоторых случаях растворимость с повышением температуры увеличивается только до определенной точки, выше которой растворимость уменьшается. Если взять соду (Na_2CO_3), то ее количества (рассчитанные на безводную соду, т. е. на Na_2CO_3), приходящиеся на 100 г воды в насыщенных растворах при разных температурах, будут характеризоваться следующими цифрами:

Температура	10 ^{o1}	20 ^{o1}	30 ^{o1}	31,9 ^{o2}	35,2 ^{o3}	40 ^{o4}	50 ^{o4}	60 ^{o4}
Граммов соды	12,6	21,4	40,8	46,0	51,0	49,7	47,5	46,5

Следовательно самое большое количество безводной соды можно растворить только при 35,2°.

Каждой температуре соответствует определенная растворимость вещества. Если насыщенный раствор охладить, то вещество должно *выпасть в осадок*, но опять-таки в таком количестве, чтобы раствор остался насыщенным.

Если же насыщенный раствор нагреть до полного растворения всего избытка растворяемого вещества, а затем охлаждать медленно, то в некоторых случаях вещество не выделяется. Тогда говорят, что раствор *пересыщен*. Но это очень неустойчивое состояние раствора. Достаточно пылинке соли попасть в раствор, чтобы излишек вещества выпал в виде осадка. Удельный вес раствора иной, чем удельный вес растворителя. Раствор кипит при более высокой температуре⁵, чем растворитель. Последним свойством пользуются, применяя солевые бани.

Температура же затвердевания („замораживания“) раствора, наоборот, ниже, чем у растворителя⁶.

Рассмотрим теперь кратко вопрос о взаимном растворении жидкостей. Так же, как и твердые тела, не все жидкости одинаково растворяются одна в другой. Можно различить три случая растворения жидкостей.

1. Жидкости практически вовсе не растворяются одна в другой, например вода и масло. При смешении их масло всегда будет отделяться от воды.

2. Жидкости растворяются одна в другой только в определенных количествах. Например если смешать воду и эфир, то после взбалтывания часть эфира соберется наверху. В верхнем слое эфира будет раствор воды в эфире, а в нижнем — раствор эфира в воде, причем при определенной температуре всегда будет определенный предел насыщения. Так, при 20° 100 объе-

¹ Насыщенный раствор соды находится в равновесии с $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

² Насыщенный раствор соды находится в равновесии с $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ и $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

³ Насыщенный раствор соды находится в равновесии с $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ и $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

⁴ Насыщенный раствор соды находится в равновесии с $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

⁵ Если насыщенный пар над раствором не содержит другого вещества кроме растворителя.

⁶ Если при затвердевании раствора образующиеся твердые кристаллы являются чистым твердым растворителем.

мов воды растворяют 8,11 объема эфира, а 100 объемов эфира растворяют 2,93 объема воды.

3. Жидкости растворяются одна в другой в неограниченном количестве. Например вода и спирт растворяются друг в друге в любом количестве. Также ведут себя многие кислоты и вода.

При растворении жидкостей, так же как и при растворении твердых тел, наблюдается или повышение температуры, или наоборот, понижение ее.

Нужно также отметить, что иногда при смешении жидкостей происходит *уменьшение объема*; если например взять 50 объемов воды и 50 объемов спирта, то получится не 100 объемов смеси, а только 96,3 (так называемое явление *контракции*).

Более подробные сведения о растворении можно получить из курсов физической химии или специальных книг, посвященных растворам.

Классификация растворов и их приготовление

Операция растворения самая обычная, часто встречающаяся в лабораторном обиходе. В особенности в учебных и аналитических лабораториях очень часто приходится готовить титрованные растворы, растворять то или иное вещество для анализа и т. д. Поэтому знание техники растворения очень важно.

Нужно различать растворы: а) водные и б) неводные. К последним принадлежат растворы веществ в органических растворителях, как спирт, эфир, ацетон, бензол и др.

Растворы большинства солей и кислот готовятся главным образом водные.

По способу приготовления растворы разделяются на: а) приблизительные и б) точные.

Рассмотрим вначале приготовление водных растворов.

Водные растворы

Растворы солей

а) Приготовление приблизительных растворов. Как правило, все водные растворы, независимо от того, приблизительные они или точные, готовятся на *дистиллированной воде*.

Для приготовления приблизительных растворов подлежащая растворению соль взвешивается на технических или техно-химических весах.

Для этого на чашку весов кладется кусок фильтровальной бумаги, тарируется и затем на него насыпается соль. После взвешивания соль высыпается в колбу или другой сосуд, в котором будет производиться растворение, и затем туда добавляется в нужном количестве вода. Например нам нужно приготовить 1,5 кг 15%-ного раствора какой-либо соли, пусть поваренной. Следует отличать случаи, когда готовят раствор в весовом

количестве, как взятый нами выше, от того, когда задается объем, например нужно приготовить не 1,5 кг, а 1,5 л раствора.

Для приготовления 1,5 кг 15%-ного раствора соли следует предварительно вычислить, сколько нужно ее отвесить.

Расчет производится следующим образом.

Составляется пропорция

$$\left. \begin{array}{l} 100 - 15 \\ 1500 - x \end{array} \right\} \frac{15 \cdot 1500}{100} = 225 \text{ г,}$$

т. е. если в 100 г раствора содержится 15 г соли (15%), то сколько ее потребуется для приготовления 1500 г раствора?

Расчет дает, что нужно отвесить 225 г соли. Тогда воды нужно взять $1500 - 225 = 1275$ г или приблизительно столько же куб. сантиметров. Такой объем воды и отмеривается мерным цилиндром.

Если же было бы дано задание получить 1,5 л того же раствора, то в этом случае надо было бы поступить несколько иначе. По справочнику узнают удельный вес нужного раствора, умножают его на заданный объем и таким образом узнают вес требуемого количества раствора. А когда известен вес, то расчет производят по вышеописанному. Так, удельный вес 15%-ного раствора поваренной соли при 15° равен 1,184. Следовательно 1500 см³ должны весить: $1500 \cdot 1,184 = 1776$ г. Дальше расчет ведется по предыдущему.

$$\left. \begin{array}{l} 100 - 15 \\ 1776 - x \end{array} \right\} x = \frac{15 \cdot 1776}{100} = 266,4 \text{ г.}$$

Как видно из последнего расчета, количество соли для приготовления 1,5 кг и 1,5 л раствора различные.

В данном случае расчет произведен для безводной, не содержащей кристаллизационной воды, соли. Если взята водная соль, например десятиводный кристаллический сернокислый натрий, то расчет несколько видоизменяется, так как нужно принимать во внимание и кристаллизационную воду.

Пусть нам нужно приготовить 2 кг 10%-ного раствора Na_2SO_4 , исходя из $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$.

Молекулярный вес Na_2SO_4 равен 142,07, а $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ равен 322,23.

Расчет ведется вначале на безводную соль.

$$\left. \begin{array}{l} 100 - 10 \\ 2000 - x \end{array} \right\} x = \frac{10 \cdot 2000}{100} = 200 \text{ г.}$$

Следовательно нам нужно взять 200 г безводной соли.

А так как у нас водная соль, — количество ее будет иное, и находится из расчета:

$$\left. \begin{array}{l} 142 - 322,2 \\ 200 - x \end{array} \right\} x = \frac{200 \cdot 322,2}{142} = 453,8 \text{ г.}$$

Эта пропорция читается так: если из 142 г безводной соли образуется 322,2 г десятиводной, то какое количество последней соответствует 200 г безводной соли?

Воды в этом случае нужно взять: $2000 - 453,8 = 1546,2$ г. Если же делать расчет на литры, то поступают по предыдущему. Однако не всегда готовят раствор с пересчетом на безводную соль. На этикетке, которая *всегда и обязательно наклеивается на сосуд* с раствором, должно быть *указано*, из какой соли приготовлен раствор, например 10%-ный Na_2SO_4 или 25%-ный $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$.

Часто случается, что приготовленный ранее раствор нужно разбавить, т. е. уменьшить его концентрацию. Тогда как же следует производить расчет? Например пусть мы имеем 20%-ный раствор сернокислого аммония и нам нужно разбавить некоторое количество его, чтобы получить 2 л 5%-ного раствора.

Здесь просто разбавить в 4 раза нельзя, так как берется не весовое, а объемное количество.

По справочнику узнаем, что удельный вес 5%-ного раствора $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ равен 1,0287. Следовательно 2 л его должны весить $1,0287 \cdot 2000 = 2057,4$ г. В этом количестве должно находиться сернокислого аммония:

$$\left. \begin{array}{l} 100 - 5 \\ 2057,4 - x \end{array} \right\} x = \frac{5 \cdot 2057,4}{100} = 102,87 \text{ г.}$$

Теперь можно подсчитать, сколько нужно взять имеющегося 20%-ного раствора, чтобы получить 2 л 5%-ного раствора.

Расчет ведется следующим образом:

$$\left. \begin{array}{l} 100 - 20 \\ x - 102,87 \end{array} \right\} x = \frac{100 \cdot 102,87}{20} = 514,35 \text{ г.}$$

Эту пропорцию можно прочесть так: если в 100 г имеющегося у нас раствора содержится 20 г нужного нам вещества, то сколько граммов нашего раствора нужно взять, чтобы в нем содержалось 102,87 г вещества, раствор которого мы готовим?

Так как удельный вес 20%-ного раствора равен 1,1149, то, чтобы не взвешивать нужное количество раствора, вес можно пересчитать на объем, т. е. разделить полученное значение в граммах на удельный вес.

Таким образом получим:

$$\frac{514,35}{1,1149} = 461,3 \text{ см}^3 \text{ 20\%-ного раствора.}$$

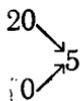
Учитывая, что при отмеривании могут произойти потери, нужно взять 462 см^3 и довести их до 2 л, т. е. добавить к ним $2000 - 462 = 1538 \text{ см}^3$ воды.

Если же разбавление производится по весу, то расчет конечно упрощается. Но вообще разбавление производят из расчета на объем, так как жидкости, особенно в больших количествах, легче отмерить по объему, чем взвешивать.

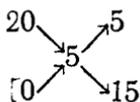
Нужно только помнить, что при всякой работе как с растворением, так и разбавлением, **никогда не следует сливать сразу все количество воды в сосуд**. Водой ополаскивают несколько раз ту посуду, в которой производилось взвешивание или отме-

ривание нужного вещества, и каждый раз добавляют эту порцию в сосуд для раствора.

Когда не требуется особенной точности для разбавления растворов или смешивания их для получения другой концентрации, можно пользоваться следующим простым и быстрым способом. Возьмем разобранный уже случай разбавления 20%-ного раствора сернистого аммония до 5%. Пишем вначале так:



где 20 — процент взятого раствора, 0 — вода и 5 — требуемая концентрация. Теперь из 20 вычитаем 5 и полученное значение пишем в правом нижнем углу, вычитая же нуль из 5, пишем цифру в правом верхнем углу. Тогда схема примет такой вид:



Это значит, что нужно взять 5 объемов 20%-ного раствора и 15 объемов воды. Конечно такой расчет будет слишком приближенным и не точным, в чем легко убедиться, если сравнивать цифры, полученные по этому расчету, с теми, которые получились по приведенному выше точному расчету.

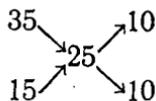
По схеме получается всего $5 + 15 = 20$ объемов жидкости. Следовательно для приготовления 2 л раствора по этой схеме нужно взять:

$$\frac{2000 \text{ см}^3}{20} = 100 \text{ см}^3 \quad 100 \cdot 5 = 500 \text{ см}^3 \text{ 20\%-ного раствора и}$$

$$100 \cdot 15 = 1500 \text{ см}^3 \text{ воды.}$$

По точному же расчету получается 462 см³ 20%-ного раствора (NH₄)₂SO₄ и 1538 см³ воды.

Если смешивать два раствора одного и того же вещества, то схема сохраняется та же, изменяются только числовые значения. Пусть у нас имеются растворы, один из которых содержит 35% вещества, а другой 15%, и нужно приготовить 25%-ный раствор, исходя из имеющихся. Тогда схема примет вид:



итого 20 объемов,

т. е. нужно взять по 10 объемов обоих растворов.

Нужно помнить, что эта схема дает *приблизительные* результаты и ею можно пользоваться только тогда, когда особой точности *не требуется*. Для всякого химика очень важно воспи-

тать в себе **привычку к точности в вычислениях**, когда это необходимо, и допускать приближенные цифры только в тех случаях, когда это не повлияет на результаты работы. Поэтому на первых порах работы в лаборатории лучше приучить себя пользоваться точными расчетами. Только тогда, когда создадутся некоторые навыки и разовьется способность к быстрым подсчетам, можно применять и упомянутую схему.

Кроме такого схематического способа можно пользоваться и специальными формулами, приспособленными для разных случаев разведения.

Разберем несколько важнейших случаев.

1) Пусть a — весовое количество раствора, m — процентное содержание его и этот раствор нужно разбавить до $n\%$. x весовых частей разбавленного раствора определяется из формулы:

$$x = \frac{a \cdot m}{n},$$

а количество воды w , нужное для разбавления, вычисляется по формуле:

$$w = a \left(\frac{m}{n} - 1 \right).$$

2) Смешивание двух растворов одного и того же вещества известного содержания для получения раствора определенного содержания.

Пусть a весовых частей $m\%$ раствора нужно смешиванием с x весовых частей $n\%$ раствора превратить в раствор с содержанием $l\%$, тогда:

$$x = \frac{a(l-m)}{n-l}.$$

Эти формулы конечно облегчают расчет. Вывод формул не приводится, так как он очень прост и его каждый может сделать сам по желанию.

б) Приготовление точных растворов. Точные растворы солей бывают нужны для аналитических работ. Обычно они делаются неконцентрированными и не в таких больших количествах, как приблизительные растворы. Для приготовления точных растворов рассчитывают заранее нужное количество соли и отвешивают его на точных аналитических весах. Взвешивание производят или на часовом стекле или в бюксе (стаканчике для взвешивания, см. выше).

Точно так же заранее заготавливают чисто вымытую посуду, например мерную колбу, вставляют в нее чистую воронку и уже в нее высыпают отвешенное вещество небольшими порциями. Затем ополаскивают над воронкой из промывалки бюкс или стаканчик, в котором производилось взвешивание, и небольшими количествами воды смывают вещество в колбу. Затем воронка опять несколько раз ополаскивается из промывалки дистиллированной водой. Только после этого ее вынимают и доливают колбу до метки.

Для аналитических целей употребляются так называемые „нормальные“ растворы. *Нормальным называется такой раствор, в литре которого содержится 1 граммэквивалент соответствующего вещества*¹. Но так как нормальные растворы для большинства аналитических работ слишком крепки, то по большей части готовят полунормальные ($n/2$), децинормальные и т. д.

Например граммэквивалент азотнокислого серебра (AgNO_3) составляет 169,94 г серной кислоты $\frac{98,076}{2} = 49,038$ г (кислота двухосновная), соляной кислоты — 36,458 г (кислота одноосновная).

Вычисление граммэквивалента производится следующим образом: подсчитывают точно молекулярный вес соли и делят его на основность кислоты, из которой получена соль. Например возьмем соду Na_2CO_3 . Подсчитаем ее молекулярный вес: $2 \text{Na} = 23 \cdot 2 = 46$; $\text{C} = 12$; $3\text{O} = 16 \cdot 3 = 48$, а всего $46 + 12 + 48 = 106$ г. Так как угольная кислота, натриевой солью которой является сода, двухосновна, то молекулярный вес соды нужно разделить на основность кислоты, т. е. на 2.

Тогда получится: $\frac{106}{2} = 53$ г. Это и будет граммэквивалент соды.

Если нужно приготовить однонормальный раствор соды, то взвешивают 53 г ее, пересыпают, как указано, в литровую мерную колбу, добавляют приблизительно $\frac{3}{4}$ нужного количества воды, растворяют в ней всю соду, а уже затем добавляют воду до метки.

Если нужно готовить полунормальный или децинормальный раствор, то берут соответственно половину или десятую часть граммэквивалента. Когда готовят не литр раствора, а меньше, например 100 или 250 см^3 , то берут $\frac{1}{10}$ или $\frac{1}{4}$ того количества, которое требуется для 1 л.

После приготовления раствора его нужно *обязательно проверить* титрованием соответствующим раствором другого вещества, нормальность которого известна. Если приготовленный раствор не точно той нормальности, которая нужна, то вводится коэффициент поправки.

Растворы щелочей

а) Приблизительные растворы. Наиболее употребительными растворами щелочей в лабораторной практике являются растворы едкого натра (NaOH). Растворы едкого кали (KOH) готовятся редко, растворы же аммиака — почти всегда покупные.

Едкий натр (или кали) имеется в продаже в виде препара-

¹ Граммэквивалентом называется то весовое количество вещества, которое соединяется или вытесняет 1,008 г водорода или 8 г кислорода. Одно и то же вещество может иметь несколько граммэквивалентных весов, зависящих от молекулярного веса вещества и от вида химической реакции, в которой участвует это вещество.

тов: технического, чистого и химически чистого. Разница между ними состоит в процентном содержании NaOH и значит также и примесей. Техническая каустическая сода¹ содержит кроме NaOH также заметные количества NaCl, Na₂CO₃, Na₂SiO₃, Fe₂O₃ и т. д. Чистый продукт содержит минимально допустимое количество этих примесей, а химически чистый продукт почти не содержит их.

Технический едкий натр продается в железных бочках, чистый — пластинчатыми кусками, а химически чистый — в виде палочек.

Для приготовления раствора щелочи нужное количество ее отвешивается на технических весах, кладется в фарфоровую чашку или стакан, куда наливается вода. При растворении щелочи происходит *сильное разогревание*, в особенности в тех местах, где лежат куски ее. Чтобы растворение шло быстрее, раствор следует все время перемешивать стеклянной палочкой.

Применять стеклянную посуду при растворении щелочи не рекомендуется, потому что она может легко разбиться и работающий может пострадать, так как крепкий раствор щелочи разъедает кожу рук, обувь и одежду. Если приходится готовить малые количества щелочи, то можно растворять ее и в стеклянной посуде, но только куски щелочи нужно предварительно размельчить, чтобы при насыпании в посуду не разбить ее. Следует также помнить, что **куски щелочи голыми руками брать нельзя**, их следует брать тигельными щипцами или пинцетом, в крайнем же случае руками, но обязательно в резиновых перчатках.

Также рекомендуется вначале готовить крепкие растворы щелочи, удельного веса 1,35—1,45, т. е. такие, в которых содержание щелочи 32—40%, так как в подобных концентрированных растворах щелочи многие примеси не растворяются и при отстаивании раствора оседают на дно. Это отстаивание крепкой щелочи продолжается несколько дней (не меньше двух)². Отстоявшаяся щелочь осторожно сливается, лучше всего сифоном, в другой сосуд, а грязный отстой выливается или может пойти для мытья посуды. После этого определяют ареометром удельный вес, а по нему и процентное содержание щелочи в растворе (по таблице). Если нужно приготовить более слабый раствор, то разбавление производят, придерживаясь уже описанного выше способа разбавления и расчета.

б) Точные растворы. Приготовление точных растворов отличается тем, что для них берут химически чистую щелочь, растворяют ее по вышесказанному и определяют содержание щелочи титрованием точным раствором кислоты. Указание о приготовлении точных (нормальных) растворов щелочи, а также

¹ Каустической содой часто называют в технике едкий натр.

² Естественно, что отстаивание раствора едкого натра должно производиться без доступа к нему углекислоты.

и проверке их, можно найти в любом учебнике количественного анализа, например у Ф. Тредвелла в „Курсе аналитической химии“, т. II, Количественный анализ.

Растворы кислот

а) Приблизительные растворы. В большинстве случаев в лаборатории приходится иметь дело с кислотами соляной, серной и азотной. Другие кислоты употребляются редко, а потому мы остановимся только на этих трех кислотах.

Как соляная, так и серная и азотная кислоты представляют собою жидкости. Обычно покупают концентрированные кислоты, процентное содержание которых узнается по их удельному весу.

Кислоты, применяемые в лаборатории, бывают технические и чистые. Технические кислоты содержат примеси и потому при аналитических работах не употребляются.

Концентрированная соляная кислота на воздухе дымит, и потому работать с ней нужно *под вытяжным шкафом*. Самая концентрированная соляная кислота имеет удельный вес 1,2 и содержит 39,11% хлористого водорода, однако в продаже ее не бывает. Разбавление ее производится по расчету, сходному с тем, который приводится при разбавлении растворов солей. Пусть нужно например приготовить 1 л 5%-ного раствора соляной кислоты, исходя из имеющейся с удельным весом, равным 1,19.

По таблице узнаем, что 5%-ный раствор должен иметь удельный вес 1,024, следовательно 1 л ее будет весить $1,024 \cdot 1000 = 1024$ г. В этом количестве должно содержаться чистого хлористого водорода:

$$\left. \begin{array}{l} 100 - 5 \\ 1024 - x \end{array} \right\} x = \frac{1024 \cdot 5}{100} = 51,2 \text{ г.}$$

Кислота с удельным весом в 1,19 содержит 37,23% HCl.

Чтобы узнать, сколько следует взять этой кислоты, составляется пропорция:

$$\left. \begin{array}{l} 100 - 37,23 \\ x - 51,2 \end{array} \right\} x = \frac{100 \cdot 51,2}{37,23} = 137,5 \text{ г,}$$

или $\frac{137,5}{1,19} = 115,5$ см³ кислоты с удельным весом 1,19. Отмерив 116 см³ кислоты, доводят ее до 1 л.

Серная кислота разбавляется также по подобному расчету. При разбавлении ее следует помнить, что **нужно приливать кислоту к воде, а не наоборот**. Это вызывается тем, что при разбавлении происходит сильное разогревание, и если приливать воду к кислоте, то от разогревания она может вскипеть и разбрызгать кислоту, что опасно, так как от серной кислоты, в особенности от концентрированной, получаются тяжелые ожоги и портится одежда. Если кислота попала на одежду или обувь, следует быстро облить ее водой, а затем нейтрализовать ее содой или раствором аммиака. Поэтому в лаборатории эти ре-

активы всегда должны быть наготове. При попадании на кожу рук или лица нужно сразу же обмыть это место большим количеством воды (струей из водопроводного крана).

Такую же осторожность приготовления требует и азотная кислота, при растворении которой также происходит разогревание, но не такое сильное, как в случае серной кислоты.

б) Точные растворы. Точные растворы кислот готовятся так же, как и приблизительные, с той только разницей, что вначале стремятся получить раствор несколько большей концентрации, чтобы после его можно было точно, по расчету разбавить. Для точных растворов берут *только химически чистые* препараты.

Упомянутые кислоты, из которых готовят точные растворы,— жидкие и концентрированные, и взвешивать их так, как взвешивают вообще жидкости и соли, нельзя. Для этой цели существуют специальные пипетки, редко однако встречающиеся в лабораториях. Поэтому и при приготовлении точных растворов лучше и легче всего брать эти кислоты по объему, пересчитанному от веса.

Например нам нужно приготовить $n/10$ раствор H_2SO_4 . Это значит, что в 1 л раствора должно содержаться

$$\frac{49,008}{10} = 4,9008 \text{ г серной кислоты.}$$

Взвесить точно такое количество на весах очень трудно. Поэтому рассчитаем, какой объем H_2SO_4 удельного веса 1,84 нужно взять, чтобы, разбавив его до 1 л, получить $n/10$ раствор. Кислота с удельным весом 1,84 содержит 95,6% H_2SO_4 . Следовательно на 1 л раствора ее нужно взять в граммах:

$$\left. \begin{array}{l} 100 - 95,6 \\ x - 4,9008 \end{array} \right\} x = \frac{100 \cdot 4,9008}{95,6} = 5,126 \text{ г.}$$

Выражая вес в объемных единицах, получим:

$$\frac{5,126}{1,84} = 2,78 \text{ см}^3.$$

Отмерив из бюретки точно 2,8 см³ кислоты, разбавляют ее до 1 л в мерной колбе и затем титрованием щелочью проверяют нормальность. Если раствор получится крепче, чем нужно, рассчитывают, сколько нужно добавить воды, и добавляют ее из бюретки.

Например после титрования обнаружилось, что 1 см³ $n/10$ H_2SO_4 содержит не 0,0049 г H_2SO_4 , а 0,0051 г, т. е. кислота получилась крепче, чем нужно.

Сколько нужно добавить воды, чтобы получить точно 0,0049 в 1 см³ раствора? Рассчитать можно следующим образом:

$$\left. \begin{array}{l} 1000 - 4,9008 \\ x - 5,1000 \end{array} \right\} x = \frac{1000 \cdot 5,1000}{4,9008} = 1040,68 \text{ см}^3.$$

Эту пропорцию нужно читать так: если в 1000 см³ $n/10$ раствора кислоты содержится 4,9008 г чистой кислоты, то какой

объем должен занимать тот же раствор, если кислоты будет не 4,9008, а 5,100 г?

Расчет показывает, что этот объем будет равен $1040,68 \text{ см}^3$. Следовательно в наш раствор следует добавить $1040,68 - 1000 = 40,68 \text{ см}^3$ воды. Но следует учесть то количество раствора, которое взято для титрования. Пусть взято 20 см^3 , что составляет

$$\frac{20}{1000} = 0,02$$

имеющегося объема. Следовательно воды нужно добавить не $40,68 \text{ г}$, а меньше, т. е. $40,68 - (40,68 \cdot 0,02) = 40,68 - 0,8136 = 39,8664 \text{ см}^3$. Так как такое количество отмерить трудно, нужно взять $39,9 \text{ см}^3$ и добавить воду из бюретки в колбу с раствором.

Как правило, точные (или титрованные) растворы *должны сохраняться в плотно закрытых колбах*. Если же их заготовлено много и к бутылкам с раствором приспособлены бюретки, то в пробку обязательно нужно вставлять хлоркальциевую трубку, заполненную в случае раствора щелочи — натронной известью, а для кислоты — просто ватой. К бутылкам с растворами солей приспособляются хлоркальциевые трубки, заполненные веществом, поглощающим или кислород воздуха или углекислоту, в зависимости от того, что может повредить раствору.

Некоторые замечания о титровании и точных растворах

Титрование растворов — одна из труднейших и ответственных операций лабораторной техники. Она требует хорошего навыка и умения определить момент изменения окраски индикатора. Лучшим случаем было бы, если в аналитической лаборатории титрование всегда производилось одним человеком, так как при этом уменьшается субъективная ошибка, зависящая от личности аналитика. Такая специализация за границей кое где проведена.

При титровании иногда встречаются большие трудности, в особенности при титровании темно окрашенных жидкостей. В послед-

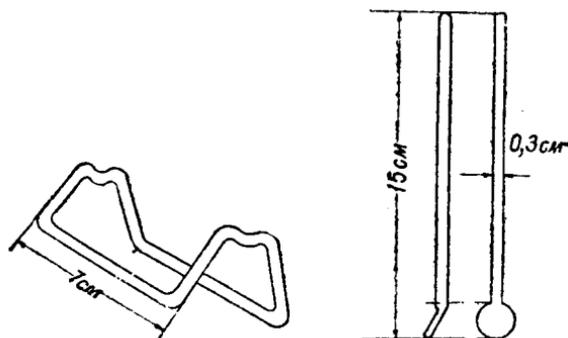


Рис. 150. Титровальные палочки.

нем случае установить момент изменения окраски обычных индикаторов бывает очень трудно, часто же просто невозможно. Чтобы облегчить работу, в таких случаях полезно применять так называемые *титровальные палочки*. Тонкий слой жидкости позволяет легче заметить изменение окраски, особенно если разглядывать его на фоне белой, предпочтительнее бари-

товой (блянфиксовой) бумаги. Метод работы очень простой: палочка погружается в исследуемую жидкость, после каждой до- бавки раствора из бюретки палочка вынимается и о результате титрования судят по окраске тонкого слоя жидкости, оставше- гося на палочке. На рис. 150 приведены формы таких титро- вальных палочек, наиболее удобных в работе.

Кроме такого способа при работе с темно окрашенными жид- костями можно пользоваться и *способом капель*. Для этого нужно иметь очень чистую белую фарфоровую или эмалированную дощечку, на которую наносят очень небольшое количество тит- руемой жидкости (на кончике капилляра) так, чтобы образова- лась пленка. Изменение в цвете будет хорошо заметно, когда капельки будут помещаться в ряд.

Неводные растворы

Неводными называются растворы, у которых растворителем служат органические вещества¹, как спирт, эфир, бензол и др. Поэтому мы и остановимся отдельно на этих важнейших рас- творителях и разберем случаи приготовления таких растворов.

Обычно органические растворители употребляются для рас- творения органических же жидких и твердых веществ, например масел, жиров, смол и т. д., и реже — неорганических веществ, как например некоторых солей, щелочей и минеральных кислот.

Различные растворители, в зависимости от цели и назначе- ния раствора, применяются или в виде технического препарата или же в виде химически чистого. Последние препараты могут быть получены из технических путем иногда сложной очистки.

Сушка органических жидкостей

Для приготовления некоторых растворов органических тел должны применяться совершенно сухие, безводные раствори- тели. Поэтому их перед применением обезвоживают. Самым распространенным обезвоживающим средством для органических растворителей, содержащих небольшое количество воды, является прокаленный хлористый кальций.

Однако им можно высушивать не все органические жидко- сти. Например *спирты хлористым кальцием сушить нельзя*, так как при этом образуются растворимые соединения. Осталь- ные жидкости, как ацетон, эфир и т. д., сушить хлористым кальцием можно. Хлористый кальций (CaCl_2) замечателен тем, что обладает способностью жадно притягивать воду даже из воздуха. Поэтому для просушки должен применяться совершенно безводный сухой CaCl_2 . Для этого его перед работой обезво- живают, прокаливая на железной или другой сковороде. Соль

¹ Неводные растворы, в которых растворителем является неорганическое вещество, как например жидкий NH_3 , Hg и т. д., здесь не рассматриваются ввиду сравнительно узкой области их применения и малой распространенности их в обычной лабораторной работе и в технике.

насыпается слоем не толще 1—2 см и подогревается сильным пламенем горелки. Вначале соль расплавляется, выделяется вода, и затем происходит постепенное испарение ее. При этом, если соль была очень влажной, пары воды, прорываясь через толщу соли, разбрызгивают ее, поэтому-то и рекомендуется не насыпать очень большого слоя. Когда вся вода испарится, прокаливание продолжают еще некоторое время, затем разбивают спекшуюся соль на более мелкие куски и еще теплую кладут в заранее заготовленную совершенно сухую банку. Банка должна быть закрыта герметически, чтобы в нее не проникал воздух, всегда содержащий некоторое количество паров воды.

Если банка закрывается корковой пробкой, то она сверху должна быть тщательно залита парафином или воском.

Следует всегда иметь некоторый запас прокаленного CaCl_2 .

Для обезвоживания какой-либо органической жидкости берется в зависимости от содержания в ней воды то или иное количество CaCl_2 . Не следует брать слишком больших количеств соли, так как при этом неизбежно будет теряться обезвоживаемое вещество. Соль в нужном количестве насыпается в сосуд с подлежащей высушиванию жидкостью, сосуд плотно закрывается пробкой и несколько раз встряхивается. Затем дают жидкости стоять с CaCl_2 в течение не менее 12 час. После этого жидкость сливается в другой сосуд и очищается перегонкой (см. дальше). CaCl_2 может употребляться неоднократно, если его после каждого высушивания вновь прокаливать. Поэтому в каждой лаборатории, где часто приходится иметь дело с CaCl_2 , должны быть отдельные, специальные банки, куда следует сыпать соль после просушки. По мере накопления ее вновь прокаливают. Так как при этом сгорают и остатки жидкости, которая сушилась с CaCl_2 , то прокалка отработанного CaCl_2 должна производиться несколько иначе. Подогрев вначале производится осторожно, до удаления заметных паров жидкости, и увеличивается постепенно. В противном случае может возникнуть **пожар**, в особенности если сушился эфир, ацетон или другие легко воспламеняющиеся вещества. *Прокалку следует вести в вытяжном шкафу.*

Из других солей для высушивания органических жидкостей применяется прокаленный серноокислый натрий. Прокалка его ведется так же, как и CaCl_2 . Но серноокислый натрий (Na_2SO_4) не является таким сильным высушивающим средством, как CaCl_2 .

Для высушивания спиртов можно применять Na_2SO_4 , но лучше всего брать серноокислую медь (CuSO_4) или окись кальция (CaO). Обыкновенная серноокислая медь в виде кристаллов голубого цвета содержит 5 молекул воды. Если ее прокалить, то получится безводная соль беловато-желтоватого цвета. Эта соль, если ее увлажнить, в первый момент присоединяет только 2 молекулы воды и окрашивается в синий цвет. Поэтому, зная содержание воды в спирте, можно рассчитать количество CuSO_4 , необходимое для полного высушивания. Расчет ведется следующим образом: пусть мы имеем 500 г 96°-ного спирта, т. е. та-

кого, который содержит 4% воды. Подсчитаем, сколько в нем воды, для чего составляем пропорцию:

$$\left. \begin{array}{l} 100 - 4 \\ 500 - x \end{array} \right\} x = \frac{4 \cdot 500}{100} = 20 \text{ г,}$$

т. е. если в 100 г спирта содержится 4 г воды, то сколько воды содержит 500 г спирта?

Расчет дает, что в этом количестве спирта содержится 20 г воды. Теперь можно подсчитать, сколько нужно взять безводной CuSO_4 , чтобы обезводить спирт. Молекулярный вес безводной CuSO_4 равен 159,5.

Такое количество соли может связать 2 молекулы воды, т. е. $18 \cdot 2 = 36$ г, так как молекулярный вес воды равен 18. Сколько же нужно взять соли, чтобы связать 20 г воды? Это количество получится из расчета:

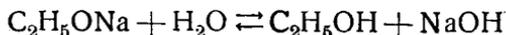
$$\left. \begin{array}{l} 159,5 - 36 \\ x - 20 \end{array} \right\} x = \frac{159,5 \cdot 20}{36} = 88,6 \text{ г,}$$

т. е. если 159,5 г безводной сернокислой меди связывают 36 г воды, то сколько нужно взять безводной соли, чтобы связать 20 г воды?

Для полной уверенности следует взять избыток соли не 88,6 г, а 100 г. Это количество должно быть всыпано в спирт. После добавки к спирту CuSO_4 колба несколько раз встряхивается и затем нагревается на водяной бане с обратным холодильником до тех пор, пока соль не примет светлоголубого цвета. После этого, отделив соль фильтрованием, спирт отгоняют.

Однако получить совершенно безводный, так называемый абсолютный спирт, очень трудно. После просушки с CuSO_4 его нужно еще раза 2—3 перегнать с прокаленным CaO , причем приемник должен быть плотно соединен с холодильником и снабжен хлоркальциевой трубкой с сухим хлористым кальцием.

Но даже и после этого в нем остается до 0,5% воды, удаление которой и является самым трудным. Для удаления этого остатка иногда применяют металлический натрий и кальций, так как при просушке металлическим натрием реакция

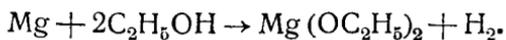


обратима, то полного обезвоживания достигнуть невозможно. Практически, для многих целей однако применяется именно этот способ абсолютирования спирта. Употребление же металлического кальция приводит к тому, что спирт загрязняется аммиаком в результате разложения нитрида кальция, являющегося обычной примесью в металлическом кальции.

По данным Г. Цунда и И. Бьеррума¹ самым лучшим обезвоживающим средством является этилат магния, который можно легко получить из магния в присутствии небольшого количества иода и спирта, в котором должно быть не больше 1% воды. Операция обезвоживания спирта по этому способу производится следующим

¹ Вег. 64, 210 (1931).

образом: в 1,5-литровую колбу с обратным холодильником насыпают 5 г стружек магния, обливают его 65—70 см³ спирта, содержащего не больше 1% воды, затем прибавляют 0,5 г иода и нагревают до исчезновения последнего, после чего наступает выделение водорода по реакции:



Когда весь магний перейдет в этилат, к полученному раствору добавляют 800—900 см³ обычного „абсолютного“ спирта, т. е. такого, в котором содержится еще 0,5—0,7% воды, кипятят полчаса с обратным холодильником и затем отгоняют абсолютный спирт с соблюдением всех указанных выше правил предосторожности.

Таким же образом можно обезводить и другие спирты кроме этилового, например метиловый и *n*-пропиловый.

Винклер рекомендует сушку спирта производить при помощи *металлического кальция*, пользуясь тем же прибором, что и при вышеописанных случаях, когда применялся обратный холодильник. На 1 л спирта добавляется 20 г сухих стружек кальция и нагревается на водяной бане до возникновения энергичной реакции. Кипение должно поддерживаться несколько часов, после чего спирт перегоняется с соблюдением всех мер предосторожности (хлоркальциевая трубка).

Качественные пробы на обезвоживание — следующие.

Безводный спирт растворяет едкий барий, образуя окрашенный в желтый цвет раствор. Раствор парафина не образует мути. В абсолютном спирте безводный (белый) медный купорос (см. выше) не изменит своей окраски.

Диэтиловый эфир (его называют также и серным) окончательно можно обезводить небольшим количеством металлического натрия.

Металлический натрий хранится в банках, в которые наливают керосин или вазелиновое масло так, чтобы *весь* натрий был им покрыт. Необходимость хранить металлический натрий под керосином или вазелиновым маслом вызывается следующим: 1) на воздухе он сильно окисляется, 2) его необходимо изолировать от воды, так как если на него попадет капля, *может произойти взрыв*. Поэтому **металлический натрий должен сохраняться в таких условиях, чтобы на него не попала вода**. Работать с ним нужно осторожно. Прежде всего нужно позаботиться о том, чтобы у места работы не было воды. Работать рядом с раковиной или около кранов для воды совершенно недопустимо.

Вначале готовится несколько кусков фильтровальной бумаги, затем открывается банка с металлическим натрием и *пинцетом* захватывается один кусок его¹. Этот кусок быстро обжимается фильтровальной бумагой, и от него чистым, сухим ножом отрезается кусочек нужной величины. Остальная часть тотчас же кладется обратно в банку.

¹ Ни в коем случае не следует брать металлический натрий не защищенным пальцами, во избежание ожога.

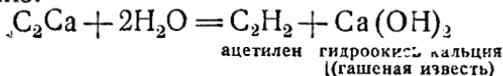
Отрезанный кусочек металла еще раз обжимается фильтровальной бумагой, так чтобы на нем не оставалось керосина или вазелинового масла. После этого ножом обрезают тонкий поверхностный слой металла, так называемую „корочку“, для удаления окиси натрия. Эта обрезанная корочка кладется в ту же банку с металлическим Na. Обрезанный кусочек должен быть совершенно чистым. Он напоминает отчасти свинец. Этот кусочек разрезается ножом на несколько более мелких кусков размером около 2 мм³ и затем быстро кладется в эфир или другую жидкость, которую нужно высушить.

После того как натрий пролежит в высушиваемой жидкости 12—24 час., жидкость отгоняется над металлическим натрием, и когда перегонка закончена, *куски металла пересыпаются в банку с керосином* или вазелиновым маслом. Лучше иметь отдельную банку, куда следует класть как обрезки (корочки), так и металл, уже употреблявшийся для работы.

Обрезки и отработавшие кусочки металлического натрия могут быть вновь использованы, если их переплавить. Точка плавления металлического натрия 98°. Переплавлять натрий на открытом воздухе нельзя. Поэтому переплавка его ведется в среде, на которую металлический натрий не действует и которая кипит при температуре не меньше чем 150°. Таким веществом может служить тот же керосин, но еще лучше (в смысле безопасности) вазелиновое масло. Положив обрезки и куски натрия в одну из этих жидкостей, последнюю нагревают приблизительно до 120°. Металлический натрий расплавляется, и на дне фарфоровой чашки, в которой происходит нагревание, образуется кусок металла с чистой поверхностью. Иногда образуются шарики, которые упорно не сливаются. Тогда их соединяют при помощи тонкой стеклянной палочки. Когда весь металл сплавится, жидкости дают остыть, затем ее осторожно сливают, но не всю, а натрий захватывают сухим пинцетом и кладут в керосин.

Кроме указанных выше способов сушки различных органических растворителей или растворов в них различных веществ имеется еще один, сравнительно новый способ. Это — сушка органических веществ (жидких) при помощи карбида кальция (C₂Ca).

Как известно, карбид кальция разлагается водой по следующему уравнению:



Однако применение карбида кальция для сушки возможно только в тех случаях, когда высушиваемая жидкость не реагирует ни с C₂H₂, ни с Ca(OH)₂.

Сушку проводят или непосредственно, насыпая химически чистый C₂Ca в виде порошка (в количестве до 10—15% от веса взятой жидкости, в зависимости от содержания воды) или же сушат пары жидкости.

Разберем последний случай на примере сушки при помощи C₂Ca. Пусть нужно высушить пиридин. Для этого собирается

прибор, состоящий: 1) из колбы, 2) обратного шарикового холодильника и 3) бани. В колбу наливается подлежащий сушке пиридин и она укрепляется на бане. Затем, подготовив шариковый холодильник, укрепляют его в горле колбы. Подготовка шарикового холодильника состоит в следующем: между вторым и третьим или третьим и четвертым шариком помещают металлическую тонкую сетку, затем в холодильник осторожно засыпают C_2Ca не в виде порошка, а кусочками таких размеров, чтобы они свободно проходили в холодильник. Заполнив таким образом 2 шарика, укрепляют холодильник в горлышке колбы и нагревают. Пары пиридина, содержащие воду, будут проходить через слой C_2Ca , охлаждаться и стекать в колбу уже обезвоженными. Обезвоживание таким образом производят в течение 2—3 час. и о конце его можно судить по тому, как ведет себя C_2Ca , порошок или комки карбида при этом расплываются.

Прибор можно построить и иначе. Например набивают то колено колбы Кляйзена, которое соединено с холодильником, кусками C_2Ca и отгоняют обезвоженную жидкость непосредственно в приемник, принимая меры к тому, чтобы отогнанная жидкость не поглотила снова паров воды.

Можно также насыпать C_2Ca и в дефлегматор, придерживаясь того, что сказано выше о холодильнике.

Применяя C_2Ca , можно не только обезвоживать жидкость, но и количественно определить содержание воды в ней, для чего ацетилен улавливается ацетоном и определяется в последнем в виде ацетиленистой меди. По количеству последней и судят о содержании воды например в спирте¹. Этот способ сушки является одним из лучших. Недостаток его в том, что в жидкость попадает ацетилен, от которого можно избавиться только нагреванием.

Следует еще упомянуть об обезвоживании путем *вымораживания*; таким образом например можно обезвоживать бензол. Последний переходит в твердое состояние при 4°. Охлаждая водный бензол до 1 или даже 0°, получают кристаллический бензол, который отделяется от воды механическим путем (воду сливают).

Из других способов обезвоживания заслуживают упоминания так называемый гипсовый [E. Lühder, Ztschr. Spiritusindustrie, 57, 67—70 (1934)] для спирта и сильное водоотнимающее средство, превосходящее даже фосфорный ангидрид — перхлорат магния (Chemistry a. Industry, № 3 и 6, 1935 г.). Последнее вещество можно применять не всегда и преимущественно для химически стойких веществ.

Растворение

Растворение веществ в органических растворителях несколько отличается от растворения в воде. Тут приходится принимать во внимание ряд обстоятельств. Во-первых, если растворение

¹ Подробно о количественном определении малых количеств воды в этиловом спирте см. T. Schütz и Klau ditz, Z. f. angew. Ch. 44, 42 (№ 2, 1931 г.) реферат в „Журнале химической промышленности“ 1931 г., № 19, стр. 53 (7).

Производится в летучих растворителях (эфир, ацетон, петролейный эфир и т. д.), нужно принимать меры к тому, чтобы они не улетучивались; во-вторых, если растворение производится

в сухих безводных растворителях, вся работа должна быть направлена на то, чтобы предупредить попадание в растворитель влаги, даже из воздуха. Исходя из этих соображений, растворение ведут при соблюдении тех или иных мер предосторожности. Если растворение неорганических веществ, как например солей, щелочей, можно проводить в обычных колбах, то для растворения в органических растворителях приходится собирать соответствующую аппаратуру.

Если вещество легко растворяется, то операцию можно вести в сосуде с притертой пробкой. Для этой цели вначале в сосуд насыпается нужное вещество, а затем уже добавляется растворитель. Пробка закрывается, и сосуд несколько

раз-встряхивается. Если же растворение идет медленно и притом для ускорения его необходимо постоянное перемешивание, для растворения собирается аппаратура с механическим приводом для перемешивания. В этих случаях и необходимо применение вышеуказанных мер предосторожности.

* * Разберем отдельный случай растворения какого-нибудь органического вещества в органическом растворителе, например растворение ацетилцеллюлозы (эфир целлюлозы) в ацетоне. Ацетилцеллюлоза закладывается в сосуд для растворения не сразу, а небольшими порциями. При таком порядке растворение идет легче и работа ускоряется и облегчается. Затем нужно принять в соображение и то, что ацетон — летучее вещество и будет испаряться, если не принять каких-либо мер, препятствующих испарению.

Для растворения следует взять широкогорлую банку, подобрать к ней соответствующую корковую пробку и потом просверлить в ней два отверстия: одно в центре, а другое, пошире — ближе к краю (рис. 151). Первое, центральное, отверстие служит для того, чтобы закрепить в нем так называемый „ртутный затвор“, а во второе вставляется широкая стеклянная трубка с подобранной к ней резиновой пробкой. Ртутный затвор (рис. 152) служит для того, чтобы не дать испаряться ацетону, а широкая трубка с пробкой служит люком, через который постепенно будет добавляться данное вещество, в нашем случае ацетилцеллюлоза

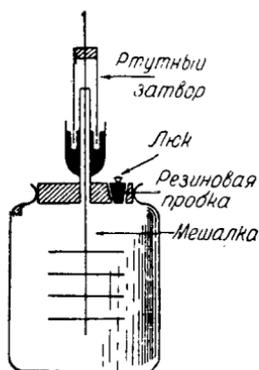


Рис. 151. Схема прибора для растворения.

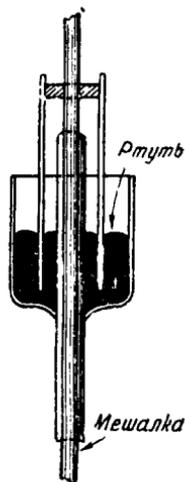


Рис. 152. Ртутный затвор.

Во внутреннюю трубку ртутного затвора вставляется мешалка (рис. 151) того или иного типа; эта мешалка снабжается шкивом и кроме того сверху закрепляется. Если имеется готовый привод, то мешалка укрепляется прямо в шкив. Мешалки могут быть самых разнообразных видов, а не только тех, которые указаны на рис. 153. На рис. 154 приведены типы мешалок из стеклянных палок, которые каждый сможет сделать сам без помощи стеклодува.

Вращение мешалки может быть осуществлено применением электрического мотора (рис. 155), или водяной турбинкой (рис. 156), или мотором, приводимым в движение теплым воздухом (рис. 157).

Когда аппарат собран и проверен, в банку наливают ацетон, хорошо закрывают пробку, заливают ее сверху каким-либо лаком или парафином, соединяют механический привод и пускают в ход мотор. При этом нужно заботиться о том, чтобы ртуть не плескалась и чтобы банка была укреплена прочно и не болталась из стороны в сторону.

Открыв люк, добавляют небольшими порциями ацетилцеллюлозу, закрывая люк пробкой тогда, когда добавка не производится. Растворение можно произвести и по-другому, применяя так

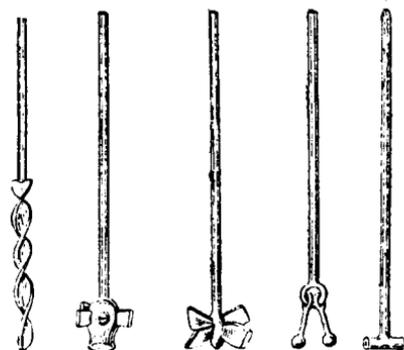


Рис. 153. Мешалки.

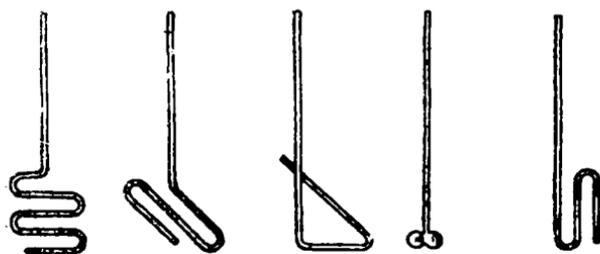


Рис. 154. Мешалки из стеклянных палок.

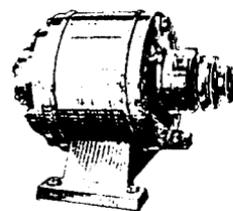


Рис. 155. Электромотор для лабораторных целей.

называемую „болталку“ (рис. 158). Здесь приведен только один тип болталки. Последняя приводится в движение мотором. При таком способе растворения имеется полная гарантия, что растворитель не испарится и в него не попадет влага, так как пробка, которой закрыта бутылка, может быть хорошо замазана и должна быть обязательно обвязана например полотенцем. Недостатком такого растворения является то, что оно идет очень медленно, так как в бутылку или другую склянку закладывается сразу все количество вещества, подлежащее растворению, и вливается также все количество растворителя.

В тех случаях, когда не приходится опасаться улетучивания растворителя и можно работать без ртутного затвора и пробки, составление аппаратуры значительно облегчается.

Нагревание часто облегчает растворение, но его можно применять не всегда. Для растворения при нагревании собирают прибор, состоящий из колбы и обратного холодильника.

Подлежащее растворению вещество вносится в колбу, затем туда же наливают растворитель, присоединяют к колбе обратный холодильник и (в зависимости от взятого растворителя) производят нагревание на водяной или воздушной или другой подходящей бане.

Очень важен порядок загрузки вещества и растворителя. Если вещество в виде сравнительно крупных частиц, поступают по

вышеописанному. Если же вещество представляет собой тонкий порошок, бывает выгоднее вначале в колбу налить растворитель, а затем небольшими порциями всыпать вещество, перемешивая после каждой добавки.

В тех случаях, когда растворение должно идти при низких температурах, устраивается искусственное охлаждение льдом или водой. Тогда банка или другой сосуд, в котором производится растворение, помещается в эма-

лированную или металлическую кастрюлю, между стенками кастрюли и сосудом прокладываются в 3—4 местах пробки так, чтобы сосуд в кастрюле не болтался, а был укреплен неподвижно, сама кастрюля укрепляется по возможности прочно и в нее наливается вода или кладется лед. В этом случае можно даже устроить так, чтобы вода все время циркулиро-

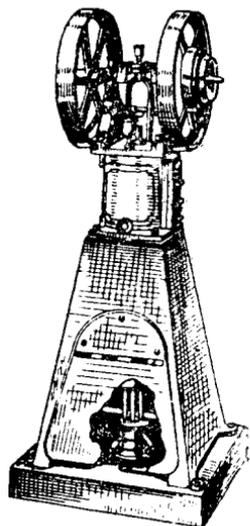


Рис. 157. Воздушный мотор.

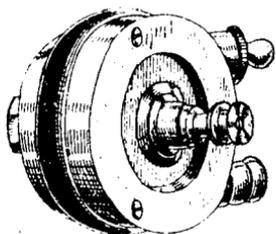


Рис. 156. Водяная турбинка.

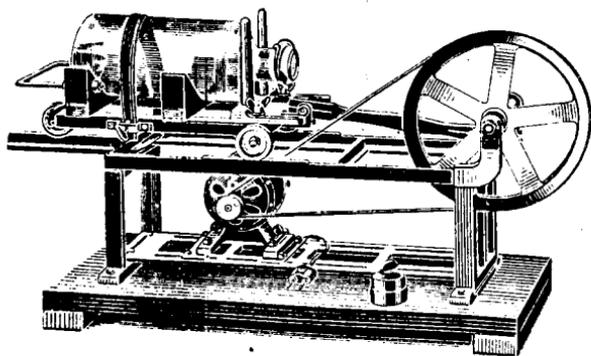


Рис. 158. Болталка для растворения, размешивания и т. д.

вала. Для этого в кастрюлю опускают резиновую трубку, соединенную с водопроводным краном, а для стока воды приделывают сифон в виде изогнутой стеклянной трубки.

Вначале наполняют кастрюлю водой и закрывают водопроводный кран. Затем приспособливают сифон для стока воды и, когда вода начнет убывать, вновь открывают водопроводный кран, регулируя подачу воды таким образом, чтобы вода была постоянно на одном уровне.

Как правило, после окончания растворения полученный раствор следует *обязательно профильтровать*, чтобы отделить все посторонние нерастворившиеся вещества.

8. ФИЛЬТРОВАНИЕ

Общие понятия

Фильтрованием называется операция отделения твердых частиц какого-либо вещества от жидкости, в которой вещество находится. Эта операция основана на том, что взвешенные в жидкости частицы твердого тела задерживаются перегородкой, имеющей поры или отверстия настолько малые, что через них частицы твердого тела не проходят, жидкость же проходит легко. Такой перегородкой могут служить самые разнообразные тела, начиная с металлической сетки, разного рода фильтровальные ткани, порошки и фильтровальная бумага. В зависимости от величины пор или отверстий, которыми обладает данное тело, через него можно фильтровать взвеси с определенной степенью размельчения твердого тела¹.

Для фильтрования коллоидных растворов имеются специальные так называемые „ультрафильтры“.

Способность фильтров задерживать твердые частицы и производительность фильтров, т. е. количество жидкости, которое может быть отделено через фильтр в единицу времени, находится в прямой зависимости от величины пор. При фильтровании на фильтре откладывается осадок, который как бы уменьшает величину пор и вместе с тем сам играет роль фильтра, создавая плотный слой. В лабораторной практике нередко бывают случаи, когда фильтрат после прохождения через фильтр все еще остается мутным и просветляется только тогда, когда его пропускают несколько раз через один и тот же фильтр.

Большую роль при фильтровании играет температура. *Нагретая жидкость фильтруется легче, чем холодная.* Кроме того, если в жидкости находится твердое вещество в форме почти

¹ Фильтрование можно сравнить с просеиванием, с той только разницей, что при просеивании мы имеем дело с чисто механическим разделением, при фильтровании же приходится принимать во внимание и так называемые „капиллярные силы“, явления „адсорбции“ и т. д. Все эти силы и явления, способствующие фильтрации, сказываются и на скорости фильтрования и на результатах его.

коллоидальных частиц¹, которые проходят через обычные фильтры, повышение температуры жидкости, т. е. нагревание ее, часто приводит к тому, что эти частицы собираются в более крупные, образуя иногда хлопья, которые уже *не проходят* через фильтр.

Как указано выше, в качестве фильтровального материала могут служить очень многие тела. Однако в лаборатории число фильтровальных материалов ограничено. Наибольшим распространением пользуются: фильтровальная бумага, асбест, смешанные фильтры, фильтры из сыпучих тел (песок и т. д.) и пресованного стекла.

Различают: фильтрование холодных и горячих жидкостей и фильтрование или очистку газов.

Фильтрование жидкостей

Мы вначале остановимся на фильтровании холодных растворов, так как с ними приходится работать чаще и больше всего.

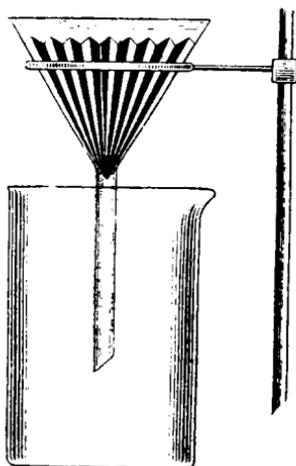


Рис. 159. Фильтрование через стеклянную воронку с пюеным фильтром.

Необходимой принадлежностью для фильтрования является воронка (см. гл. 6). Она служит для помещения в нее фильтра, который пропускает раствор и задерживает взвешенные в нем частицы твердого вещества.

Воронка укрепляется в кольце, присоединенном к обкновенному или специальному штативу (рис. 159); в нее кладется фильтр из фильтровальной бумаги; последняя, перед тем как наливать фильтруемый раствор, слегка смачивается чистым растворителем. Фильтр должен укладываться в воронку таким образом, чтобы край его не доходил до края воронки, а был ниже на 3—5 мм.

Фильтровальная бумага отличается от обычной тем, что она не проклеена, более чиста по составу, волокниста. Последнее обстоятельство и обуславливает ее фильтрующую способность. Фильтры из бумаги, употребляемые в лаборатории, бывают двух родов: простые и складчатые (пюеные).

Для изготовления простого фильтра кусок фильтровальной бумаги определенного размера (в зависимости от величины воронки) складывается в 4 раза, затем ножницами обрезается так, что, будучи помещен в воронку, укладывается, как указано выше. Порядок складывания простого фильтра изображен на рис. 160. Перед работой такой фильтр должен быть обязательно смочен

¹ Коллоидальными называются частицы, размер которых меньше чем $0,1 \mu$ ($1 \mu = 0,001 \text{ мм}$) и больше, чем $1 \mu\mu$ ($1 \mu\mu = 0,001 \mu$).

дистиллированной водой (если нужно фильтровать водные растворы), для того чтобы он плотно прилегал к стенкам воронки¹. Складчатый фильтр лучше простого в том отношении, что фильтрование с ним идет быстрее, так как фильтрующая по поверхности плоеного фильтра значительно больше, чем у простого фильтра.

Приготовление плоеного фильтра показано на рис. 161. Всегда нужно помнить, что *размер фильтра должен быть вполне определенным*. Нужно приучать себя к тому, чтобы края фильтра были не рваными, а обрезанными.

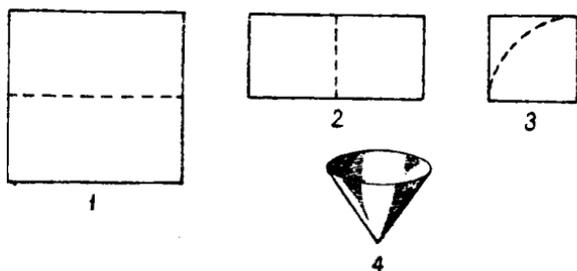


Рис. 160. Порядок складывания простого фильтра.

Очень полезно заготовить металлические ша-

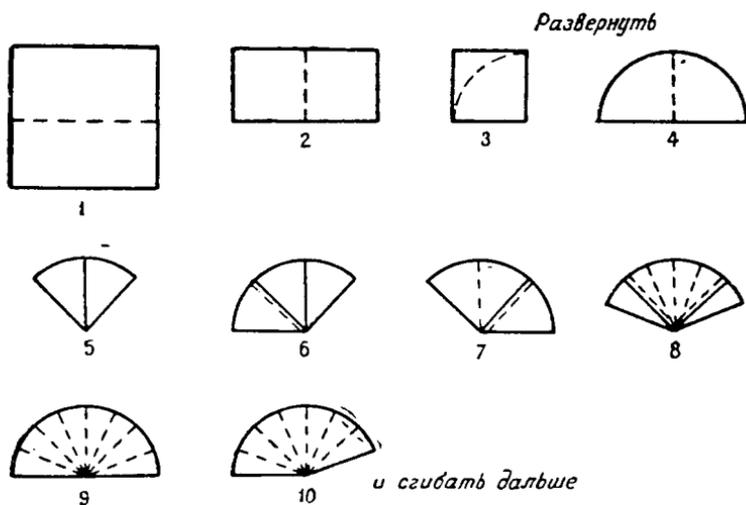


Рис. 161. Порядок складывания плоеного фильтра.

блонь, по которым и производить вырезку. Имея определенный размер воронок, изготовить нужный шаблон нетрудно.

¹ Условием быстрого фильтрования является наличие жидкости в стеклянной трубке воронки; это может быть достигнуто, если столб жидкости в трубке был создан в самом начале при смачивании фильтра растворителем. Для этого при смачивании наливают в воронку жидкого растворителя выше края фильтра, а затем указательным пальцем захватывают фильтр, приподнимают его немного и быстро опускают, при этом стекающая жидкость почти всегда образует столб жидкости в трубке. Весьма часто для ускорения фильтрования удлиняют стеклянную трубку воронки, что может быть сделано и при помощи резиновой трубки.

При аналитических работах, когда приходится отделять какой-нибудь осадок, фильтры обычно делаются небольшими, *сообразуясь с количеством осадка, но не с количеством жидкости*. В этих случаях фильтры делаются такими, чтобы в них поместился осадок, но так, чтобы фильтр *не заполнялся до краев*, а осадок более или менее равномерно распределился по фильтру. Осадок должен находиться от краев фильтра на расстоянии не менее 5 мм.

Взмученный осадок наливается на фильтр при помощи стеклянной палочки. Палочка прикладывается к стакану, в котором находится жидкость с осадком, на расстоянии не больше чем 6—7 см от конца. Жидкости дают стекать по палочке, направляя поток ее в середину фильтра или, лучше, немного в сторону, на стенку его. После того как вся жидкость с осадком вылита, стакан ополоснут и промывные воды вылиты на фильтр, осадок должен промываться. Промывание должно продолжаться до тех пор, пока в фильтрате (т. е. жидкости, отделенной от осадков) не будет обнаруживаться того вещества, которое мы отмываем. Например мы имели в осадке сернокислый барий, а в растворе поваренную соль. Первая соль практически нерастворима, а вторая — растворима. На фильтре будет оставаться сернокислый барий, фильтрат же будет содержать поваренную соль, которую нам нужно отмыть от первой соли, чтобы получить совершенно чистый осадок. В этом случае промывание осадка водой ведется до тех пор, пока промывные воды перестанут давать реакцию на ион хлора, т. е. после добавления азотнокислого серебра к пробе промывных вод не будет появляться мути вследствие образования хлористого серебра.

При промывании нужно стремиться к тому, чтобы удаление растворимого вещества провести *возможно малым количеством жидкости*. Это необходимо потому, что абсолютно нерастворимых веществ нет, и каждый раз при промывании свежей порцией жидкости часть осадка, правда очень незначительная, перейдет в раствор; разумеется, чем больше взято будет жидкости для промывания, тем больше будет потеря и тем больше ошибка при анализе.

Конечно количество применяемой для промывания жидкости зависит от природы и состояния промываемого осадка. Некристаллические (так называемые аморфные и студенистые) осадки требуют больше и жидкости и времени для промывания. Например при получении силикагеля, т. е. коллоидной кремневой кислоты, промывать ее приходится очень долго и очень большими количествами жидкости. При явно кристаллических осадках промывание идет легче и быстрее.

Когда приходится фильтровать тяжелые осадки и есть опасность, что фильтр может прорваться, применяются так называемые *конусы для фильтрования*. Они бывают фарфоровые (рис. 162) и платиновые. Конус вставляется в воронку, и уже в него вставляется фильтр. Фильтрование ведется, как обычно.

Осадок после фильтрования в некоторых случаях высушивается. Для этого его *вместе с фильтром* кладут на часовое стекло и помещают в сушильный шкаф, рядом же ставят открытый стаканчик для взвешивания (бюкс). После того как осадок высохнет, фильтр берут пинцетом или щипцами и быстро перекадывают в бюкс. Последний ставят открытым в эксикатор с хлористым кальцием, где и дают ему остыть. Приблизительно через час бюкс закрывают и оставляют его около весов минут 15—20, после чего взвешивают.

Однако значительно удобнее и точнее применять в таких случаях так называемый *тигель Гуча* (рис. 163). Тигель Гуча снаряжается так, как показано на рисунке, и вставляется в сосалку вместо воронки Бюхнера (см. выше). Дно у такого тигля сетчатое. Тигель с асбестовым фильтром взвешивают при нужной температуре, отфильтровывают через него осадок, промывают,

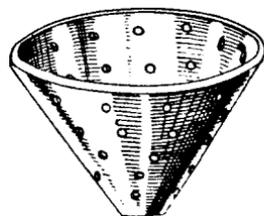


Рис. 162. Фарфоровый конус для фильтрования.

сушат и снова взвешивают. В учебнике аналитической химии Тредвелла подробно описано приготовление такого асбестового фильтра: „Длинные и короткие волокна асбеста отдельно прокаливают в фарфоровом тигле и по охлаждении нагревают с концентрированной соляной кислотой в закрытой фарфоровой чашке на водяной бане в течение одного часа, после чего сливают соляную кислоту, асбест переносят в воронку, снабженную



Рис. 163. Тигель Гуча.

платиновым конусом, и до тех пор промывают горячей водой (применяя насос), пока кислота не будет вполне удалена (фильтрат не должен давать опалесценции с азотнокислым серебром). Очищенный таким образом асбест сохраняется в склянке с притертой пробкой. На дно тигля кладут слой в 1—2 мм длинноволокнистого асбеста, слегка придавливают его стеклянной палочкой и затем, перемешав в стакане коротковолокнистый асбест с водой, выливают мутную жидкость через тигель, создавая при этом небольшое разрежение в сосалке насосом. После того как образуется слой из коротких асбестовых волокон приблизительно в 1 мм, поверх асбеста кладут фарфоровую сетчатую пластинку (рис. 137), придавливают ее слегка стеклянной палочкой и снова льют через тигель взмученный в воде асбест так, чтобы последний покрыл пластинку. После этого промывают водой до тех пор, пока промывные воды не станут совершенно прозрачными. Затем, высушив тигель при желаемой температуре, его взвешивают и тогда он готов для фильтрования.

... Один и тот же фильтр может служить для бесчисленного множества определений. При значительном накоплении в тигле

осадка удаляют верхнюю часть его, не разрушая асбестового фильтра, и продолжают дальше пользоваться тиглем⁴.

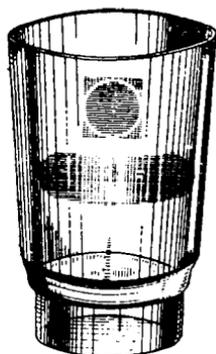


Рис. 164. Шоттовский тигель для фильтрования.

За последние несколько лет в лабораторный обиход стали входить шоттовские тигли¹ (рис. 164) и воронки. Шоттовские тигли высоких номеров могут применяться вместо тиглей Гуча. Они удобнее последних тем, что при работе с ними не приходится пользоваться асбестом, так как фильтрование ведется через спрессованное толченное стекло, впаянное прямо в стенку тигля или воронки. Такие тигли и воронки теперь изготавливаются в СССР.

Большим преимуществом таких воронок является то, что через них можно фильтровать концентрированные кислоты и разбавленные щелочи. Это создает удобства при многих работах. Фильтры очищаются применением соответствующих растворителей и обратной промывкой водой². *Нельзя однако забивать фильтры кремнекислотой и промывать крепкими щелочами*, так как при действии крепких щелочей они разрушаются.

В продаже имеются 4 сорта фильтров с различной величиной пор (в микронах), различаемых по номерам:

№ 1	100—120 μ^3	...	для фильтрования грубых осадков
№ 2	40—50 „	...	для препаративных работ с мелкими кристаллическими осадками
№ 3	20—25 „	...	для аналитических и препаративных работ с мелкими кристаллическими осадками, как AgCl и др.
№ 4	4—10 „	...	для аналитических работ с мелкими кристаллическими осадками, как BaSO ₄ , Si ₂ O и т. д.



Рис. 165. Воронка Аллина.

Фильтрующие пластинки имеют минимальный диаметр — 25 мм. Делают также и газопромыватели с пластинками из такого пористого стекла.

В тех случаях, когда осадок необходимо прокалить в струе газа, применяются воронки Аллина (рис. 165).

В нижнюю часть широкого конца трубки кладется длиноволокнистый асбест, поверх которого, так же как и при работе с тиглем Гуча, наносится слой коротковолокнистого асбеста.

¹ Так называемые нутчи.

² При обратной промывке струя воды или другой жидкости подается через хвост воронки.

³ 1 микрон (1 μ) равен 0,001 мм.

Воронка Аллина вставляется в резиновую трубку своим узким концом, пробка вставляется в колбу для фильтрования (Бунзена).

Нередко случается, что необходимо фильтровать раствор в горячем состоянии, особенно при перекристаллизации разного рода веществ, о чем будет сказано ниже. В таких случаях применяются *воронки для горячего фильтрования* (рис. 166). Они представляют собой двухстенную медную воронку, снабженную боковым отростком. Воронка укреплена на ножках или на специальной высокой треноге. Между стенками воронки наливается вода через отверстие, имеющееся в верхней части ее.

При работе в воронку для горячего фильтрования вставляется обыкновенная стеклянная воронка с бумажным фильтром и затем горелкой нагревают боковой отросток до тех пор, пока вода не закипит или пока она не нагреется до нужной температуры. Тогда уменьшают пламя горелки так, чтобы только поддерживать нужную температуру, и приступают к фильтрованию, которое проводится, как обычно.

Если приходится отфильтровывать *легко воспламеняющиеся жидкости*, как эфир, ацетон, бензол и т. п., то **горелка должна быть потушена**¹.

Самым распространенным способом фильтрования является фильтрование через бюхнеровскую воронку (см. выше), с применением разрежения. Устройство прибора для фильтрования следующее: бюхнеровская воронка вставляется на резиновой пробке в колбу для фильтрования (Бунзена). Последняя имеет обычно коническую форму. Сосалка соединяется с водоструйным насосом через предохранительную склянку Вульфа. Для работы вначале необходимо вырезать из фильтровальной бумаги или фильтровального полотна кружки, которые должны хорошо улежаться на сетку воронки Бюхнера. Чтобы получить кружок нужного диаметра, листок фильтровальной бумаги слегка прижимают рукой к воронке и полученный круглый отпечаток вырезают ножницами. Обычно берут два таких кружка, укладывают их в воронку и слегка смачивают водой или фильтратом. Когда кружки плотно уложены в воронке, в последнюю наливают фильтруемую жидкость. Жидкость с осадком вначале хорошо встряхивается и наливается в воронку до половины ее. Тогда пускают в ход водоструйный насос, в колбе Бунзена создается разрежение и жидкость из воронки (под влиянием атмосферного давления) протекает в колбу. Новые порции жидкости добавляются в воронку периодически. Если осадок будет рых-

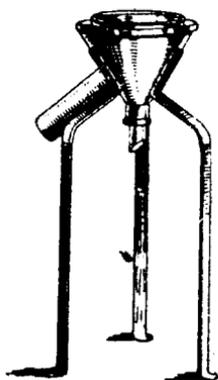


Рис. 166. Воронка для горячего фильтрования.

¹ Защитить горелку от соприкосновения с парами жидкости можно, сделав из металлического сита мелких номеров колпак, надевающийся на боковой отросток воронки и закрывающий горелку.

лым, то его уминают например плоской стеклянной пробкой от бутылки. Отсасывание продолжается до тех пор, пока с носика воронки не перестанет капать жидкость. Тогда выключают насос, воронку вынимают, а находящееся в ней вещество вытряхивают на фильтровальную бумагу и потом подсушивают.

Жидкость, собирающаяся в колбе, называется *фильтратом*. Если фильтрат нужен, его сливают отдельно. Следует заботиться о том, чтобы в колбе не набиралось особенно много жидкости.

При фильтровании иногда нужно бывает промыть осадок. Промывание производится чистым растворителем. Для этого приходится периодически останавливать насос¹, разбирать прибор и сливать промывные воды. Нужно следить за тем, чтобы фильтрат не слишком заполнял сосалку и **не поднимался до уровня оторстка, соединенного с насосом**. В противном случае фильтрат будет втягиваться в насос и нарушится правильный ход работы.

Иногда, особенно при аналитических работах, применяют непрерывное промывание осадков на фильтре. Оно производится следующим образом: колба заполняется водой или нужным раствором, закрывается пробкой с отводной трубкой и опрокидывается вверх дном. Отводная трубка погружается в воронку с осадком. Когда уровень жидкости в воронке достигнет конца трубки, из колбы вытекает новая порция жидкости (воды или раствора), в результате чего уровень жидкости в воронке с осадком поддерживается постоянным.

Однако это сооружение довольно громоздко и в некоторых лабораториях находит применение простой прибор, действующий автоматически и добавляющий промывную жидкость в воронку с осадком через определенный промежуток времени². Прибор состоит из трех частей: 1) сосуда *a*; 2) сосуда *b* и 3) сифона *c*, причем последний является составной частью сосуда *a*. Сосудики *a* и *b* соединены между собой резиновой трубкой. Очень важным является правильное устройство сифона *c*. Его конец *k*, находящийся внутри сосуда *a*, должен быть остро срезан, как показано на рис. 167, и согнут очень близко к отводной части. Последняя должна почти соприкасаться с верхней частью фильтра *d* с осадком. Промывная жидкость подается в сосудик *b* из крана, на рис. 167 не указанного, и обязательно по стенке сосуда. Приток нужно регулировать так, чтобы

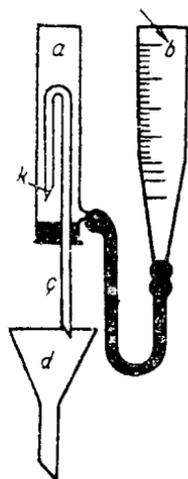


Рис. 167. Устройство для непрерывного промывания осадков на фильтре.

¹ Всегда нужно помнить, что, прежде чем остановить водоструйный насос, следует его осторожно отъединить от сосалки, иначе из насоса затянется вода.

² „Заводская лаборатория“ № 2, стр. 165—166, 1934 г.

время заполнения прибора было несколько меньше времени вытекания из воронки с осадком. Меняя сифон, т. е. длину согнутой части его от кончика *k* до места сгиба, меняется и количество поступающей в один прием жидкости. Вытекание жидкости через сифон начинается только тогда, когда уровень жидкости в сосудике *a* достигнет вершины сифона. Как только жидкость вытечет вся, снова происходит заполнение.

Нужно заботиться о том, чтобы кончик сифона *c*, опускающийся в воронку, соприкасался с фильтром. Это обеспечивает своевременное опорожнение его.

Этот прибор очень удобен и может быть смонтирован на том же штативе, на котором укрепляется и воронка с фильтром.

Точно так же при аналитических работах довольно часто приходится промывать осадки небольшими порциями горячей жидкости. В этом случае полезно пользоваться капельницей, изображенной на рис. 168. Она может быть изготовлена из обычной колбы Эрленмейера. Часть *A* колбы — тонкий капилляр, через который горячая жидкость может выливаться каплями. Если нужно выливать большое количество жидкости, то следует пользоваться концом *B*. Большим удобством этой капельницы является то, что жидкость можно нагревать непосредственно в ней. Это позволяет применять жидкость в очень горячем состоянии.



Рис. 168. Капельница для горячей промывки.

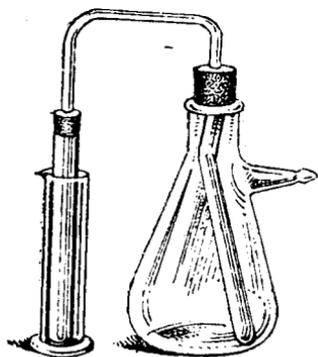


Рис. 169. Приспособление для фильтрования под вакуумом.

Очень удобен в работе прибор для фильтрования, изображенный на рис. 169, работающий при помощи вакуума. Его можно легко изготовить самому, имея колбу Бунзена. Устройство прибора хорошо видно на рисунке. Фильтром в нем является трубка из обожженной белой глины, шамотной, но не глазурированной, или же трубка, свернутая из металлической сетки и обернутая сверху фильтрующим материалом. С этим прибором работают тогда, когда нужен один фильтрат, и не заботятся об осадке. Особенно хорошо его применять для фильтрования небольших количеств жидкости.

В этом случае фильтрат может приниматься прямо в пробирку, помещенную в колбу Бунзена.

Когда приходится фильтровать много жидкости, трубка, проходящая через резиновую пробку, должна быть опущена ниже уровня отростка колбы, соединенного с вакуум-насосом.

Осадок с фильтра можно или счищать лопаточкой или же, соединив колбу с водоструйным нагнетательным насосом, отделять осадок от фильтра воздухом.

Центрифугирование.

Применение центрифуги основано на использовании центробежной силы. Если мы имеем взвешенное в жидкости твердое тело с удельным весом больше единицы, то развивающаяся при вращении центробежная сила будет отбрасывать твердое тело дальше от центра и таким путем жидкость может быть отделена от него.

Центрифуги бывают нескольких типов: открытые и закрытые, с ручным и механическим приводом. Открытая центрифуга (рис. 170) представляет собой ось, перпендикулярно верхнему концу которой приделана планка, с подвижными укрепленными на ней двумя (или четырьмя) металлическими гильзами. В эти

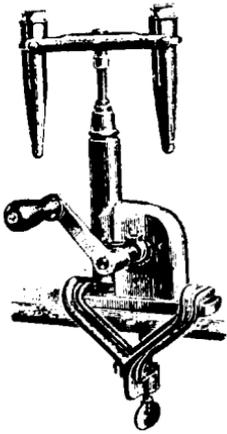


Рис. 170. Центрифуга ручная.



Рис. 171. Пробирка для центрифуги.

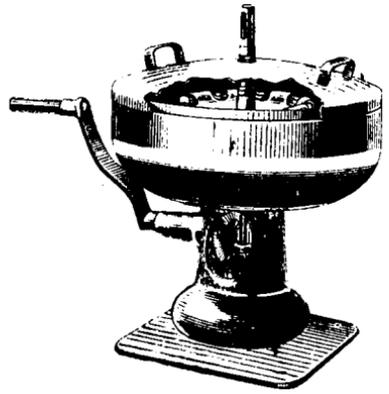


Рис. 172. Центрифуга с ручным приводом большая.

гильзы вставляются специальные, суженные книзу, пробирки (рис. 171) с жидкостью, из которой желают удалить твердое тело. Нужно помнить, что пробирки, наполненные жидкостью, *должны иметь строго одинаковый вес*, иначе центрифуга будет работать плохо и будет «бить» что можно определить по звуку.

На дно гильзы кладется кусочек ваты, чтобы избежать прямого соприкосновения стекла с металлом. Когда пробирки вставлены в гильзы, центрифуга тем или иным путем приводится во вращение и через некоторое время в зависимости от вязкости жидкости, величины взвешенных в ней частиц твердого тела и разности удельных весов твердого тела и жидкости происходит отделение взвешенных твердых частиц от жидкости, после чего центрифугу останавливают. На дне пробирки собирается плотный осадок твердого тела, над которым будет находиться совершенно чистая жидкость.

Закрытые центрифуги (рис. 172), в зависимости от величины, содержат различное количество гильз, от 2 до 12 и больше,

расположенных симметрично на одинаковом расстоянии друг от друга и от оси центрифуги.

Механические центрифуги (рис. 173) более удобны, чем простые. Они дают обычно 2—3 тыс. об/мин, и разделение происходит более совершенно.

Работа с центрифугами требует известного навыка. В особенности это касается подготовительных операций, порядка пуска центрифуги и т. д. Так как эти моменты очень важны, на них следует остановиться. Выше уже указывалось, что пробирки для центрифуг должны иметь строго одинаковый вес. Там, где центрифугой приходится пользоваться часто, необходимо иметь специальные весы, приспособленные для взвешивания (вернее — тарирования) пробирок.

Особенностью их устройства является то, что у них чашка подвешивается к коромыслу при помощи стержня, прикрепленного к центру чашки. На этом стержне имеются кольца, в которые и вставляются пробирки. Или же к обычным техно-химическим весам пристраивают специальные держатели из проволоки, имеющие одинаковый вес.

Вначале, перед тем как поместить пробирку на весы, убеждаются в том, что обе чашки уравновешены. Затем на них укрепляют пробирки. Сперва наливают жидкость, подлежащую центрифугированию, в одну пробирку (при помощи например пипетки), а затем — во вторую, и при этом снова добиваются, чтобы чашки были уравновешены. Никогда не следует наливать в пробирку слишком много жидкости. Лучше наполнять пробирку так, чтобы расстояние от края ее до уровня жидкости было не меньше 10 мм.

Уравновешенные пробирки вставляются в гнезда центрифуги.

Центрифугу следует пускать не сразу, на полный ход, а постепенно. Это касается как ручных, так и механических центрифуг.

Механические центрифуги имеют для этого соответствующие приспособления. Так, электрические центрифуги имеют реостат, которым производится постепенное включение на полное число оборотов. У центрифуг, приводимых в движение от водяной турбины, постепенность развертывания движения достигается регулированием струи воды. Чем осторожнее было произведено включение, тем надежнее работа центрифуги и ее сохранность.

За центрифугой следует постоянно наблюдать и не давать засоряться, в особенности движущимся частям. Металлические гильзы всегда должны легко и свободно поворачиваться вокруг оси, т. е. в плоскости расположения их во время движения

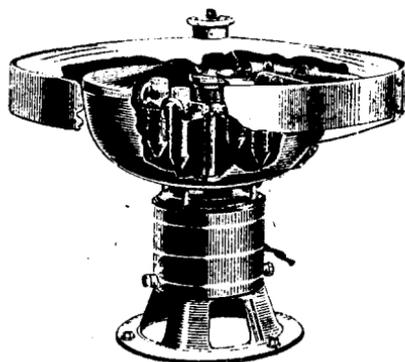


Рис. 173. Центрифуга с электрическим приводом.

центрифуги. Шестерни, приводящие во вращение центрифугу, должны иметь легкий ход. Поэтому их нельзя смазывать такими смазками, которые могут загустеть. Ось центрифуги также должна быть в порядке и всегда чистой.

При неосторожном обращении с центрифугами, особенно ручными, можно ось согнуть и этим вывести центрифугу из строя.

Остановка центрифуги особых указаний не требует. После прекращения вращения центрифуге дают остановиться самой и только после этого вынимают пробирки.

Кроме типа, указанного на рис. 173, имеются еще центрифуги, похожие на сепаратор, употребляемые для отделения сливок от молока и так называемые „суперцентрифуги“, дающие до 40 тыс. об/мин (рис. 174). Такие центрифуги особенно удобны для центрифугирования всякого рода вязких растворов, например

лаков, а также эмульсий. Они дают совершенную очистку и потому начинают приобретать все большее распространение.

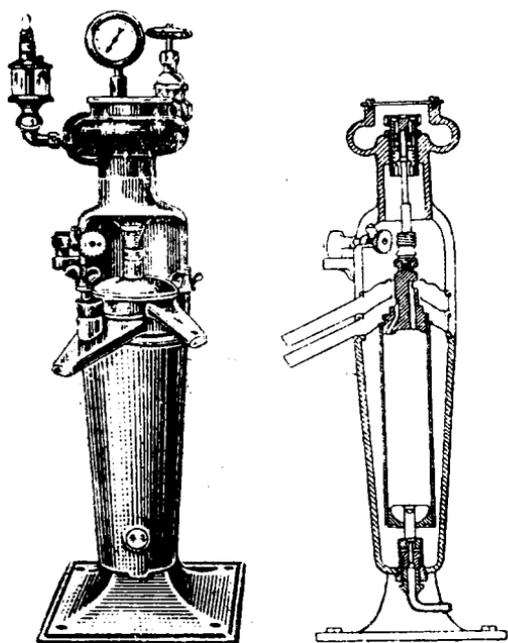


Рис. 174. Суперцентрифуга.

Фильтрование газов

Очистка газов от твердых, взвешенных в них частиц, например пыли, производится путем фильтрования их через толстый слой ваты или другого материала, на который газ не действует. Для фильтрации газов очень удобно применять хлоркальциевый

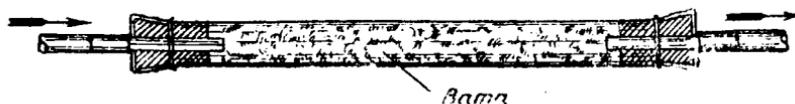


Рис. 175. Трубка для фильтрования воздуха.

цилиндр Фрезениуса, набитый ватой, о котором уже упоминалось выше.

Если под руками нет этого прибора, фильтрацию газа можно провести и через широкую стеклянную трубку, набитую ватой или асбестом и устроенную так, как показано на рис. 175.

Пробки должны быть привязаны к концам трубки бечевкой или звонковой проволокой, так как, если газ идет под давлением, пробки могут вылететь. Для фильтрования газов, идущих под большим давлением, такую трубку применять нельзя.

Для промывки газов и очистки их от твердых частиц очень хорошо применять также газопромыватель (рис. 176). Он заполняется какой-либо жидкостью, водой или (для просушки) серной кислотой¹.

Отжим

Нередко бывают случаи, когда отфильтрованную массу нужно сильно отжать, чтобы удалить максимальное количество жидкости. В этих случаях прибегают к отжиму при помощи специальных лабораторных прессов, изображенных на рис. 177 и 178. Вещество, подлежащее отжиму, завертывается в чистое полотно или другой чистый тек-

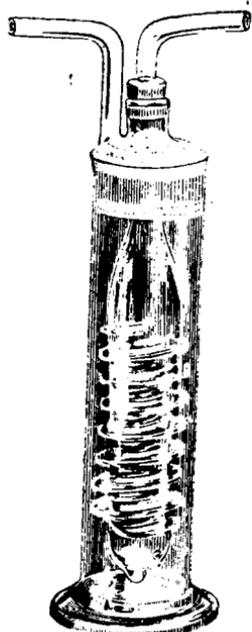


Рис. 176. Газопромыватель стеклянный.



Рис. 178. Винтовой пресс закрытый.

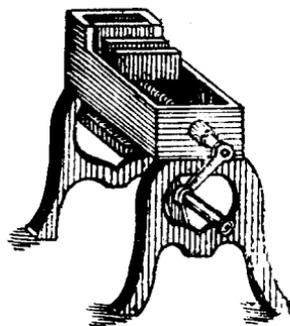


Рис. 179. Горизонтальный лабораторный пресс.

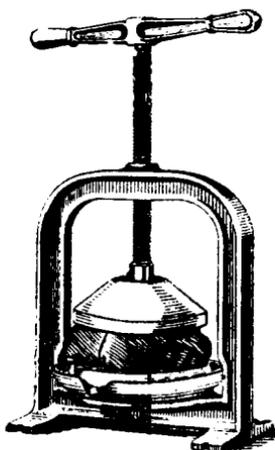


Рис. 177. Фарфоровый винтовой пресс открытый.

стильный материал (в зависимости от характера отжимаемой жидкости) и закладывается в пресс. Завинчивание пресса производится очень медленно. Это необходимо делать потому, что при быстром завинчивании отжимающаяся жидкость будет разбрызгиваться через материал во все стороны и теряться и будет пачкать окружающие предметы.

Под нижнюю тарелку пресса, имеющую носик для стока жидкости, подставляется какая-либо посуда.

¹ Очистка газов от пыли путем использования электрических полей в так называемых аппаратах Котрелля здесь не описывается. См. также Берль-Лу н г е Химико-технические методы исследования, т. I и II, вып. 4, изд. 1937 г.

На рис. 177 изображен открытый фарфоровый пресс, а на рис. 178 закрытый, позволяющий применять быстрый отжим, так как рубашка, окружающая пресс, не дает жидкости разлетаться во все стороны.

Кроме этих вертикальных прессов в специальных случаях применяются и небольшие горизонтальные пресса, подобно изображенному на рис. 179¹.

9. ДЕСТИЛЛЯЦИЯ

Общие понятия

Если мы возьмем ряд химически чистых жидкостей, например толуол, воду, спирт, эфир, то кроме запаха, удельного веса и т. д. различие между ними может быть установлено также и по температурам кипения. Если нагревать все эти четыре жидкости в одинаковых условиях, то сразу бросится в глаза, что раньше всех закипает эфир, затем спирт, потом вода и наконец толуол. Каждая жидкость кипит при определенной температуре: эфир при 36°, спирт при 78°, вода при 100°, а температура кипения толуола равна 111°.

Определение температуры кипения может служить для определения чистоты вещества.

Рассмотрим несколько подробнее, что такое кипение жидкостей, как оно происходит и от чего зависит.

Когда жидкость нагревают, температура ее все время повышается и одновременно с этим происходит испарение только у поверхности жидкости. Затем при определенной для каждой жидкости температуре начинается образование пузырьков пара у стенок сосуда, а также и внутри жидкости. Эти пузырьки поднимаются вверх, жидкость начинает бурлить, пузырьков образуется все больше и больше, а вместе с тем и пара. Это явление и называется *кипением* жидкости. Когда кипение началось, подъем температуры жидкости прекращается², несмотря на то, что нагревание продолжается.

Температура, при которой жидкость кипит при давлении 760 мм рт. ст. и называется точкой кипения, она характерна для каждой жидкости.

На температуру кипения жидкости прежде всего влияет внешнее атмосферное давление. Если внешнее (атмосферное) давление, под которым находится жидкость, изменяется, то изменяется и температура кипения. Поэтому, когда говорят о нормальной точке кипения жидкости, имеют в виду ту температуру, при которой жидкость кипит, находясь под нормальным

¹ Для отжима жидкости от осадка часто применяются асбестовые или из пористой глины тарелочки.

² Если жидкость не является смесью различных жидкостей, имеющих разные температуры кипения.

давлением (одна атмосфера или 760 мм рт. ст.). Если внешнее (атмосферное) давление уменьшать, то уменьшается и температура кипения жидкости. Наоборот, если давление повышать, температура кипения также будет повышаться.

Этим свойством — изменением температуры кипения при уменьшении давления — пользуются очень часто, в особенности в лаборатории.

Бывают вещества, которые нужно очистить перегонкой и которые разлагаются, если их нагревать при обыкновенном давлении. В этих случаях применяют так называемую перегонку под *уменьшенным* давлением (вакуум-перегонку). Как уже упоминалось, при уменьшении давления жидкость начинает закипать при более низкой температуре и таким путем удается перегнать жидкость без разложения ее. Поэтому в химических справочниках всегда указывают, при какой температуре и при каком давлении кипит жидкость. Если например в справочнике указано $118^{\circ}/14$, это значит, что данная жидкость при давлении в 14 мм кипит при температуре 118° .

Повышение температуры кипения при увеличении давления лучше всего можно видеть на паровых котлах. Мы привыкли говорить, что вода кипит при 100° , и нам может быть покажется странным, если скажут, что вода в котле закипает при $130—150^{\circ}$ и выше. Но дело в том, что в котле развивается большое давление, равное нескольким атмосферам, и это является причиной такой высокой температуры кипения.

Наоборот, если давление уменьшать, вода будет кипеть при температуре ниже 100° . Например в горах вода может закипать при 80° и ниже в зависимости от высоты, на которую подняться. Это происходит потому, что в таких местах давление атмосферы ниже, чем на уровне моря.

Большое влияние на температуру кипения жидкости оказывает и растворенный в ней воздух. Известно, что воздух растворяется в жидкостях, например в воде. Еще около 150 лет тому назад физик де-Люк высказал предположение, что кипение жидкости происходит потому, что пузыри пара образуются вокруг мельчайших пузырьков воздуха, растворенного в жидкости. Если эти пузырьки удалить тем или иным путем, то воду можно нагреть до 130° при обычном давлении и она не закипит. Но достаточно ввести пузырек воздуха — и вода сразу закипает. Это очень хорошо видно на дистиллированной воде. Нагреть дистиллированную воду до кипения много труднее, чем обыкновенную. Но если ее перед нагреванием взболтать, то кипение происходит легче. Точно так же, если в воду, из которой удален воздух, при нагревании ее ввести какое-либо пористое твердое тело, например пемзу или кусочек неглазурованного фарфора, у поверхности их тотчас же начинается образование пузырьков пара, и кипение будет происходить при соответствующей температуре. Это объясняется тем, что на поверхности этих твердых тел находится слой воздуха.

Однако температура паров кипящей жидкости не зависит ни

от сосуда, ни от присутствия паров ее в воздухе, она вполне определена для данной жидкости и внешнего (атмосферного) давления.

Таким образом жидкость кипит только тогда, когда упругость паров равна или несколько больше внешнего давления. Если температуру понижать, то упругость или давление паров жидкости будет уменьшаться.

Если жидкость нагревать до кипения и отводить образующиеся пары в трубку, то при охлаждении ее на стенках начнется образование капель жидкости. Это явление похоже на запотевание холодного предмета, принесенного зимой с улицы в теплую комнату. „Запотевший“ предмет покрывается капельками воды. Это происходит потому, что пары воды, всегда имеющиеся в воздухе, охлаждаются у холодной поверхности и сжижаются в капли.

Вот этими-то свойствами жидкости — кипеть с образованием паров — и способностью их при охлаждении конденсироваться пользуются для целей очистки жидкостей, применяя процесс дистилляции или перегонки.

Различают три способа перегонки жидкости: 1) под обыкновенным давлением, 2) под уменьшенным давлением, 3) с водяным паром. Разберем каждый случай в отдельности.

Перегонка под обыкновенным давлением

Перегонка является одним из способов очистки жидкостей с целью получения химически чистого вещества.

В тех случаях, когда нагревание не сопровождается распадом вещества или когда последнее не имеет слишком высокой температуры кипения, для очистки пользуются перегонкой под обыкновенным давлением. Для этой цели собирается прибор, состоящий из: 1) колбы Вюрца, 2) холодильника и 3) приемника.

Колба Вюрца выбирается таких размеров, чтобы подлежащая перегонке жидкость занимала не больше $\frac{2}{3}$ объема колбы. Перед работой колба должна быть тщательно вымыта и просушена. Перед мытьем к горлу колбы подбирается корковая или резиновая пробка. В середине пробки должно быть просверлено отверстие для термометра (см. стр. 83).

Одновременно подбирается соответствующая пробка и к холодильнику. В этой пробке, также в середине ее, просверливается отверстие для отводной трубки колбы Вюрца.

Пробки должны быть *плотно пригнанными, не пористыми*.

Когда колба готова, ее прежде всего соединяют с холодильником, одновременно укрепляя лапкой на штативе. Лапка должна обхватывать горлышко колбы несколько ниже отводной трубки. Под колбу подводится кольцо с асбестовой сеткой, если нагревание можно производить горелкой, или же водяная или какая-либо иная баня.

Отводная трубка колбы должна входить в форштосс холодильника не менее как на 4—5 см, считая от пробки. Убедив-

шись в надежном соединении колбы с холодильником и прочности крепления колбы, в горлышко ее вставляют воронку таких размеров, чтобы нижний конец ее был на 2—3 см ниже отводной трубки, и после этого наливают жидкость, подлежащую перегонке. Затем в горлышко вставляют пробку, снабженную термометром, причем нужно заботиться о том, чтобы шарик его находился на одном уровне с отводной трубкой и был в *середине горлышка, не касаясь стенок его.*

Когда весь прибор собран, его тщательно проверяют, осмотрев, насколько хорошо подобраны пробки, правильно ли стоит термометр. И только тогда подставляют приемник для дистиллата и начинают нагревание. При перегонке нужно стремиться к тому, чтобы не было сильного бурлящего кипения, так как в последнем случае капли бурлящей жидкости могут попасть в отводную трубку и загрязнить дистиллат. Для избежания этого в колбу забрасывают несколько стеклянных капилляров, запаянных с одного конца, что обеспечивает равномерное кипение. Приемником могут служить химические стаканы, колбы Эрленмейера, простые колбы.

Разберем более сложный случай перегонки. Пусть нам нужно очистить технический ацетон и получить его безводным. Технический ацетон (кроме воды) содержит много примесей, которые нужно как-то удалить. Если перегонять его обычным путем, то собрать ацетоновую фракцию без примесей будет трудно. Для этого нужно применить метод так называемой фракционированной перегонки, т. е. при перегонке собирать несколько фракций, каждая из которых должна лежать в пределах нескольких градусов, что сильно усложняет очистку. Поэтому, высушив технический ацетон хлористым кальцием в течение 24 час., его отфильтровывают и переливают в колбу Еюрца, соответствующих размеров, или в простую или круглодонную колбу, снабженную дефлегматором. Затем добавляют кристаллический перманганат калия из расчета 8—10 г на 1 л, 1,5—2 г соды, забрасывают в колбу капилляры и начинают перегонку на водяной бане, придерживаясь тех мер предосторожности, о которых говорилось выше.

Если нужно было бы заботиться о том, чтобы перегнанный ацетон был сухим и не поглощал влаги из воздуха, к приемнику подбирается резиновая пробка с двумя отверстиями — одно для хлоркальциевой трубки, другое — для суженного конца аллонжа, который в этом случае приспособливается на резиновой пробке к холодильнику. В приемник кладется небольшое количество прокаленного CaCl_2 . Такое устройство достаточно обеспечивает ацетон от поглощения воды из воздуха. Добавкой перманганата калия и соды достигается сильное окисление и разрушение всех примесей, имеющихся в ацетоне, не разрушая последнего, а находящийся в приемнике CaCl_2 поглотит образующуюся при окислении воду.

Фракционированной или дробной перегонкой называют такой способ ведения ее, когда из смеси жидкостей с различными точками кипения нужно выделить некоторые из них.

Смеси жидкостей кипят при температурах, отличающихся от температур кипения, составляющих смесь жидкостей. Если, например, имеется смесь, состоящая из 7 частей этилового (винного) спирта и 93 ч. бензола, точка кипения смеси будет 60°, несмотря на то, что спирт кипит при 78°, а бензол при 80°. Наоборот, бывают смеси, которые имеют и более высокую точку кипения, чем растворитель. Например вода кипит при 100°, а хлористый водород при —85°. Смесь же их, образующая соляную кислоту и содержащая 20,2% хлористого водорода, кипит при 110° (при давлении 760 мм рт. ст.). Однако эти смеси отличаются тем особенным свойством, что их нельзя разделить перегонкой, это так называемые „нераздельно кипящие смеси“ или „азеотропные смеси“.

В тех случаях, когда смесь поддается дробной перегонке, поступают почти так же, как и при обычной перегонке, но с той разницей, что при фракционированной перегонке необходимо обязательно применять дефлегматор. Для перегонки применяется круглодонная колба соответствующих размеров в зависимости от количества жидкости. К колбе подбирается пробка, в которой высверливается отверстие для дефлегматора. Затем к дефлегматору подбирается пробка для термометра и к холодильнику — для отводной трубки дефлегматора. После этого колба, холодильник и дефлегматор, хорошо промываются, высушиваются и только после этого составляется прибор. Дефлегматор подбирается по величине перегонной колбы и не должен быть слишком велик. Дефлегматор вставляется в колбу, поставленную на баню или на асбестовую сетку и прикрепленную лапкой к штативу, и прикрепляется к последнему еще другой лапкой. Затем его соединяют с холодильником и уже после этого вставляют в дефлегматор пробку с термометром.

Жидкость, подлежащая фракционированию (дробной перегонке), наливается в колбу или перед тем, как вставляется дефлегматор, или же вливается через дефлегматор после того, как последний соединен с холодильником. В этом случае нужно придерживаться того же правила, что и при работе с колбой Вюрца.

Прежде чем приступить к перегонке, необходимо приготовить нужное количество приемников, поставив на каждом из них восковым карандашом номер и подставляя их в порядке очередности.

Одновременно должна вестись запись тех температур, в пределах которых собиралась данная фракция. Например

фракция № 1	80—82°
„ № 2	82—84°
„ № 3	84—86°

и т. д.

Если при перегонке замечаются какие-либо особенности, их также нужно отмечать в тетради против номера фракции.

Иногда для количественного определения фракций применяют градуированные цилиндры соответствующих размеров. Тогда

после температуры записывается количество перегнавшейся жидкости. Например

фракция № 1	80—82°	25 см ³
" № 2	82—84°	32

и т. д.

В иных случаях вначале производится грубая фракционировка, когда отдельные фракции собираются в пределах 5—10°, а затем эти фракции разгоняются отдельно, но уже в более узких пределах.

Метод фракционной перегонки очень продолжительный и сложный, и его применяют главным образом при точных работах.

Вакуум-перегонка (под уменьшенным давлением)

Как уже упоминалось, вакуум-перегонка применяется в тех случаях, когда жидкость при нормальных условиях имеет слишком высокую точку кипения или когда она при нагревании до высокой температуры подвергается *разложению*.

Вакуум-перегонка дает возможность более совершенно разделить имеющуюся смесь жидкости на отдельные части или фракции. Наиболее важным в проведении этой операции является точная сборка аппаратуры. Весь прибор состоит из следующих

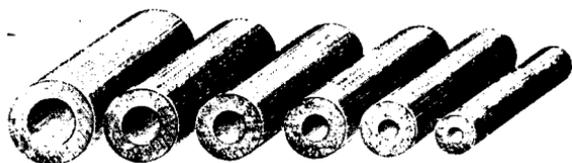


Рис. 180. Вакуум-каучуки.

предметов: 1) колба Кляйзена, снабженная капилляром и термометром, 2) холодильник, 3) приемник, 4) манометр, 5) стеклянный кран, 6) предохранительная склянка Вульфа (между насосом и манометром).

Все пробки — резиновые. Каучуки, так называемые вакуумные, отличающиеся от обыкновенных резиновых трубок тем, что имеют более толстые (2—3 мм) стенки (рис. 180).

Вначале к колбе, холодильнику и приемнику подбираются соответствующие резиновые пробки, затем прибор составляется начерно, чтобы убедиться в правильности соединений. После этого прибор разбирается и вся посуда тщательно моется и высушивается.

Первым делом собирается колба Кляйзена (о снаряжении ее см. главу „Химическая посуда“), которая плотно соединяется с холодильником.

Приемниками для вакуум-аппарата служат или специальный аппарат Брюля (рис. 181) или так называемая „каракатица“ (рис. 182).

Аппарат Брюля представляет собой толстостенный стеклянный цилиндр, снабженный хорошо притертой крышкой и двумя боковыми тубулами: верхним, через который вставляется ниж-

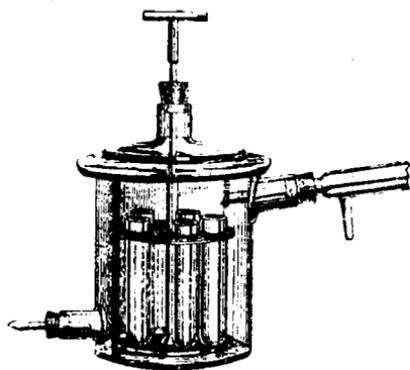


Рис. 181. Аппарат Брюля.

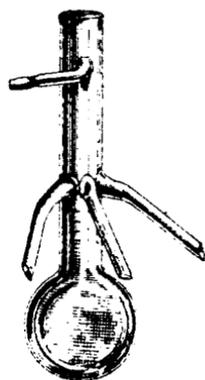


Рис. 182. „Каракатица“ — приемник, употребляющийся при фракционной вакуум-перегонке.

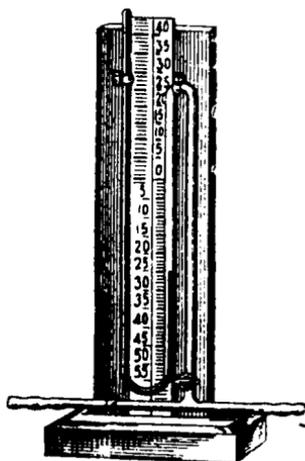


Рис. 183. Манометр.

няя часть холодильника, и нижним, который соединяется с манометром. Внутри цилиндра на специальной площадке со стержнем, выходящим через резиновую пробку в крышке, помещаются несколько приемников в форме пробирок.

Этим стержнем можно поворачивать всю площадку с приемниками, подставляя их поочередно под холодильник.

Резиновая пробка в крышке должна быть густо смазана вазелином.

Каракатица представляет собой или круглодонную колбу, снабженную несколькими отростками, на которых приспособляются на резиновых пробках другие круглодонные колбы или же широкую трубку с несколькими отрост-

ками, на которые также приспособляются колбы. У верхнего конца каракатицы всегда имеется изогнутая трубка, служащая для соединения с насосом. Через эту трубку производится отсасывание воздуха и образование вакуума внутри прибора.

Для измерения разрежения служит прибор, называемый *манометром*. Для вакуум-перегонки служит ртутный манометр (рис. 183), который включается в прибор между приемником и предохранительной склянкой водоструйного насоса. Ртутный мано-

метр представляет собой изогнутую стеклянную трубку, один конец которой запаян, а другой открыт, причем оба колена манометра соединены капилляром. Эта трубка заполняется очищенной ртутью. Открытый конец манометра часто имеет вид тройника. Один конец этого тройника присоединяется к прибору, а другой — через стеклянный кран (рис. 184), (лучше трехходовой) к предохранительной склянке насоса. В тех случаях, когда манометр имеет только один открытый конец, он присоединяется к одному концу обыкновенного стеклянного тройника, остальные концы которого соединяются с прибором и насосом (схема рис. 185) через стеклянный кран. Непременным условием правильной работы ртутного манометра и получения верных результатов является отсутствие в запаянном колене каких бы то ни было следов воздуха или механических загрязнений. Но-

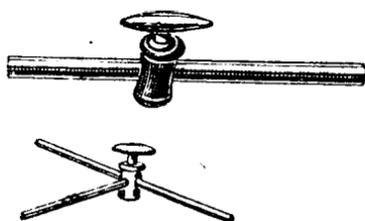


Рис. 184. Краны — двух- и трехходовой.

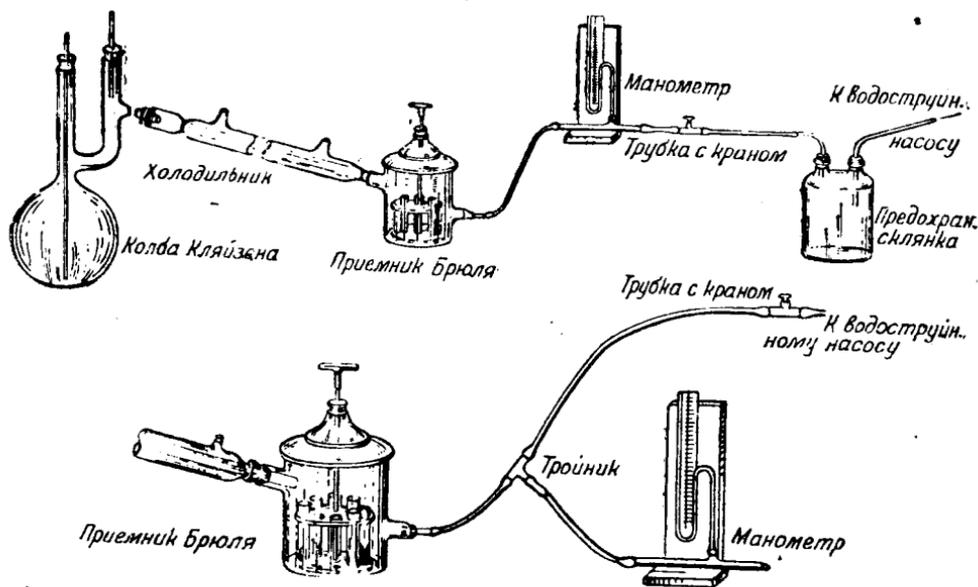


Рис. 185. Схема установок для вакуум-перегонки.

вый манометр нужно внимательно осмотреть. Если в чем будет обнаружен пузырек воздуха, его необходимо удалить, что является очень трудной задачей. Это легче всего сделать таким образом: соединяют манометр с вакуум-насосом (например водоструйным) и кладут первый так, чтобы капилляр был немного выше, чем запаянное колено. Потом начинают откачивать воздух, причем нужно стремиться получить как можно большее разре-

жение. Затем постепенно приводят манометр в нормальное положение, делая это очень медленно и осторожно. Через некоторое время ртуть оторвется от запаянного конца, пузырек же вытолкнется во второе колено и ртуть в обоих коленах соединится. Иногда такую операцию приходится повторять несколько раз, прежде чем удается удалить пузырек.

Очень внимательно нужно осматривать уже работавшие манометры, так как иногда в капилляр или запаянное колено вместе со ртутью пробиваются и пузырьки воздуха, что случается при неосторожной работе, когда, после конца перегонки, в аппарат начинают впускать воздух, открыв кран на полный оборот. Когда в работавшем манометре обнаружится присутствие воздуха, его отделяют от подставки и стремятся удалить воздух по описанному выше способу. Если это не удастся, то следовательно произошло загрязнение внутренних стенок манометра. Тогда нужно вскрыть запаянное колено, хорошо промыть и вычистить манометр и только после этого заполнять ртутью, которую нужно также предварительно очистить самым тщательным образом. Наполнение манометра ртутью является очень трудной операцией и ее лучше поручать специалисту-стеклодуву¹.

Манометр снабжен подвижной шкалой, посередине которой находится нуль, а от него вверх и вниз идут деления. Эта шкала служит для измерения давления в миллиметрах ртутного столба. Нулевое деление ставится на уровне ртути в открытом колене, и число, стоящее против уровня ртути в другом колене (запаянном), показывает имеющееся давление.

Когда весь прибор собран, нужно сделать герметичными все места соединений: пробку с термометром и пробку с капилляром у колбы Кляйзена, место соединения отводной трубки колбы с холодильником, место соединения холодильника с приемником, соединение приемника с трубкой, соединяющей его с манометром, то же у манометра в месте соединения со стеклянным краном, последнее — с предохранительной банкой и пробки предохранительной банки. Замазывать все эти места соединений необходимо потому, что даже при самом внимательном и аккуратном составлении прибора возможно просасывание воздуха в этих местах, а это не даст возможности получить нужное разрежение. Замазывать можно или вазелином или заливать парафином, лаками и т. д. Хорошие результаты дает замазка, состоящая из 70 ч. вазелина и 30 ч. парафина. Оба эти вещества смешиваются при нагревании и после остывания замазка пускается в работу. Кроме того существуют специальные замазки. Например можно рекомендовать сплав воска с канифолью. Эта замазка употребляется только в расплавленном виде. Соотношение между воском и канифолью обычно около 1:1, но может меняться по желанию. Перед заливкой замазку расплавляют в металлической ложке и из нее уже заливают нужные места. Замазка плавится

¹ Более подробные сведения о чистке ртути можно найти в книге К. В. Чмутова „Техника физико-химического исследования“, изд. 1937 г.

около 55° и затвердевает около $45-47^{\circ}$. Можно пользоваться для этой цели и другими замазками (см. стр. 200—202).

Когда перегонка закончена, прежде всего прекращают нагревание. Затем уменьшают струю насоса и закрывают стеклянный кран от него. После этого очень осторожным поворачиванием крана дают воздуху проникнуть внутрь прибора. Сила просасывания воздуха контролируется по манометру, причем ртуть должна медленно переходить из открытого колена в закрытое. Если впустить сразу много воздуха, то ртуть может пробить запаянное колено, и этим манометр выводится из строя. Только через минуту после того, как манометр пришел в свое нормальное положение, кран можно открыть полностью и приступить к разборке аппарата. Прежде всего снимается приемник, затем колба Кляйзена. Из колбы первым делом осторожно вынимается сначала термометр, а затем — капилляр. Нужно заботиться о том, чтобы резиновые пробки к каждой работающей колбе Кляйзена

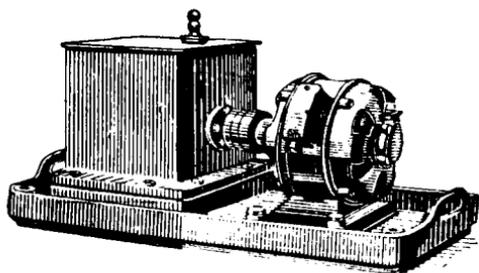


Рис. 186. Вакуум-насос Пфейфера.

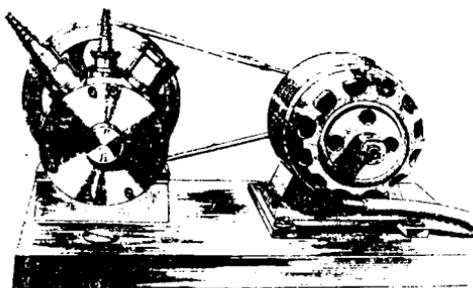


Рис. 187. Вакуум-насос Геде.

сохранялись в одном определенном месте, чтобы не подбирать их каждый раз при подготовке к перегонке. Этим экономится время, сберегается труд и значительно ускоряется работа.

Для достижения вакуума кроме водоструйного насоса иногда применяются специальные вакуум-насосы. Как уже упоминалось, с водоструйным насосом очень трудно получить очень высокий вакуум и редко удается достичь 10 мм или ниже. Поэтому в таких случаях применяют или вакуум-насос Пфейфера (рис. 186) или вакуум-насос Геде (рис. 187). При помощи этих насосов можно получить высокую степень разрежения. Они работают от мотора, занимают мало места и удобны в обращении. Нужно только следить за тем, чтобы в них всегда было масло и время от времени проверять их.

Так как при работе с органическими веществами пары их неизбежно будут поглощаться маслом и загрязнять его, необходимо время от времени масло менять. Частота смены масла зависит от того, как долго работает насос. Если работа производится ежедневно и подолгу, масло меняется часто, приблизительно каждые 15—20 дней. Если же работа производится редко или ежедневно, но не долго, то менять масло можно через

1½—2 месяца работы насоса. Когда обстоятельства позволяют, целесообразно перед насосом поставить поглотительные колонки : активным углем и натронной известью, которые периодически должны меняться по мере отработки. Таким способом масло сохраняется чистым и значительно дольше.

Эти вакуум-насосы могут применяться также и при фильтрации.

При некоторой переделке их можно превратить в нагнетательные насосы, т. е. превратить в электрическую воздуходувку.

Перегонка с водяным паром

Когда имеются две какие-либо несмешивающиеся жидкости, то на основании закона Дальтона при всякой температуре давление паров смеси равно сумме давлений отдельных составляющих ее частей. Выше было указано, что жидкости кипят тогда, когда упругость их паров равна величине внешнего давления. Следовательно, если упругость паров смеси также будет равна внешнему давлению, то смесь закипает. Таким образом эти смеси можно подвергать перегонке при более низкой температуре, чем температура кипения каждой из составляющих жидкостей в отдельности. Например смесь скипидара и водяных паров перегоняется при 96°, в то время как скипидар начинает кипеть со 152°. На этом свойстве и основано применение способа перегонки с водяным паром.

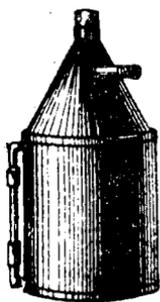


Рис. 188. Парообразователь (паровичок).

Для проведения этой операции собирается аппарат, состоящий из: 1) парообразователя (паровичка), 2) перегонной колбы, 3) холодильника, 4) приемника.

Парообразователем, который называется также и паровичком, служит обычно металлический сосуд указанной на рис. 188 формы. Он имеет водомерную трубку, пароотводную трубку (боковую верхнюю) и горлышко. Паровичок заполняется водой приблизительно на $\frac{2}{3}$ — $\frac{1}{2}$ своего объема. В горлышко вставляется пробка, снабженная стеклянной трубкой, один конец которой опускается почти до дна паровичка, а другой выходит наружу. Наружный конец должен быть минимум 50 см длины. Эта трубка — предохранительная. Если в паровичке разовьется слишком большое давление, вызванное очень сильным нагреванием, вода будет подниматься по этой трубке и может даже выбрасываться. Это служит сигналом опасности и огонь должен быть убавлен. Нагревание производится снизу прямым путем, без сетки. Пароотводная трубка при помощи резиновой трубки соединяется с перегонной колбой (схема рис. 189).

Если в лаборатории нет описанного паровичка, его можно изготовить и самому, используя для этой цели жестяной или из оцинкованного железа бидон указанной на рис. 190 формы.

Его может сделать любой жестянщик. Такой паровичок не будет иметь водомерной трубки. В горлышко его вставляется пробка,

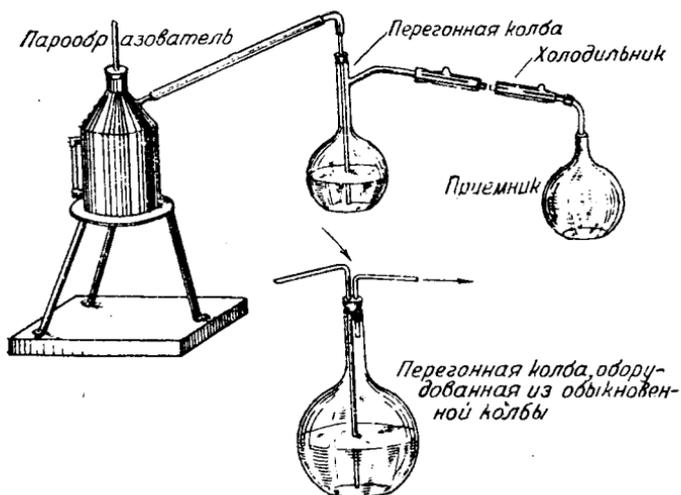


Рис. 189. Схема установки для перегонки с водяным паром.

имеющая два отверстия: одно для предохранительной трубки, другое — для пароотводной.

Если же нельзя достать и такого бидона, то в качестве парообразователя может быть использована и обычная (круглодонная) колба емкостью не менее 1,5—2 л.

Нужно заметить, что пробка во всех случаях должна *привязываться* к горлышку.

В качестве *перегонной* колбы можно применять или колбу Вюрца (соответствующих размеров) или же обычную круглодонную колбу, соответствующим образом оборудованную.

В горлышко колбы Вюрца вставляется хорошо пригнанная пробка, через которую проходит стеклянная трубка. Нижний конец ее доходит почти до дна, а верхний изогнут под прямым углом и служит для соединения с парообразователем.

Если в качестве перегонной колбы взята обычная круглодонная колба, в пробке просверливается два отверстия: одно для трубки, соединенной с паровичком и доходящей почти до дна колбы, другое для пароотводной трубки, изогнутой под острым углом. Пароотводная трубка соединяется с холодильником. Смесь, подлежащая перегонке, наливается в колбу не больше, чем на половину ее объема.

Перед перегонкой она подогревается.

Холодильник — обычный, Либиха. На конец его насаживается

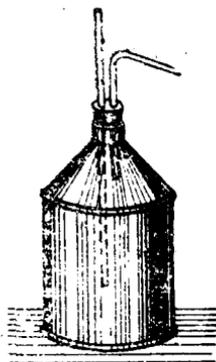


Рис. 190. Паровичок из жестяного бидона.

аллонж (см. стр. 84). Приемником могут служить стакан, колба, мерный цилиндр и т. д.

Вначале паровичок разъединяется от перегонной колбы и нагревается. Когда начинается кипение, паровичок соединяется с перегонной колбой резиновой трубкой. Последняя, как уже указывалось, должна перед перегонкой нагреваться почти до кипения. Это необходимо потому, что в противном случае пары воды, поступающие в перегонную колбу, будут охлаждаться, конденсироваться и скопляться, увеличивая объем жидкости. Если же смесь предварительно нагреть, то перегонка начинается сразу же и объем жидкости почти не изменяется. Это подогревание нужно продолжать во все время перегонки. В приемник будет поступать эмульсия, которая при стоянии расслоится, и нужное вещество (в зависимости от его удельного веса) будет собираться в виде слоя сверху и снизу.



Рис. 191. Змеевик для перегрева пара.

Перегонка заканчивается тогда, когда из холодильника начнет капать чи-

стая вода. В некоторых случаях перегонку нужно производить не простым, а *перегретым* паром. Тогда между паровичком и перегонной колбой ставят так называемые *пароперегреватели* (рис. 191 и 192). Они представляют собой обычно медную, спирально изогнутую трубку, один конец которой соединяется с парообразователем, а другой — с перегонной колбой. Иногда около нижнего конца устраивается тубулус для термометра, который будет указывать температуру пара, поступающего в перегонную колбу.

Нагревание пароперегревателей производится сильным пламенем газовой горелки.

Когда перегонка закончена, разъединяют перегонную колбу от парообразователя и затем тушат горелки. Если этого не сделать, то при охлаждении парообразователя в нем создается вакуум, и жидкость из перегонной колбы может перетянуться в паровичок.

Соединение и разъединение паровичка с перегонной колбой — довольно опасные операции, сопряженные с возможностью ожога, для устранения чего можно рекомендовать следующее: соединять их до перегонки и вставлять между ними тройничок, отличающийся от обычного тем, что перпендикулярная трубка

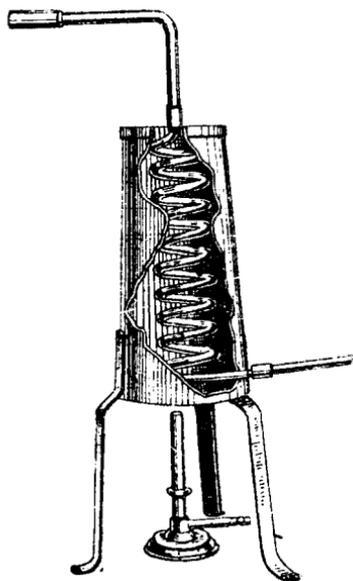


Рис. 192. Змеевик для перегрева пара.

его обрезана и несколько шире остальных концов (рис. 193). К этой широкой трубке подбирается резиновая пробка, которая должна быть очень тщательно подогнана. Через эту пробку проходит железная (или медная) проволока, расклепанная с одного конца или же загнутая под прямым углом. Наружный конец этой проволоки согнут в кольцо, к которому привязана веревочка.

Перед началом перегонки этот тройничок должен быть открыт. Когда пойдет пар, отверстие тройничка плотно закрывается пробкой, которая может быть даже привязана бечевкой к тройнику. После окончания перегонки эта пробка открывается и потом тушатся горелки. Такое устройство позволяет разбирать весь прибор уже после того, как остынет колба и паровичок.

Перегон, состоящий из двух слоев, должен быть разделен¹. Разделение производится при помощи делительной воронки (рис. 194). Перелив в нее перегон, дают постоять ему некоторое время, пока не произойдет расслоение. Затем, открыв пробку, осторожно поворачивают кран и дают стекать нижнему слою жидкости в какой-нибудь сосуд до тех пор, пока верхний слой не дойдет до крана и не заполнит его. Тогда подставляют другой сосуд и выпускают в него верхний слой.

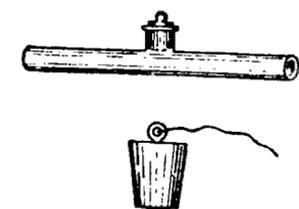


Рис. 193. Предохранительный тройничок и пробка к нему.

Случается, что полного расслоения не происходит и некоторое количество нужного вещества остается в воде в виде тонкой эмульсии. Тогда после отделения главной массы вещества вода вновь наливается в делительную воронку, и остаток вещества *экстрагируется* из воды каким-либо растворителем, например эфиром. После этого отделяют эфирный слой, отгоняют эфир и добавляют полученное вещество к общей массе его.

В некоторых случаях для выделения остатков вещества из раствора помогает высаливание. Для этого в раствор насыпается например поваренная соль, до насыщения. Вещество соберется в виде маслянистой жидкости, которую отделяют, как обычно.



Рис. 194. Делительная воронка для экстрагирования.

10. ЭКСТРАКЦИЯ

Общие понятия

Экстракцией называется метод извлечения из смеси каких-либо жидких или твердых тел одной или нескольких составляющих частей.

¹ Часто бывают случаи, когда в перегоне находится твердое вещество.

В основе этого метода лежит известный закон распределения вещества между двумя несмешивающимися жидкостями, если мы имеем дело с экстракцией вещества, растворенного в данной жидкости, и растворимость того или иного вещества в данном растворителе, если речь идет о твердом теле.

Большинство тел (как жидких, так и твердых) растворяется не в одном каком-либо растворителе, а в нескольких. Особенно это касается органических веществ. Поэтому если данное вещество растворено в каком-либо растворителе и если к этому раствору прибавить другой растворитель, не смешивающийся с первым, то часть вещества перейдет в этот растворитель, и мы будем иметь два слоя несмешивающихся жидкостей, в которых будет содержаться данное вещество. При этом распределение вещества между двумя растворителями будет не произвольным, а вполне точным для каждого отдельного случая¹.

Например уксусная кислота очень хорошо растворяется в воде, но вместе с тем так же хорошо и в бензоле. Бензол в воде практически не растворяется. Поэтому, если к водному раствору уксусной кислоты добавить бензол, то уксусная кислота распределится между водой и бензолом. Повторяя операцию несколько раз, можно извлечь из воды почти всю уксусную кислоту.

Таких примеров можно было бы привести очень много. Этим методом пользуются в технике. Если же взять такой случай, когда растворители смешиваются между собой, вещество же растворяется только в одном из них, то при прибавлении в раствор другого растворителя вещество выпадает.

Например скипидар растворяется в спирте. Если же в спиртовой раствор его добавить воды, то он выпадет в виде тонкой эмульсии. Другой пример: воск растворяется на холоду в хлороформе, но трудно — в холодном спирте. Поэтому если к хлороформенному раствору воска добавить спирт, то (после прибавления определенного количества) воск будет выделяться из раствора в виде хлопьев.

Почти то же можно сказать о растворимости твердых тел. Они растворимы в одних растворителях и нерастворимы в других. Если имеется смесь таких твердых тел и нужно выделить одно из них, то почти всегда можно подобрать такой растворитель, который растворяет только нужное вещество и почти не растворяет других.

На вышеуказанных принципах и основана экстракция.

Проведение операции

О простейшем случае экстрагирования упоминалось в предыдущей главе (извлечение из водного раствора). Самым простым способом является экстрагирование с помощью делительной воронки. Раствор, из которого нужно извлечь какое-либо ве-

¹ Отношение концентраций растворенного вещества в обеих жидких фазах называется коэффициентом распределения. Приблизленно коэффициент распределения соответствует отношению растворимостей данного вещества в каждом из жидких растворителей.

щество, наливается в чисто вымытую делительную воронку до половины ее. Затем наливается другой растворитель¹, не смешивающийся с первым, в количестве около половины взятого раствора. Делительная воронка закрывается пробкой и несколько раз энергично встряхивается, причем при встряхивании нужно *одной рукой придерживать пробку, а другой кран*. После этого делительную воронку укрепляют на штативе и дают постоять в течение некоторого времени, пока не произойдет полного расслоения и пока не будет резкой границы между обоими растворителями. Убедившись, что расслоение произошло, открывают вначале пробку, а затем осторожно поворачивают кран, давая медленно стекать нижнему слою в заранее подставленный приемник.

Когда верхний слой будет близок к крану, последний слегка поворачивают, еще более уменьшая скорость истечения жидкости. Дав верхнему слою заполнить отверстие крана, его закрывают совсем. После этого освобождают узкую часть воронки от остатка жидкости, используя для этого капиллярную трубку, согнутую под острым углом. Эту трубку одним из концов вставляют в сточную часть воронки и, если нужно, слегка вдвывают через нее воздух.

Для более полного извлечения иногда операцию экстрагирования повторяют несколько раз.

Затем растворитель отгоняется, и в перегонной колбе остается выделенное нужное вещество, которое переливается (если оно является жидкостью) в заранее заготовленный сосуд.

Для экстрагирования из водных растворов обычно применяют: эфир (серный), петролейный эфир, бензин, бензол и тому подобные вещества.

Делительной воронкой можно пользоваться только тогда, когда нужное вещество жидкое или в растворе.

Если же оно находится в твердом теле, как составная часть его, то экстрагирование производится несколько по-иному. В этом случае применяют так называемый *аппарат Сокслета* (рис. 195). Он состоит из трех частей: 1) колбы, 2) экстрактора, 3) холодильника. Все части аппарата соединяются при помощи шлифов, реже — на резиновых пробках. Каждый аппарат обязательно снабжается запасной колбой.

Самой главной частью всего аппарата является *экстрактор* (рис. 196). Верхняя (широкая) часть его соединяется с колбой двумя трубками: 1) одной более широкой, через которую пары жидкости поступают в экстрактор, и 2) изогнутой коленчатой трубкой, служащей для стока сконденсированной жидкости (Сифон).

Холодильник — шариковый или другой.

¹ Обычно подбирается такой растворитель,² в котором растворимость данного вещества была бы выше, нежели в растворителе, входящем в данный раствор. Кроме того, если растворенное вещество сравнительно мало летуче, то после экстрагирования вещество выделяют путем отгонки введенного растворителя. Поэтому при подборе растворителя для извлечения необходимо чтобы его точка кипения была невысока.

Принцип, на котором основано устройство аппарата Сокслета, очень простой. Пары какой-либо жидкости, поступая через боковую трубку в экстрактор, сгущаются в холодильнике, и образовавшаяся жидкость капает в широкую часть экстрактора, где помещается вещество, из которого нужно что-либо экстрагировать. Количество жидкости увеличивается, и, когда уровень ее сравняется с уровнем колена отводной трубки, жидкость по последней снова стекает в колбу. Таким образом происходит постепенное извлечение и в колбе накапливается все больше и больше нужного вещества, причем количество жидкости практически не изменяется.

Таким образом, не расходуя много

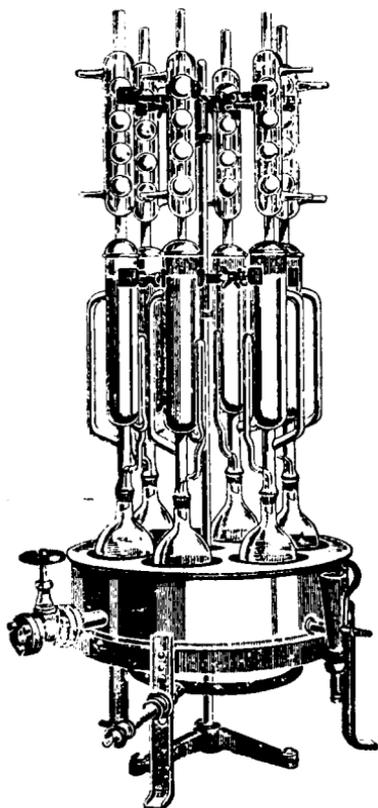


Рис. 195. Группа аппаратов Сокслета для экстрагирования.

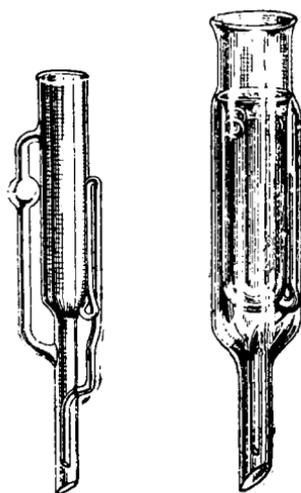


Рис. 196. Экстракторы от аппарата Сокслета.

растворителя, можно извлечь неограниченное количество нужного вещества, так как экстрагируемое тело все время обрабатывается чистым растворителем.

Аппараты Сокслета устанавливаются обычно по несколько штук в специальной водяной или иной бане с определенным числом гнезд для колб. Однако этот же аппарат можно установить и в одном экземпляре на обычной бане, укрепив экстрактор и холодильник на одном штативе. Работа с аппаратом Сокслета очень несложна и требует только осторожного обращения с экстрактором при сборке и разборке аппарата.

Прежде всего основательно моются колба и экстрактор. После высушивания они составляются, затем в экстрактор закладывается вещество, из которого нужно извлечь какую-нибудь

составную часть. Это вещество не просто закладывается или засыпается в экстрактор, а должно быть завернуто в чистую фильтровальную бумагу. При этом пакет свертывается так, чтобы получился патрон. Его можно перевязать чистой ниткой. В качестве патрона, в который можно закладывать завернутое в фильтровальную бумагу вещество, можно применять специальные патроны из особо приготовленной целлюлозы (фирмы Шлейхер и Шюль). Когда патрон заложен, в экстрактор наливают растворитель до тех пор, пока он не стечет через отводную трубку в колбу. Затем добавляют еще половину того количества, которое было уже налито, вставляют холодильник, проверяют, насколько хорошо соединены части аппарата и насколько прочно они прикреплены к штативу, и только после этого начинают нагревание.

Одновременно с этим проверяют, открыт ли холодильник, т. е. идет ли через него вода. Если извлекаемое вещество окрашено, то и раствор его будет окрашен и конец операции экстрагирования наступит тогда, когда жидкость в экстракторе станет бесцветной. Тогда дают стечь жидкости еще 2—3 раза и кончают операцию. Обогрев бани прекращают и аппаратуре дают остыть.

Если же экстрагируемое вещество бесцветно, то приходится обращать внимание на продолжительность операции, ведя ее достаточно долгое время и учитывая растворимость экстрагируемого вещества в растворителе.

Разборку аппарата нужно начинать с холодильника. Прежде всего закрывают воду, затем осторожно снимают холодильник. После него также осторожно, чтобы не поломать боковых трубок, отнимают экстрактор и дают стечь из него остаткам жидкости в колбу, для чего нужно экстрактор наклонить так, чтобы жидкость переходила в отводную трубку.

После всего снимается колба. Содержимое колбы (экстракт) переливается в другую, заранее приготовленный сосуд, колба 2—3 споласкивается чистым растворителем, и ополоски сливаются с экстрактом.

Чтобы выделить нужное вещество, следует отогнать растворитель; эту операцию проводят обычным путем, т. е. составляется прибор, состоящий из колбы Вюрца, холодильника и приемника. Колба Вюрца нагревается на водяной или другой бане, отгоняющийся растворитель собирается в приемник и может быть использован снова. Когда растворитель отогнан, нужное вещество переводят из колбы Вюрца в заранее приготовленный сосуд.

Экстрагирование нужно производить только чистым растворителем, никогда нельзя брать технического продукта, так как в этом случае нужное вещество неизбежно загрязнится.

При экстрагировании петролевым эфиром или бензином следует брать продукт, кипящий при какой-нибудь определенной, известной температуре или же в известных пределах ее. Например петролевым эфиром имеется с точками кипения в пре-

делах: 30—50°, 50—70°, 40—60°, 60—80° или даже несколько меньше.

Это правило — всегда брать только чистые и вполне определенные растворители — чрезвычайно существенно и важно и забывать его нельзя.

Аппарат Сокслета усовершенствовался не один раз. Одной из удачных новых форм его является предложенная Биннингтоном (рис. 197). Как видно из рис. 197, новая форма имеет удлиненный экстрактор, причем он соединен не с обычным холодильником, а в среднюю открытую часть его вставлен холодильник особой формы.

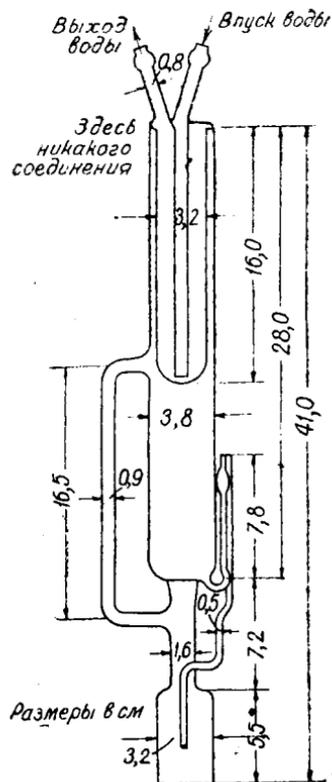


Рис. 197. Аппарат Сокслета, видоизмененный Биннингтоном.

Трубки для ввода и выхода воды из холодильника сделаны почти вертикальными, что представляет большое удобство при сборке батареи экстракторов. Холодильник может быть подвешен на звонковой проволоке или веревке и при разборке аппарата легко поднимается вверх. То же самое может быть проделано и при складывании патрона или образца, подлежащего экстракции, или же для введения растворителя. Удобство такого экстракционного аппарата состоит не только в легкости сборки и разборки его. Конструкция холодильника здесь имеет особенное значение, так как она предотвращает потерю растворителя в результате испарения, что неизбежно происходит при открытых шариковых холодильниках, обычно применяемых в аппаратах Сокслета. Кроме того охлаждение паров растворителя происходит более интенсивно, так как поверхность охлаждения велика и образована не только внутренней стенкой, охлаждаемой водой, но и наружной, охлаждаемой наружным воздухом.

Этот экстрактор вставляется в обычную колбу от аппарата Сокслета. По утверждениям автора прибора в таком измененном аппарате экстракция производилась по 3—4 дня без всякого наблюдения и без добавки растворителя, несмотря на то, что в качестве последнего применялся огнеопасный и легко летучий сероуглерод. С обычным аппаратом Сокслета такого результата получить, конечно, нельзя.

Кроме аппарата Сокслета для экстракции применяется еще целый ряд специальных приборов, из которых следует познакомиться с некоторыми наиболее интересными.

На рис. 198 изображен экстрактор для *экстрагирования жидкостей* посредством тяжелых растворителей, который можно приспособить к обычному аппарату Сокслета, соединив его с колбой и с холодильником. Особенностью его устройства является то, что через боковую стенку проходит впаянная в стекло трубка, через которую пропускается воздух, а в случае легко окисляющихся веществ — инертный газ (обычно азот). На конце трубка изогнута и соединена с фильтрующей пластинкой для более равномерного распределения вдуваемого газа, производящего перемешивание жидкостей.

Сифонная трубка, в отличие от аппарата Сокслета, в самой верхней точке имеет отверстие, или небольшой отросток, или же иногда — трехходовой кран.

Для проведения экстракции в экстрактор наливают столько жидкого растворителя, чтобы он покрывал пластинку. Поверх же растворителя наливают водный раствор, подлежащий экстракции, до уровня сифона. После этого нагревают колбу с чистым растворителем и, когда из холодильника начнет вытекать конденсирующаяся жидкость, пускают газ, который и производит перемешивание. По окончании экстракции ток газа останавливают и закрывают открытый конец сифона или пальцем или поворотом трехходового крана до отделения нижнего тяжелого слоя. После этого дают осторожно стечь тяжелому растворителю по сифону (отверстие закрыто) и, когда растворителя в экстракторе останется снова столько же, сколько было налито в первый раз, ток сифона прерывают, отнимая палец или соответствующим образом поворачивая трехходовой кран.

При работе с этим аппаратом требуется известная *осторожность со спуском растворителя*, так как при невнимательности можно выпустить в колбу не только тяжелый растворитель, но и экстрагируемую жидкость.

Нужно также соблюдать предосторожность при пропуске газа, не давая очень сильной струи, но регулируя ее так, чтобы шло перемешивание без бурления.

Из других систем экстракционных аппаратов следует остановиться на микромодели по Лакерту для экстрагирования жидкостями легкими растворителями (рис. 199). Аппарат состоит из колбы с растворителем *a*, с чашечкой *b* у горла, отводной трубки *c*, экстрактора *d* с находящейся внутри него вороночкой *g* и также с чашечкой *e* у места соединения экстрактора с холодильником *f*. В чашечки *b* и *e* для плотности наливается ртуть или какая-либо другая жидкость, которая не позволяла бы прорываться парам растворителя. Подлежащая экстрагированию жидкость наливается в экстрактор *d* так, чтобы жидкость за-



Рис. 198. Экстрактор для экстрагирования жидкостей посредством тяжелых растворителей.

полняла около половины расстояния от дна до трубки *c* (на рисунке уровень указан чертой). Растворитель, конденсируясь в холодильнике, будет проходить через вороночку *g* и слой экстрагируемой жидкости, собираясь поверх нее. Когда уровень растворителя дойдет до трубки *c*, жидкость начнет понемногу стекать в колбу *a*.

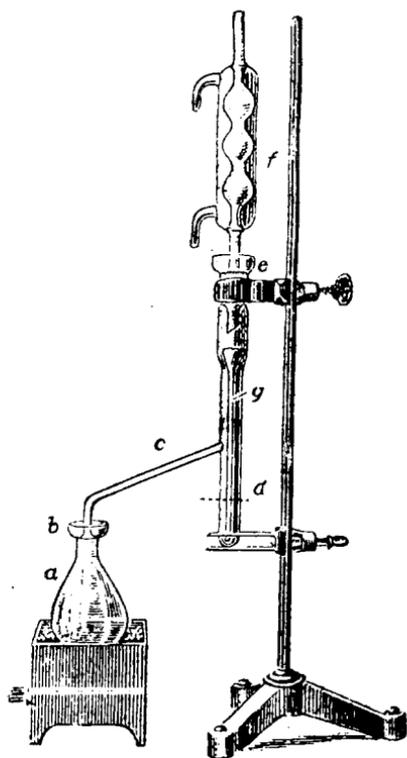


Рис. 199. Микроэкстрактор по Лакерту для экстрагирования жидкостей.

При помощи этого аппарата можно проводить экстракцию очень небольшого количества жидкости, что бывает необходимо при некоторых анализах органических веществ, например растительного происхождения (водяные вытяжки), и при многих микроопределениях.

11. ВЫПАРИВАНИЕ И КРИСТАЛЛИЗАЦИЯ

Общие понятия о выпаривании

Если мы имеем раствор какой-либо соли, например водный раствор поваренной соли, отфильтрованный от загрязнений, и нам нужно получить поваренную соль в чистом виде, то для выделения ее из раствора нужно удалить воду.

Всякая жидкость уже при обычной температуре всегда испаряется. Чем выше температура жидкости, тем скорее происходит испарение.

Скорость испарения жидкости зависит также от *поверхности*, которую занимает жидкость. Чем она больше (так называемое „зеркало“), тем скорее происходит испарение. Если например некоторое количество жидкости налить в стакан и такое же количество ее разлить на большом куске оконного стекла, то в последнем случае жидкость испарится несравненно скорее, чем в первом.

Проведение операции

Для выпаривания употребляются фарфоровые, стеклянные или эмалированные чашки разных диаметров (рис. 200, 201) в зависимости от количества имеющегося раствора.

Для проведения операции необходимо налить раствор в фарфоровую или другую чашку, так чтобы до краев ее оставалось не менее 2—3 см, если чашка большая, если же она небольших размеров, то жидкость должна занимать не больше $\frac{2}{3}$ высоты чашки (рис. 202).

Для выпаривания очень малых количеств раствора при аналитических работах употребляются тигли фарфоровые, платиновые и др.

Нагревание раствора в зависимости от температуры кипения его производится при помощи водяной или другой бани или же на голом огне.

Нагревание голым огнем хотя и допускается для выпаривания жидкостей с высокой температурой кипения (например



Рис. 200. Фарфоровые выпарительные чашки.

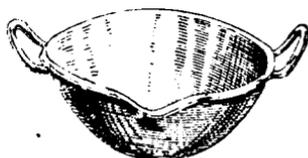


Рис. 201. Эмалированная выпарительная чашка.

серной кислоты), но к нему следует прибегать только в исключительных случаях и по возможности избегать его.

Нужно иметь в виду особую осторожность при выпаривании *горючих* растворителей, как эфир, спирт, ацетон, бензин, бензол и др. Эфир и другие огнеопасные органические растворители с температурой кипения до 60—70° следует выпаривать *без огня*, нагревая воду до кипения где-либо отдельно, т. е. следует придерживаться таких же правил, как и при перегонке.

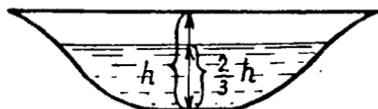


Рис. 202. Правильно налитая в выпарительную чашку жидкость для выпаривания.

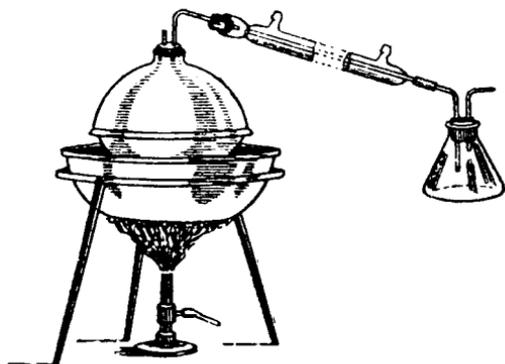


Рис. 203. Схема выпарного прибора для легучих растворителей.

При выпаривании мало заботятся об улавливании паров даже органических растворителей. Только в тех случаях, когда приходится упаривать большие количества органических растворителей, следует их улавливать. Для улавливания паров может быть рекомендовано следующее приспособление (рис. 203).

Чашку для выпаривания следует брать без носика. На чашке укрепляется колпак, сделанный из верхней части какой-либо бутылки или колбы таких размеров, чтобы чашка плотно входила в нее. В горлышко вставляется пробка, в которую вделаны 2 трубки: одна — для притока воздуха, изогнутая так, как показано на рисунке, другая — для соединения с холодильником.

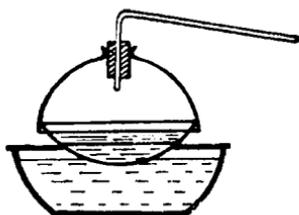


Рис. 201. Схема выпарителя.

В конце холодильника находится приемная колба (например Эрленмейера), соединенная с вакуум-насосом. Протягивание воздуха или другого газа будет способствовать более быстрому испарению растворителя. Если же чашка имеет носик, то колпак приделывается так, чтобы края чашки и колпака совпадали по возможности плотнее, а носик оставался свободным. Тогда в горлышке колпака трубки для притока воздуха делать не нужно, так как он будет поступать через носик.

Более удобно однако сделать асбестовый или деревянный круг, который следует класть на края чашки, и уже на него ставить колпак (рис. 204).

При этом асбестовый круг должен быть предварительно обмазан раствором жидкого стекла, чтобы предотвратить попадание волокон асбеста в чашку.

При аналитических работах, когда нужно заботиться о том, чтобы в выпарную чашку не попали загрязнения из воздуха, над чашкой укрепляется специальная *предохранительная воронка* (рис. 205). Пары жидкости попадают в воронку, и часть их выходит через ее хвост, часть же конденсируется (сжижается) на стенках, и образующаяся жидкость стекает в желобок, а из него по резиновой трубке в специально поставленный для конденсатора приемник (стакан или колбу).

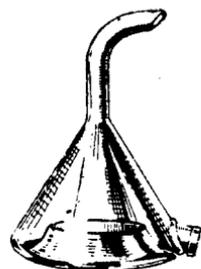


Рис. 205. Воронка для улавливания паров жидкости.

Нередки случаи, когда при выпаривании вещество „лезет“ на стенки чашки и может даже выходить за края ее. Это происходит особенно часто при неравномерном обогревании раствора, когда верхняя часть чашки почти не нагревается. Поэтому рекомендуется погружать чашку в баню настолько, чтобы все налитое количество раствора приходилось на уровне жидкости в бане и по возможности не превышало его.

Тредвелл при аналитических работах рекомендует для устранения этого „вылезания“, а также и толчков, производить обогрев главным образом верхней части тигля или чашки, применяя для этих целей спираль, верхние кольца которой приходятся на уровне жидкости или чуть пониже его. Обогрев в этом случае производится паром.

В очень редких случаях выпаривание производится под уменьшенным давлением. Это делается тогда, когда нагревание до относительно высокой температуры может привести к разложению вещества. Для этой цели применяется особый аппарат, обращение с которым и сборка его одинаковы с установкой для вакуум-перегонки (рис. 206).

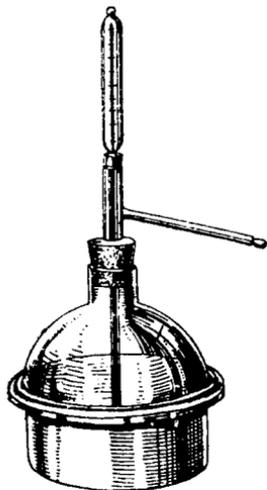


Рис. 206. Аппарат для выпаривания под вакуумом.

Для облегчения кипения при выпаривании объемистых осадков и нагревания аморфных масс или кашицы из мелких кристаллов для получения более крупных Шифф рекомендует применять приспособление, изображенное на рис. 207. Это приспособление состоит из широкой воронки, имеющей ножки вышиной до 5 мм и надетой на воронку насадки цилиндрической формы, имеющей 4—5 отверстий. Эта воронка ставится на дно стакана или выпарной чашки, по возможности покрывая почти все дно. При нагревании сосуда пузырьки пара и воздуха поднимаются вверх по воронке и своим током увлекают через отверстия насадки частицы осадка. Циркулирующее



Рис. 207. Приспособление Шиффа.

движение осадка вверх и вниз по воронке препятствует образованию толчков и разбрызгиванию жидкости.

Такие приспособления сейчас широко применяются в зарубежных лабораториях и (по отзывам) дают большие удобства при работе.

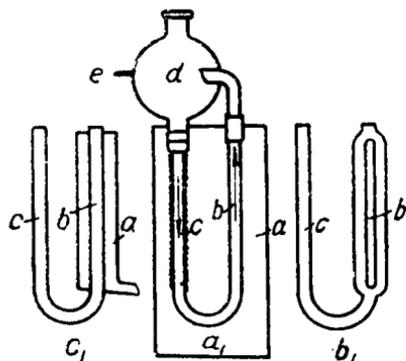


Рис. 208. Прибор О. Панкрата для выпаривания.

Из других приборов для выпаривания интересным является прибор, предложенный О. Панкратом (рис. 208), преимуществом которого является то, что при работе с ним устраняется опасность перегрева жидкости, а также и вспенивание ее. Аппарат состоит из V-образной трубки *bc* (рис. 208), помещаемой в водяную или какую-либо другую баню. Концы трубки соединены с пароотделителем *d*, снабженным патрубком *e* для отвода паров в холодильник (нисходящий) или в воздух. Жидкость непрерывно испаряется из колена *b*.

Благодаря непрерывному движению жидкости кипение происходит лишь на поверхности последней, чем устраняется вспенивание.

Чтобы избежать обратного тока жидкости, можно нагревать одну лишь часть b (рис. 208, c_1), или же обернуть колено c изолирующим материалом (рис. 208, a_1), или же сконструировать колено b из двух трубок (рис. 208, b_1), увеличив этим поверхность. Чем длиннее трубка и чем глубже она помещена в баню, тем интенсивнее идет выпаривание.

Заполнение аппарата раствором, подлежащим выпариванию, производится через патрубок e , для чего в d нужно создать небольшой вакуум.

Аппарат может применяться для работы как под обыкновенным давлением, так и под уменьшенным.

Небольшие модели такого аппарата очень удобны при всякого рода микроопределениях, так как после отгонки растворителя оставшееся в bc вещество может быть взвешено вместе с прибором. Определив заранее вес прибора, по разности можно определить вес вещества.

Кроме описанных способов выпаривания эту операцию иногда проводят в сушильном шкафу. Для этого выпарную чашку со взятым раствором (обычно в небольшом количестве) помещают в сушильный шкаф, в котором и поддерживают нужную температуру.

Понятие о кристаллизации и проведение ее

При выпаривании растворов солей последние выделяются из раствора в виде кристаллов. То же самое происходит, если насыщенный при данной температуре раствор охладить. Если взятый раствор состоит из нескольких солей, то при охлаждении или выпаривании его *соли выпадают постепенно* и таким образом их можно разделить.

В лаборатории довольно часто приходится очищать кристаллические вещества *перекристаллизацией*. Для этой цели вещество растворяют в каком-либо растворителе, нагревом до кипения, и отфильтровывают полученный раствор через воронку для горячего фильтрования (см. выше), причем приемником может служить кристаллизатор, фарфоровая чашка, колба Эрленмейера или стакан. Приемник обязательно должен *охлаждаться* (холодной водой, снегом или льдом). Из насыщенного при высокой температуре раствора при охлаждении сразу выделяется соль в виде мелких кристаллов. Постоянно помешивая, дожидаются того момента, когда температура сравняется по всей массе. Тогда выпавшее вещество отделяют путем фильтрования с отсосом (воронка Бюхнера), маточный раствор упаривают до половины и снова выделяют новую порцию соли охлаждением, как это было описано выше.

Отфильтрованная соль высыпается на фильтровальную бумагу, равномерно распределяется по ней, сверху закрывается другим листом фильтровальной бумаги и сушится в воздухе. В некоторых случаях сушку можно производить и в эксикаторе, но это делается только тогда, когда вещество *не теряет кри-*

сталлизиционной воды (если перекристаллизация велась из воды). Если выделенное вещество расплывается на воздухе, то сушить его так, как указано выше, нельзя. Подобные вещества быстро отжимаются на пористой глиняной тарелке (рис. 209), и затем перекадываются в стеклянную банку с притертой пробкой.

Когда перекристаллизацию ведут не из воды, а из какого-нибудь органического растворителя, например спирта или бензола, то необходимо принимать меры к тому, чтобы при нагревании и фильтровании раствора не произошло пожара.

Растворение в горячем органическом растворителе нужно производить следующим образом: берется колба соответствующего размера, к ней подбирается простая пробка, в которую потом вставляется стеклянная трубка длиной не менее 75 см. Эта трубка служит холодильником. В колбу насыпается вещество, подлежащее очистке, а затем наливается растворитель. Закрыв колбу пробкой, нагревают все приспособление на водяной или другой бане (в зависимости от точки кипения растворителя) при *потушенной* горелке до тех пор, пока все вещество перейдет в раствор. После этого нагревание продолжается еще в течение нескольких минут, а затем раствор фильтруется через воронку для горячего фильтрования (*горелка потушена*) в кристаллизатор или стакан, охлажденный снаружи. Когда раствор охладится и кристаллы выпадут, их отфильтровывают по вышеуказанному или отжимают и сушат.

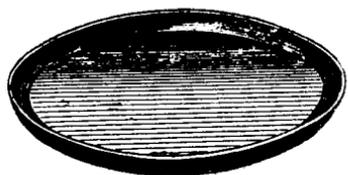


Рис. 209. Пористая глиняная тарелка.

Для большинства целей очень важно, чтобы кристаллы получались мелкими. Величина отдельных кристаллов, выделяющихся при перекристаллизации, зависит от скорости охлаждения раствора. Если отфильтрованный раствор охлаждать медленно, то образующиеся кристаллы будут постепенно расти. Если же, наоборот, охлаждать быстро, образуются очень мелкие кристаллы. Поэтому кристаллизатор (или другой приемник) помещают в холодную воду, снег или лед. Если при быстром охлаждении кристаллы все же не выделяются, образование их можно вызвать, если потереть стеклянной палочкой о стенку сосуда или же внести самое незначительное количество чистого вещества в раствор. В последнем случае бывает достаточно кристаллика величиной с пылинку.

Необходимость получения мелких кристаллов вызывается тем, что в таком виде вещество получается чище, так как крупные кристаллы всегда имеют включения некоторого количества маточного раствора.

Для более тщательной очистки в целях получения очень чистого вещества перекристаллизацию приходится производить несколько раз. Следует только заметить, что с каждой новой перекристаллизацией количество вещества будет уменьшаться,

так как потери при этой операции неизбежны, как бы тщательно ни велась перекристаллизация.

Когда перекристаллизация ведется из какого-либо органического растворителя, то упаривание раствора нужно вести не просто нагреванием на водяной бане на открытом воздухе, а таким образом, чтобы не терять растворитель. Для этого собирают обыкновенный аппарат для дистилляции, т. е. колбу, холодильник и приемник, отгоняют часть растворителя, а остаток обрабатывают, как обычно, т. е. фильтруют горячим и фильтрат охлаждают.

Маточные растворы, остающиеся после перекристаллизации, всегда следует собирать и, когда их накопится достаточное количество, отгонять растворитель.

Нужно еще заметить, что после фильтрования горячего раствора фильтр следует промыть небольшим количеством чистого, нагретого растворителя. Таким образом удастся уменьшить потери нужного вещества.

Охлаждение растворов

Для охлаждения некоторых растворов в лаборатории приходится готовить „охлаждающие смеси“.

Имеется не мало различных рецептов изготовления таких смесей. Наиболее распространенными и легко доступными являются следующие охлаждающие смеси.

1. Смешивают 3 вес. ч. снега или толченого льда с 1 ч. поваренной соли (NaCl). Эта охлаждающая смесь может дать температуру -21° . Когда нужна более высокая температура, то можно изменять соотношения соли и льда или сосуд с раствором окружить льдом или снегом, которые просто посыпать солью.

2. Смешивают 1,5 ч. хлористого кальция ($\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) и 1 ч. снега. Эта смесь может снизить температуру до -55° .

3. Концентрированная серная кислота и снег.

4. Твердая углекислота (сухой лед) в смеси с эфиром ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$) имеет температуру -78° . Вместо эфира можно применять ацетон¹ или даже денатурат.

5. Смешивают 1 ч. азотнокислого аммония с 1 ч. снега. Достижимое охлаждение до -20° .

12. СУШКА

Сушку можно определить как операцию, имеющую назначением получить обезвоженное вещество. О высушивании жидкости было уже сказано выше.

Сушка твердых тел может производиться различно:

1) на открытом воздухе при обычной температуре;

¹ Различные холодильные смеси приведены в „Chemiker Kalender“, в. III, а также см. Справочник физ.-хим. техн. величин, т. I, стр. 74 и 76.

- 2) при высокой или низкой температуре и обычном атмосферном давлении;
 - 3) при низкой температуре под уменьшенным давлением;
 - 4) при действии водопоглощающих веществ;
 - 5) в атмосфере инертного газа.
- Разберем каждый случай в отдельности.

Сушка на открытом воздухе при обычной температуре

Многие вещества (как неорганические, так и органические) могут сушиться на открытом воздухе. Возможность такой сушки для тел не гигроскопических, т. е. не поглощающих влагу из воздуха, обуславливается тем, что содержащаяся в них влага или какая-нибудь летучая жидкость постепенно испаряется. Испарение будет происходить до тех пор, пока между влагой воздуха и влагой, содержащейся в твердом теле, не наступит известное равновесие. Например после перекристаллизации из воды хлористого бария он будет содержать в себе еще много воды даже после отсасывания.

Чтобы получить сухой хлористый барий, его сушат просто на воздухе до постоянного веса. Для этого отжатый хлористый барий высыпается на чистый лист фильтровальной бумаги и распределяется на нем слоем толщиной не больше 3—5 см. Уминать соль в этом случае нельзя: чем рыхлее она будет разложена, тем скорее и лучше пройдет сушка. Когда соль будет распределена на бумаге, ее сверху накрывают другим листом фильтровальной бумаги. Это необходимо для того, чтобы защитить соль от пыли. В таком положении соль оставляется на 12 час. Через этот промежуток времени соль уже значительно подсохнет. Чтобы получить совершенно сухую соль, ее следует через 12 час. перемешать чистым шпателем, заботясь о том, чтобы нижние (более влажные) слои попали наверх, а также чтобы масса была рыхлой. Оставив стоять ее еще на 12 час., мы получим уже сухую соль. Тогда нужно сложить ее шпателем в банку и закрыть. Если при стоянии в плотно закрытой банке на стенках ее появляются капли воды, это значит, что соль была высушена недостаточно и ее следует вновь подсушить.

Сушка на воздухе — операция довольно продолжительная, и к ней прибегают только тогда, когда желают получить вещество рыхлым, сыпучим, без комков или когда вещество разлагается при нагревании и, только тогда, когда оно не гигроскопично, т. е. не поглощает влаги из окружающего воздуха.

Сушка при подогреве и обычном атмосферном давлении

Так как сушка на воздухе — операция длительная и не всегда приводит к нужному результату, в лаборатории большим пространством пользуется сушка при подогреве и обычном атмосферном давлении. В этом случае пользуются специальным прибором — *сушильным шкафом*.

Лабораторные сушильные шкафы для высушивания при обычном атмосферном давлении имеются нескольких типов:

1. Медные или асбестовые сушильные шкафы с газовым или другим обогревом.

2. Медные сушильные шкафы с водяной рубашкой и газовым обогревом.

3. Электрические сушильные шкафы.

Медные или асбестовые сушильные шкафы с газовым обогревом обычно представляют собой коробку с боковой дверцей (рис. 210). Внутри находится медная полка с вырезанными в ней круглыми отверстиями диаметром приблизительно в 1 см. Наверху имеются 2 отверстия, одно из них для термометра. Сушильный шкаф вешают на стену около стола или же ставят на железную подставку в виде столика. Подогрев шкафа производится снизу газовой или спиртовой горелкой.

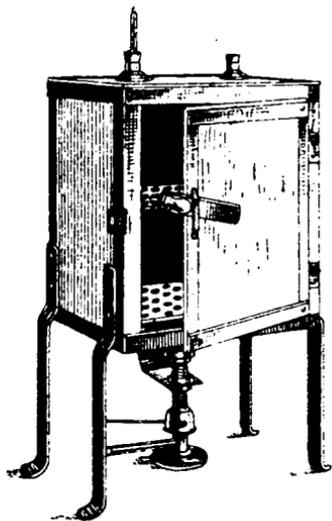


Рис. 210. Обыкновенный сушильный шкаф.

Так как температура сушки может быть разной, то для установления в шкафу постоянной температуры обогрев регулируется величиной пламени. Неудобство такого шкафа заключается в том, что точно регулировать температуру сушки в нем трудно. Всегда нужно ожидать перегрева, и потому при работе с таким шкафом за ним необходим постоянный контроль.

Вещество, подлежащее сушке, кладется на полку шкафа в выпарительной чашке или на бумаге. Если сушка преследует цель удалить воду и вещество не боится нагрева, т. е. не распадается или не изменяется при нагревании до $100-105^{\circ}$, то сушку ведут именно при этой температуре. **Однако следует не сразу доводить температуру до этого предела, а повышать ее постепенно.** Это необходимо потому, что, если температуру поднять сразу до 105° , верхний слой вещества уплотнится и образовавшаяся корочка будет препятствовать равномерной сушке, что наблюдается, если вещество поместить в шкаф, уже нагретый до 105° .

Продолжительность сушки зависит: 1) от количества вещества, 2) от толщины слоя его, 3) от температуры, 4) от правильности проведения сушки.

Чем меньше вещества и чем тоньше слой его, тем скорее идет сушка. Выгоднее большую партию разбить на ряд мелких, чем закладывать сразу большое количество толстым слоем.

Чем равномернее поднимается температура, тем правильнее и скорее пройдет сушка.

Никогда не следует поднимать температуру слишком быстро и высоко. Все время надо заботиться о том, чтобы сушильный шкаф не перегревался. Эта необходимость постоянного наблюдения за шкафом с газовым обогревом и представляет его неудобство, так как отнимает слишком много времени. Кроме



Рис. 211. Сушильный шкаф с водяной рубашкой.

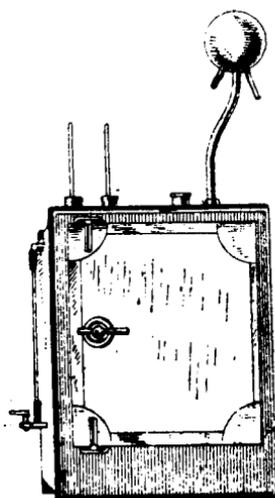


Рис. 212. Сушильный шкаф с водяной рубашкой.

того, в случае перегрева такого шкафа, можно испортить высушиваемое вещество.

Значительно удобнее сушильные шкафы с двойной стенкой, или рубашкой. В промежуток между стенками через специальные отверстия в одном из верхних углов шкафа наливается вода.

Для наблюдения за количеством воды эти шкафы снабжаются водомерными трубками (рис. 211 и 212). Преимущество таких шкафов заключается в том, что они могут давать *постоянную* температуру сушки, не превышающую 100° . Эта температура достигается при кипении воды, находящейся в промежутке между стенками. Регулируя пламя горелки, можно получить довольно постоянную температуру ниже 100° . При работе с таким шкафом нужно только заботиться о том, чтобы в рубашке шкафа постоянно была вода.

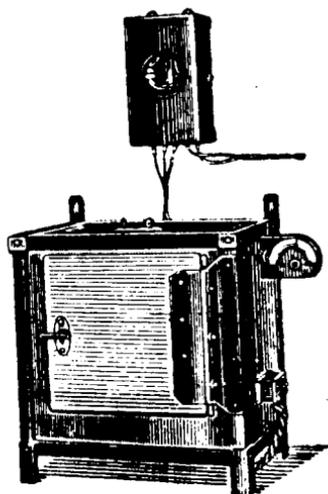


Рис. 213. Сушильный шкаф с электрическим обогревом.

Рубашка заполняется водой не вся, а приблизительно так, чтобы в случае закипания не было переброса воды из отверстия, через которое она наливается.

Значительно большие удобства во всех отношениях имеют электрические сушильные шкафы (рис. 213). Главное их преимущество состоит в том, что они обеспечивают полную автоматичность регулировки обогрева, позволяя вести его очень точно при нужной температуре, и допускают сушку при самых разнообразных температурах, обычно от 50 до 220°, что трудно достижимо или почти недостижимо при употреблении описанных выше простых сушильных шкафов.

В тех случаях, когда приходится сушить вещества, не выдерживающие продолжительного нагрева и требующие быстрой сушки при невысокой температуре и обычном атмосферном давлении применяются специальные электрические сушильные

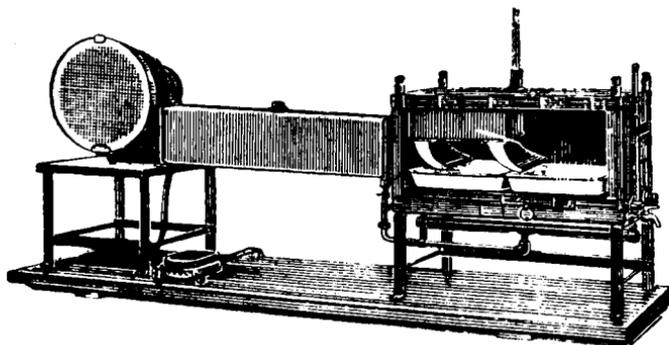


Рис. 214. Аппарат для быстрой сушки.

шкафы (рис. 214). Часто они снабжены вентилятором, способствующим удалению паров жидкости из шкафа. Обогрев производится электричеством. Подогретый воздух протекает над высушиваемым веществом, захватывая пары жидкости, и уносится вентилятором.

Таким путем осуществляется быстрая, вполне безопасная и надежная сушка. К сожалению, подобные сушильные шкафы встречаются очень редко.

Сушка при низкой температуре и уменьшенном давлении (вакуум-сушка)

Для высушивания веществ, легко распадающихся при нагревании при обычном атмосферном давлении, применяют способ высушивания при разрежении, но зато при уменьшенной температуре. В эвакуированном сосуде, т. е. в отсутствии посторонних газов, скорость испарения жидкого вещества значительно выше, нежели это имело бы место в присутствии воздуха, что и обуславливает применение разрежения при высушивании.

Для высушивания при уменьшенном давлении применяются так называемые *вакуум-сушильные шкафы* (рис. 215). Обычно они имеют цилиндрическую форму с герметически закрываю-

шейся боковой дверцей круглой формы. Внутри имеются две полки, в редких случаях — одна. Вакуум-сушильный шкаф — двухстенный, с рубашкой, куда наливается вода. Подогрев производится газовой горелкой снизу. Максимальная температура не может быть выше 100° , если в рубашке находится вода.

На верху шкафа находятся: 1) холодильник Сокслета (шаровой) для конденсации паров воды из рубашки, 2) кран для соединения с вакуум-насосом, 3) термометр для измерения температуры внутри шкафа и 4) манометр для измерения вакуума в шкафу. Наблюдение за сушкой ведется через стеклянное окно, находящееся в дверце.

Работа с таким шкафом не представляет больших трудностей.

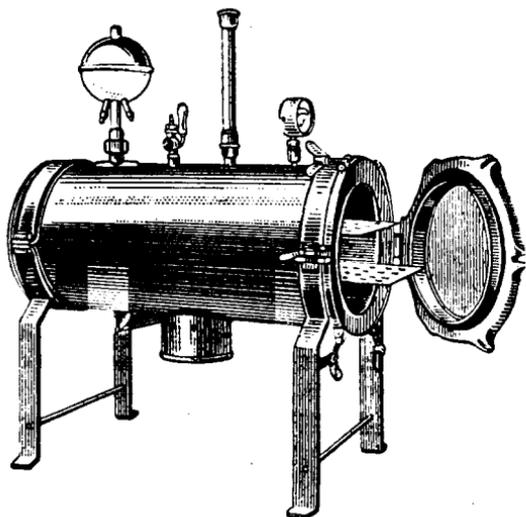


Рис. 215. Вакуум-сушилка.

Сушка в эксикаторе

Сильно гигроскопические, расплывающиеся на воздухе вещества сушить на открытом воздухе нельзя. Точно так же их трудно сушить и в шкафу. Если вдобавок такое гигроскопическое тело не выдерживает даже слабого нагревания, его можно высушить другим путем. Для этого пользуются эксикатором, содержащим какое-либо вещество, энергично поглощающее влагу. К последним относятся: хлористый кальций, концентрированная серная кислота, пятиокись фосфора и др.

Подлежащее высушиванию вещество помещается в бюкс или чашку, ставится открытым на фарфоровую сетку эксикатора, и последний закрывается.

Сушка в струе инертного газа

Производится в специальных приборах, описанных во многих учебниках. В частности описание этой операции можно найти у Тредвелла, т. II. Так как в обычной лабораторной практике этот способ сушки применяется очень редко, мы не будем разбирать его подробно. Каждый, кому потребуются провести эту операцию, сможет найти все нужное в указанной выше книге.

Эта операция имеет целью получить газ, не содержащий влаги (паров воды). Проведение ее особенных затруднений не представляет. Следует только принимать во внимание свойства газа, и в зависимости от этого подбирать тот или иной способ сушки.

Сушку газов можно производить двояко:

1) пропусканием их через концентрированную чистую серную кислоту;

2) пропусканием их над твердыми веществами, поглощающими воду, например через хлористый кальций и др.

Для высушивания газа концентрированной серной кислотой пользуются склянкой Дрекселя, Вульфа или Тищенко. Чистая концентрированная кислота наливается не более чем на $\frac{2}{3}$ высоты сосуда, в случае же пользования склянкой Тищенко — так, как указано при описании этого прибора.

Серной кислотой можно сушить воздух и все газы, с которыми она химически не реагирует.

Для сушки газа пропусканием над твердыми веществами можно применять хлоркальциевый цилиндр Фрезениуса или такую же трубку, которая описана в главе о фильтровании. Если берется сосуд Фрезениуса, то в шейку его кладется тонкая металлическая сетка, на которую и насыпают например хлористый кальций. Сверху него кладется какой-либо фильтрующий материал, чтобы задержать частицы обезвоживающего вещества.

13. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УДЕЛЬНОГО ВЕСА

Как известно, удельным весом называется величина, показывающая, во сколько раз вес данного вещества при определенной температуре больше или меньше веса воды, взятой в том же объеме. Значение удельного веса характерно для каждого химически однородного вещества и для растворов при данной температуре.

Раствор какого-либо вещества, например кислоты в воде, имеет вполне определенный удельный вес для каждой концентрации. Поэтому по величине удельного веса судят о содержании вещества в растворе и почти все таблицы для растворов многих веществ (наряду с указанием процентного содержания и нормальности) обязательно имеют столбец с соответствующими удельными весами.

Обычно удельный вес с увеличением концентрации растворенного вещества (если оно само имеет удельный вес больший, нежели растворитель) увеличивается, что и наблюдается в огромном большинстве случаев. Но некоторые вещества не следуют точно этому и для них увеличение удельного веса параллельно с увеличением концентрации идет только до известного предела,

после которого при увеличении концентрации происходит уменьшение удельного веса.

Например серная кислота имеет наивысший удельный вес, равный 1,8415, когда концентрация ее равна 97,35%. Дальнейшее увеличение концентрации сопровождается уменьшением удельного веса до 1,8315, что соответствует 99,31%.

Также и уксусная кислота имеет максимальный удельный вес при концентрации 77—80%, а 100%-ная уксусная кислота имеет тот же удельный вес, что и 41%, т. е. 1,0497 (d_{4}^{20}).

Однако подобных веществ не так много.

Удельный вес зависит от температуры, при которой его определяют. Это происходит потому, что в вычисление удельного веса входит объем, а он, как известно, у всех тел изменяется с температурой, увеличиваясь при повышении и уменьшаясь при понижении ее. Поэтому при определении удельного веса всегда указывается температура, при которой производилось определение, и в виде дроби — та температура воды, по отношению к которой проведено определение. В справочниках это указывается так: d_{4}^{20} , т. е. удельный вес при 20°, взятый по отношению к весу воды при 4°.

Иногда воду берут при той же температуре и тогда удельный вес обозначается например так: d_{20}^{20} .

Как изменяется удельный вес в зависимости от температуры, видно из приведенной ниже таблицы удельных весов насыщенного раствора Na_2SO_4 (сернокислый натрий)

Температура в °C	Удельный вес насыщенного раствора
15	1,1083
20	1,1501
25	1,2066

Здесь повышение удельного веса объясняется тем, что растворимость соли с повышением температуры увеличивается и насыщенный раствор при 25° содержит больше соли, чем при 15°.

У веществ же, как например поваренная соль (NaCl), у которых растворимость с температурой меняется мало, с повышением температуры удельный вес уменьшается.

В приведенной ниже таблице для NaCl это видно очень хорошо

Температура °C	Удельный вес
15	1,2024
20	1,2001
25	1,1979

У растворов с постоянной концентрацией значение удельного веса с повышением температуры также уменьшается, с понижением ее — увеличивается.

Отсюда должно быть ясно, как важно производить определение удельного веса при известной постоянной температуре и сравнивать с величинами, приводимыми в таблицах, только при той температуре, которая указана в справочнике.

Если измерение произведено не при той температуре, которая указана в справочнике, то вводят поправку, вычисляемую как среднее изменение удельного веса на один градус. Например если в интервале между 15 и 20° удельный вес насыщенного раствора поваренной соли уменьшается на $1,2024 - 1,2001 = 0,0023$, то в среднем можно принять, что при изменении температуры на 1° (выше 15°) удельный вес должен уменьшаться на $0,0023 : 5$.

Таким образом если определение вести при 18°, то удельный вес указанного раствора должен быть равен:

$$1,2024 - \frac{0,0023(18 - 15^\circ)}{5} = 1,2024 - \frac{0,0023 \cdot 3}{5} = 1,2024 - 0,0014 = 1,2010$$

и запись будет $d_{18^\circ} = 1,2010$ или

$$d_{\text{NaCl}}^{18^\circ} (\text{нормальный раствор}) = 1,2010.$$

Кроме обозначения удельного веса по отношению к воде, плотность растворов часто обозначают в градусах Боме (Bé), Твэдделя и др. В конце книги приложены таблицы и номограммы, показывающие, в какой зависимости находятся значения градусов Боме и удельные веса, а также переход от одной величины к другой.

Удельный вес жидкостей может определяться различными методами.

Способы определения разделяются по виду применяемых приборов, важнейшими из которых являются: 1) ареометры, 2) пикнометры, 3) весы.

Удельный вес твердых тел определяется только с помощью весов, для жидкостей же применяются все три способа. Разберем каждый из них в отдельности.

Ареометры. Для быстрого определения удельного веса или плотности жидкости в градусах

Боме применяются так называемые *ареометры*. Общий вид ареометров Боме показан на рис. 216, а для удельных весов — на рис. 217. Это — стеклянная трубка, расширяющаяся внизу и имеющая на конце стеклянный шарик, заполненный дробью или специальной массой (реже — ртутью). В верхней узкой части ареометра имеется шкала с делениями. В зависимости от того,

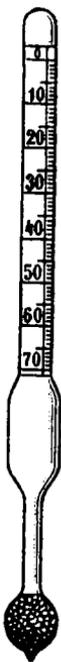


Рис. 216. Ареометр со шкалой по Боме.



Рис. 217. Ареометр.

для каких жидкостей предназначен ареометр: легче или тяжелее воды, шкалы разные.

У ареометров для удельных весов, предназначенных для жидкостей легче воды, отсчет ведется сверху вниз. В верху шкалы стоит 1,000, а затем 0,990, 0,980 и т. д. Промежутки между цифрами разделены на более мелкие деления, позволяющие определять удельный вес с точностью до третьего знака.

У ареометров для жидкостей тяжелее воды отсчет ведется так же, но на шкале написаны значения от единицы и выше.

Обычно ареометры делаются так, что разница удельных весов, соответствующих верхнему и нижнему делениям шкалы, не превышает 0,2—0,4. Поэтому всегда нужно иметь набор ареометров до удельного веса, равного 2. Такие наборы бывают в отдельных ящиках. У ареометров Боме отсчет ведется в градусах, обозначенных на шкале.

Иногда ареометры снабжены термометрами (как у показанного на рис. 217). Это представляет известное удобство, так как позволяет одновременно знать температуру, при которой проводится определение.

Прибор основан на законе Архимеда, гласящем, что при погружении в жидкость твердое тело как бы теряет в своем весе столько, сколько весит вода в объеме погруженной части тела. Поэтому при плавании тела оно будет погружаться в жидкость на различную глубину, зависящую от плотности жидкости.

Для устойчивости прибора в жидкости центр тяжести его должен лежать возможно ниже, что и достигается приданием ареометру определенной формы и заполнением его нижнего шарика дробью.

Если P —вес ареометра, P_1 —вес жидкости в объеме ареометра, то $P_1 - P > 0$, т. е. вес жидкости в объеме ареометра всегда должен быть больше веса ареометра, так как только при этом условии ареометр будет плавать в жидкости. В противоположном случае он будет тонуть. Поэтому и изготавливают ареометры отдельно для жидкостей тяжелее и легче воды.

Для определения удельного веса с помощью ареометра необходимо жидкость налить в стеклянный цилиндр, емкостью не менее $\frac{1}{2}$ л. Эти цилиндры по форме такие же, как и мерные, и отличаются от последних только тем, что не имеют носика и делений (рис. 218). Более удобная форма такого цилиндра показана на рис. 219. Она отличается тем, что вверху имеет жолоб, расположенный концентрически, так что если жидкость при по-



Рис. 218. Правильное положение ареометра при измерении удельного веса.

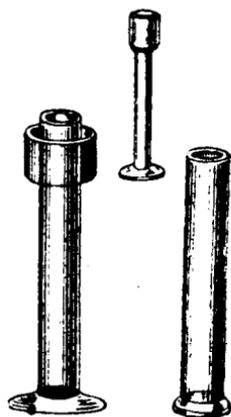


Рис. 219. Цилиндры для определения уд. веса.

гружении ареометра перельется через край, то она не выльется на стол, а попадет именно в него.

Опускать ареометр в жидкость следует осторожно, не выпуская его из рук, до тех пор, пока не станет очевидным, что он плавает. Тогда рука осторожно отпускается и ареометр принимает нужное положение. Прибор должен находиться *в центре цилиндра и ни в коем случае не касаться стенок* или быть к ним очень близко, так как **положение ареометра в цилиндре отражается на точности показаний** (вследствие образования мениска). Точно так же совершенно недопустимо, чтобы ареометр касался дна цилиндра и был от него близок. Правильное положение прибора показано на рис. 218.

Отсчет производится по делениям, нанесенным на ареометр, считая за удельный вес то значение, против которого установлен уровень жидкости. На точность отсчета влияет мениск. Поэтому правильнее делать так: смотреть, какое деление находится под уровнем жидкости и какое над уровнем и брать среднее.

Как уже указывалось выше, на величину удельного веса оказывает влияние температура. Поэтому жидкость предварительно помещают в термостат и приводят к нужной температуре. Или же определяется температура жидкости перед измерением и потом делается поправка.

Шкала ареометра позволяет делать отсчет до третьего десятичного знака (у ареометров для удельного веса). Несмотря на это, показания ареометра все же считаются приближенными и для точного определения удельного веса пользоваться этим прибором нельзя.

После того как удельный вес будет определен, ареометр нужно из жидкости извлечь, хорошо обмыть под водопроводным краном (если определялся удельный вес растворов или растворимых в воде веществ), а затем дистиллированной водой. Осторожно обтерев, прибор нужно положить в специальный футляр или в ящик, которые кладутся на вполне определенное и постоянное место.

Если определяется удельный вес жидкости, в воде нерастворимой, то обмыть ареометр нужно каким-либо органическим растворителем.

Ареометр требует осторожного обращения и его можно легко разбить, что нужно всегда помнить при работе с ним.

Для некоторых жидкостей существуют специальные ареометры, сразу дающие нужную характеристику жидкости. Так, для спирта имеются специальные спиртометры, сразу показывающие крепость или процент содержания спирта; для молока применяются так называемые лактометры, показывающие содержание жира в молоке, и т. п.

Пикнометры. Для определения удельного веса всех жидкостей с точностью до четвертого знака пользуются специальным прибором — *пикнометром*.

Определение удельного веса по этому способу состоит в том

что вначале взвешивают пустой пикнометр, потом его же с водой, а затем с исследуемой жидкостью и находят веса жидкости и воды в равных объемах. Взяв затем отношение этих весов, получают значение удельного веса.

Пусть P — вес пикнометра пустого; P_1 — вес пикнометра с исследуемой жидкостью; P_2 — вес пикнометра с водой, тогда удельный вес жидкости

$$d = \frac{P_1 - P}{P_2 - P},$$

где $(P_1 - P)$ и $(P_2 - P)$ — соответственно веса жидкости и воды в объеме пикнометра.

Все взвешивания производятся на аналитических весах с точностью до 0,0001 г.

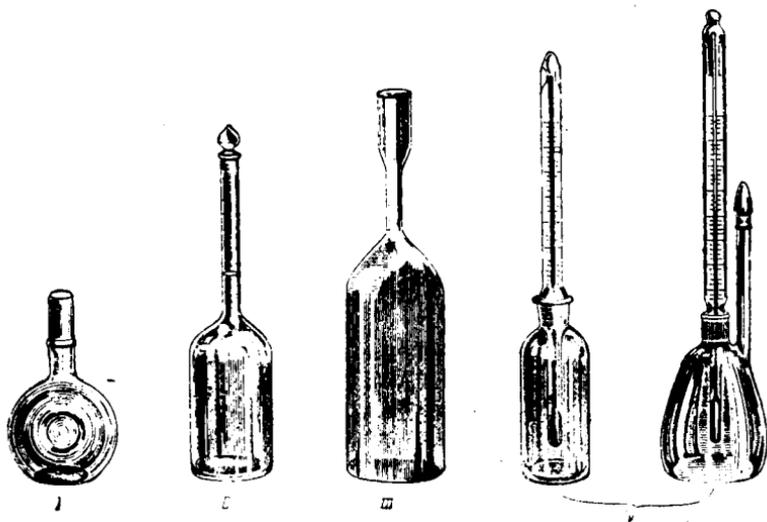


Рис. 220. Пикнометры для определения удельного веса

I — Люссака; II — Райшауера; III — Ренье; IV — Менделеева.

Существует несколько систем пикнометров, важнейшие из которых и способы работы с ними описываются ниже.

Как и при работе с ареометром, определение удельного веса производится при некоторой известной температуре, обычно при 15 или 20°. Объем прибора рассчитывается на одну из этих температур и температура, на которую установлен пикнометр, обычно обозначается на стенке, под или над цифрой, обозначающей объем или вес воды.

В СССР стандартной температурой является 20° и все общесоюзные стандарты основаны на измерениях при этой температуре.

Наиболее употребительные пикнометры изображены на рис. 220.

Наиболее распространенным при всяких исследовательских работах является пикнометр Оствальда (рис. 221), так как для работы с ним необходимо сравнительно небольшое количество жидкости. Порядок работы следующий: вначале пикнометр хорошо промывается и тщательно высушивается путем просасывания воздуха. Это производится просто присоединением конца *b* к склянке Дрекселя или Тищенко, наполненной серной кислотой, и конца *a* — к водоструйному насосу. Когда сушка закончена, пустой пикнометр взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,0001 г и вес записывают.

Для удобства взвешивания в верхней части прибора (у изгибов колен *a* и *b*) пристраивается петелька из тонкой проволоки (от электрошнура) и за нее пикнометр подвешивается к коромыслу весов (у последних всегда имеется крючок, расположенный как раз над чашкой).

Затем взвешенный пикнометр заполняют *водой* при комнатной температуре или температуре, при которой нужно производить измерение. Для заполнения пикнометра оттянутый конец *b* погружают в наполненный дистиллированной водой стакан и насасывают воду через резиновую трубку, надетую на конец *a*. При первом наполнении пикнометр заполняется весь, не обращая внимания на черту, имеющуюся на колене *a*.

После этого прибор подвешивают на 10—15 мин. в специально устроенный термостат из двух вставленных один в другой больших стаканов. Во внутреннем стакане находится вода при определенной температуре (15 или 20°), и термометр с делениями на десятые доли градуса.

Пикнометр правильно наполнен жидкостью тогда, когда она доходит до черты колена *a* и заполняет оттянутый конец *b*. Если жидкость переходит за черту *a*, то ее осторожно удаляют фильтровальной бумагой. Если в конце *b* остался пузырек воздуха, то, постепенно наклоняя пикнометр, выгоняют его.

Когда произведена точная установка, оба конца закрывают колпачками из узкой каучуковой трубки, заткнутой стеклянной палочкой, причем прежде всего закрывают оттянутый конец, а потом конец с меткой.

Вынутый из воды пикнометр осторожно обтирают не ворсистой чистой тряпкой (следить, чтобы на стенках не оставалось волосков) и взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,0001 г. После этого воду из пикнометра выгоняют, прибор очень тщательно высушивают снаружи и внутри и затем наполняют исследуемой жидкостью, придерживаясь вышеописанного способа работы. Сушку пикнометра производят вначале спиртом, потом эфиром и затем через прибор прогоняют несколько минут сухой воздух.

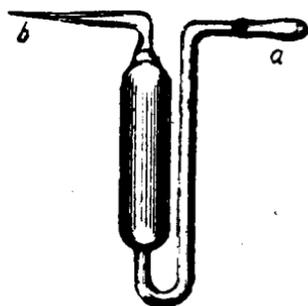


Рис. 221. Пикнометр по Оствальду.

Точная установка пикнометра (до черты) производится уже после того, как прибор, наполненный исследуемой жидкостью, пробыл 10—15 мин. в воде при нужной температуре.

Взвешивание производится так же, как и раньше. После окончания работы пикнометр освобождается от жидкости, моется и убирается. Результаты с этим пикнометром обычно получаются очень хорошие. Большим достоинством этого прибора является еще и то, что в зависимости от его размеров можно работать с очень небольшими количествами жидкости.

В лабораторной практике большим распространением пользуются также пикнометры, изображенные на рис. 220.

Порядок работы с ними тот же, что и выше. Вначале хорошо вымытый и высушенный пикнометр взвешивается пустым, затем с водой, налитой до метки (после выдерживания в термостате), затем вода выливается, прибор снова хорошо высушивается, наполняется до метки исследуемой жидкостью, снова выдерживается в термостате (для придания определенной температуры), обтирается и взвешивается. Жидкость вначале нужно налить также выше метки и устанавливать прибор перед взвешиванием. Излишки жидкости убирать фильтровальной бумажкой.

Если на приборе метки нет, то его наполняют весь и закрывают пробкой, последняя вытеснит излишки жидкости.

Осторожного обращения требуют пикнометры, в пробку которых вделан термометр. Они малоустойчивы и их легко опрокинуть и разбить.

Все описанные выше пикнометры пригодны только для жидкостей, не обладающих большой вязкостью и подвижных. Удельный вес вязких жидкостей лучше всего определять ареометром или же весами Мора (для твердых и жидких тел), которые будут описаны ниже.

Когда для определения удельного веса применяют пикнометры со сравнительно большим объемом, получается некоторая неточность, так как не принимается во внимание вес воздуха при первом взвешивании пустого прибора.

В этом случае поправка будет выражаться следующим образом

$$d = \frac{(P_1 - P) + A \cdot 0,0012}{(P_2 - P) + A \cdot 0,0012},$$

где A — объем пикнометра.

Если определение удельного веса производилось не при стандартной температуре, а при какой-то другой, то *нужно вводить поправку* и приводить найденное значение к стандартным условиям.

Весы. Достаточно точно можно определять удельные веса жидких и твердых тел при помощи специальных весов Мора (рис. 222) и Вестфала (рис. 223).

Весы Мора напоминают по виду обычные техно-химические весы. Кроме одной укороченной чашки весов они имеют специальный подвесной поплавок, вес которого подгоняется таким образом, что на воздухе весы находятся в равновесии.

Весы снабжаются разновесом в виде рейтеров. Коромысло весов разделено на 10 делений.

Для определения удельного веса твердого тела последнее подвешивается к правой чашке весов снизу, точно взвешивается и затем погружается в воду. Подбирая снова вес до приведения весов в равновесие, определяют удельный вес. Принцип определения удельного веса здесь основан на законе Архимеда, гласящем, что при погружении тела в жидкость оно как бы теряет в своем весе столько, сколько весит вытесненная телом жидкость. Если вес тела был P , а после погружения его в воду

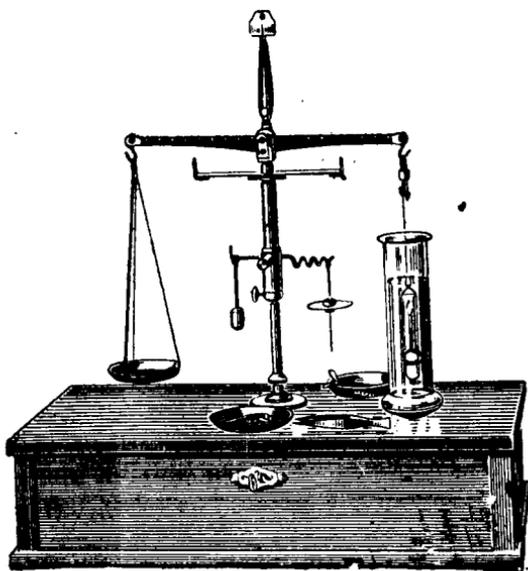


Рис. 222. Весы Мора для определения удельного веса.

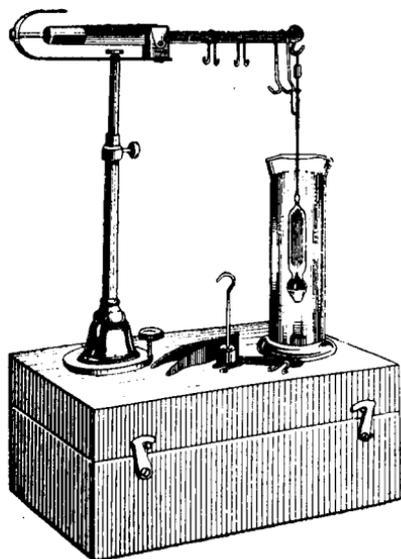


Рис. 223. Весы Вестфalia для определения удельного веса.

для равновесия пришлось добавить вес p , то удельный вес тела будет равен $\frac{P}{p}$, т. е. он равен весу тела, деленному на вес воды в его объеме.

Если определяется удельный вес жидкости, то одна чашка весов (правая) снимается и на место ее подвешивается поплавок. До погружения последнего в жидкость весы должны находиться в равновесии. После того как поплавок будет опущен в жидкость, находящуюся в цилиндре и равновесие нарушится, для возобновления его на коромысло весов помещают рейтеры. Если например первый рейтер встал на делении 8, второй на 6 и третий на 7 делении правого плеча коромысла, то удельный вес жидкости будет равен 0,867.

Однако значительно большим распространением пользуются весы Вестфalia (рис. 223).

Они отличаются от весов Мора тем, что плечи коромысла их не равны как по длине, так и по весу. Длинное и более легкое плечо разделено на 10 равных частей. На конце его подвешен на тонкой платиновой проволоке стеклянный поплавок с термометром. Вес поплавок таков, что весы на воздухе находятся в равновесии.

Для определения удельного веса наливают в стакан или цилиндр исследуемую жидкость, предварительно приведенную к стандартной температуре. После этого погружают поплавок в жидкость так, чтобы он весь находился в ней (как показано на рис. 223). При этом равновесие весов нарушится. Для достижения равновесия на то плечо, на котором находится поплавок, прибавляют разновески. Разновес, прилагаемый к каждому весам, имеет форму крючков или так называемых рейтеров, которые можно привешивать или на конец плеча или на деления коромысла в соответствующие вырезки. Обычно крючков бывает 4—5. Самый большой крючок и равный ему груз по весу равны весу воды при 4° в объеме поплавок и поэтому их вес принимается за единицу. Другие рейтеры имеют вес в 10, 100, 1000 и 10 000 раз меньше первого.

Таким образом первый рейтер дает первый десятичный знак, второй — второй десятичный знак, третий — третий десятичный знак и четвертый — четвертый. Обычно ограничиваются тремя десятичными знаками. Если например первый рейтер стоит на 8-м делении, второй на 9-м и третий на 5-м, то удельный вес жидкости будет равен 0,895. Таким образом получается прямое определение удельного веса, достаточно точное и быстрое, что очень важно, в особенности в производственных условиях, когда бывает нужно в кратчайший срок определить удельный вес или сырья, или полуфабриката, или готового продукта.

Поправки на температуру, если определение велось не при стандартной температуре, производятся так же, как описано выше.

Другие способы определения удельного веса. Кроме описанных распространенных методов определения удельного веса (в особенности жидкостей) имеется еще много других, из которых надо остановиться на следующих:

1. Уравновешивание в жидкостях или суспендирование.
2. Гидростатический пикнометр.
3. Определение удельного веса по высоте двух столбов жидкостей.

1. Уравновешивание. Этот способ применим к веществам, не растворимым в спирте или смеси органических веществ. Также он применим, если вещество при обыкновенной температуре имеет полутвердую или вязкую консистенцию или если испытуемой жидкости очень мало. Таким образом можно исследовать некоторые жиры, вазелин, мази и т. д.

Определение производится таким образом, что в спирт осторожно вносят например расплавленный жир и затем, все время помешивая термометром, добавляют понемногу дистиллированной

воды до тех пор, пока жир не перестанет опускаться на дно и будет находиться во взвешенном состоянии в любом месте раствора. Это произойдет тогда, когда удельный вес спирто-водного раствора будет равен удельному весу исследуемого вещества.

Когда это будет достигнуто, определяют весами Мора или Вестфalia удельный вес спирто-водного раствора — полученное значение и будет соответствовать удельному весу исследуемого тела.

Для определения удельного веса мелко раздробленных, даже порошкообразных тел, можно применять смесь из нескольких органических веществ, например хлороформа или бромформа с бензолом, толуолом или ксилолом или водные растворы двойной иодистой соли калия и ртути.

После определения удельного веса смесь органических растворителей нужно разогнать, но ни в коем случае не выбрасывать.

2. Гидростатический пикнометр. Видбраук¹ предложил прибор для определения удельных весов различных масел, названный им *гидростатическим пикнометром*. Этот прибор очень удобен для работы с малыми количествами масла, а также и другой жидкости.

Прибор (рис. 224) состоит из двух U-образных трубок диаметром в 2—3 мм, соединенных между собой тройником с трехходовым краном. Последний соединен каучуком с сосудом, наполненным ртутью. Прибор монтируется на деревянной доске. Сзади трубок монтируется зеркальная миллиметровая шкала или миллиметровая бумага. Тут же находится и термометр. Перед определением одну трубку заполняют дистиллированной водой приблизительно на 100 мм, причем кран должен быть открытым. В другую трубку до того же уровня наливают исследуемую жидкость.

Рис. 224. Гидростатический пикнометр.

После этого, не закрывая крана (положение 1), поднимают сосуд со ртутью так, чтобы ртуть поднялась в трубке приблизительно на 20 см, затем закрывают кран (положение 2) и опускают сосуд на прежнее место. После этого осторожно открывают кран (положение 3). Так как в пространстве между трубками с жидкостями и сосудом со ртутью образуется небольшой вакуум, жидкости в обеих трубках будут подниматься в том колене, которое соединено с тройником, причем устанавливается

тируется зеркальная миллиметровая шкала или миллиметровая бумага. Тут же находится и термометр. Перед определением одну трубку заполняют дистиллированной водой приблизительно на 100 мм, причем кран должен быть открытым. В другую трубку до того же уровня наливают исследуемую жидкость.

¹ Ztschr. f. anorg. Ch. 122, 167 (1922).

некоторое равновесие. Для получения хороших результатов разность уровней в трубках должна достигать 150—175 мм. Оставив прибор на 3—5 мин. в покое, отсчитывают разность уровней в трубке для воды (Δ_B) и в трубке для исследуемого вещества ($\Delta_{ж}$). Отношение этих разностей дает удельный вес

$$d = \frac{\Delta_B}{\Delta_{ж}}$$

Точность определения по этому способу почти не уступает определению удельного веса при помощи весов Вестфала или Мора. Разница в среднем составляет 0,0005—0,0019.

Отмечая температуру по термометру на доске, следует приводить удельный вес к нормальным условиям, как это делается и при выше описанных способах определения.

3. Высота двух столбов жидкости. Несколько другое устройство имеет приспособление для определения удельного веса, предложенное Мерсамом¹. Это — также гидростатический пикнометр, особенно удобный и достаточно точный для определения *удельного веса жидкостей, не растворимых в воде* (органические растворители и разбавители для лаков). Прибор состоит из U-образной трубки, на обоих коленах которой имеются деления. Оба колена открытые. Для определения удельного веса в одно из колен наливают при помощи пипетки исследуемую жидкость, а в другое — дистиллированную воду, причем вода наливается в первую очередь.

После того как обе жидкости придут в равновесие, делают отсчет уровней. При этом (в зависимости от удельного веса) уровни будут различные. У более легкой жидкости уровень будет выше, чем у более тяжелой (воды). Вычисление производится следующим образом:

Если h_1 — высота столба исследуемой жидкости, удельный вес которой d_1 ; h_2 и h_3 высоты столбов другой жидкости в том и другом колене, причем удельный вес этой жидкости d_2 , то можно написать следующее уравнение:

$$h_1 \cdot d_1 + h_2 \cdot d_2 = h_3 \cdot d_2$$

или

$$h_1 \cdot d_1 = (h_3 - h_2) \cdot d_2$$

и

$$d_1 = \frac{(h_3 - h_2) \cdot d_2}{h_1}$$

т. е. по этому способу удельный вес исследуемой жидкости получится, если разность высот столбов воды в обоих коленах умножить на удельный вес воды при температуре определения и полученное произведение разделить на высоту столба исследуемой жидкости.

Этот прибор очень прост в обращении и удобен в отношении чистки и сушки перед каждым новым определением.

Для вязких жидкостей он однако мало пригоден.

¹ Instruments, 3, 473 (1930).

14. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОЧКИ КИПЕНИЯ

Как упоминалось в главе о „дистилляции“, каждая жидкость закипает при вполне определенной температуре, зависящей от внешнего давления над ней. Таким образом *точка кипения жидкости служит паспортom, определяющим ее чистоту*. Если высушенная жидкость при определенном давлении (нормальном или пониженном) кипит при температуре, указанной в справочнике, то с известным основанием можно утверждать, что она является химически чистой. Если же этого нет, то жидкость не чиста и ее следует очищать тем или иным способом.

В лабораторной практике определять точку кипения жидкостей приходится часто. Поэтому очень важно знать, как проделывать эту операцию.

Самым простым прибором для определения точки кипения является изображенный на рис. 225. Это — круглодонная колба *A*, имеющая широкое горло. Последнее закрывается пробкой, в которую вставлен термометр *B* и аллонж *D*. Емкость колбы *A* должна быть не менее 50 см³. Жидкость *C*, точку кипения которой нужно определить, наливается в количестве, равном приблизительно $\frac{1}{4}$ объема колбы. Шарик термометра находится на небольшом расстоянии от поверхности жидкости и не должен касаться ее. Если определяется точка кипения *раствора*, то тогда шарик термометра опускается в жидкость¹.

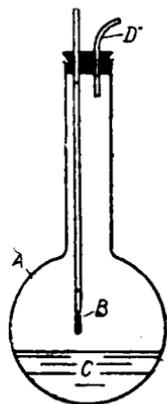


Рис. 225. Прибор для определения температуры кипения.

Если точка кипения жидкости не выше 90°, то обогрев лучше всего производить на водяной бане.

Если температура кипения лежит выше 90°, то нагревать можно при помощи маленькой газовой горелки или электрической воронкообразной печи.

Образующиеся пары жидкости будут уходить из колбы через аллонж *D*, который может быть соединен (при желании) с холодильником.

Наблюдения за показаниями термометра следует вести не менее 15 мин. и отмечать как точку кипения ту температуру, которую будет показывать *установившийся* столбик термометра.

Если взята чистая жидкость, постоянная температура кипения устанавливается быстро, если же жидкость не чиста, т. е. содержит какие-либо примеси, точно установить точку кипения будет нельзя. В этом случае термометр будет показывать точку кипения *смеси*.

¹ Более подробные сведения об определении температуры кипения растворов, и в частности бинарных смесей, читатель найдет в прекрасной книге „Физико-химические измерения“ Оствальд-Лютер-Друкер (ОНТИ, 1934), стр. 221 и 315.

Так как все температуры кипения, указываемые в справочниках, относятся к нормальному давлению (760 мм рт. ст.), то полученную точку кипения также следует привести к нормальным условиям.

Поэтому одновременно с показаниями термометра следует **обязательно** отмечать атмосферное давление по барометру и запись вести например так:

темп. кип. 132°; показ. баром. 753 мм.

Из этих данных уже и следует делать перерасчет или поправку на нормальные условия. Для многих жидкостей в справочниках есть таблицы поправок точек кипения при разных давлениях для приведения их к нормальному.

Если же таблиц нет, то можно вычислить *вероятную поправку*, помня, что температура кипения многих жидкостей при 760 мм изменяется приблизительно одинаково на 0,038° (или $\frac{3}{80}$) на 1 мм рт. ст. Если давление B , определяемое по барометру, было меньше 760 мм, то к наблюдавшейся точке кипения следует прибавить величину, получающуюся из формулы:

$$t_1 = \frac{3}{80} (760 - B).$$

Если давление было выше, то вычитают величину

$$t_2 = \frac{3}{80} (B - 760).$$

Кроме указанного прибора, требующего в общем довольно большого объема жидкости, предложен ряд других, позволяющих применять небольшие количества ее, — от 1—5 см³.

Рупп, например предложил аппарат, изображенный на рис. 226. Аппарат состоит из внешней трубки A , имеющей диаметр 35 мм и длину 170 мм. Это, просто хорошая пробирка. В нее на пробке вставляется другой сосудик B диаметром 18 мм и длиной 170 мм. В середине этого сосудика имеется боковая загнутая внутрь трубочка C , доходящая почти до дна сосудика B . Термометр D вставляется на пробке в сосудик B и доходит до дна его. Для определения точки кипения в этом приборе наливают 3—5 см³ жидкости в A и нагревают ее до кипения голым пламенем. Для большей ровности кипения в жидкость полезно добавить 0,25 г пемзы зернами в 1 мм³, предварительно хорошо прокипяченной с разбавленной HCl, промытой и прокаленной. Образующиеся пары жидкости через трубочку C поступают в сосудик B и выходят из него через отводную трубку E .

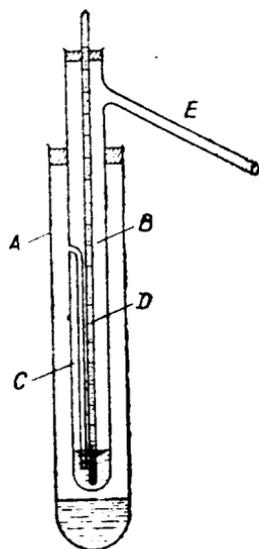


Рис. 226. Прибор Руппа для определения точки кипения.

Прибор очень удобен для работы и с ним получают хорошие результаты.

В особенности этот прибор удобен для жидкостей и твердых тел с высокой точкой кипения (выше 300°).

15. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОЧКИ ПЛАВЛЕНИЯ

Температура плавления твердых веществ и ее постоянство при плавлении, так же как и температура кипения жидкостей, служит признаком чистоты или загрязненности исследуемого продукта и является вполне *определенной и характерной для каждого твердого тела*. Примеси посторонних веществ изменяют температуру плавления данного вещества. Постоянство температуры при плавлении твердого тела однако не всегда является специфическим свойством химически чистого вещества, так как известны такие смеси веществ, взятых в определенном соотношении, которые имеют постоянную точку плавления.

Для определения точки плавления необходимы капилляры и аппарат.

Исследуемое вещество прежде всего должно быть измельчено по возможности тоньше. Это имеет большое значение для точности определения, так как величина кристалликов или частичек оказывает влияние на результаты измерения.

Предварительно следует заготовить капилляры, которые можно самому вытягивать из стеклянных трубок, всегда имеющихся в лаборатории (см. главу 17). Капилляры должны иметь внутренний диаметр в пределах $0,5-0,8$ мм и длину в пределах $7-9$ см. Один из концов капилляра должен быть запаян. Запайку можно производить и до заполнения капилляра измельченным в порошок веществом и после заполнения. Однако последнее труднее и требует более длинных капилляров, поэтому в большинстве случаев предпочитают работать с предварительно запаянным с одного конца капилляром.

Заполнение капилляра исследуемым веществом производится следующим образом: открытый конец капилляра погружают в измельченное вещество, затем переворачивают капилляр и постукиванием добиваются того, чтобы порошок упал на дно капилляра. Повторяя операцию несколько раз, заполняют капилляр так, чтобы высота столбика вещества была не менее $4-5$ мм.

Перед опусканием в аппарат капилляр обтирается начисто и прикрепляется к термометру так, чтобы нижний конец его и резервуар термометра были на одном уровне. Если вещество имеет не очень высокую точку плавления, не превышающую 150° , для прикрепления капилляра к термометру можно пользоваться резиновыми кольцами, которые нарезаются из каучуковой трубки небольшого диаметра.

Если точка плавления вещества превышает указанную температуру, прикреплять капилляр следует тонкой металлической проволокой.

Самый простой аппарат для определения точки плавления состоит из: 1) колбочки емкостью 100—150 см³, 2) пробирки и 3) термометра. Устройство аппарата показано на рис. 227.

Колбочка *A* заполняется до половины химически чистой серной кислотой уд. вес 1,84. В нее вставляется пробирка *B*, которая укрепляется или при помощи проволочного зажима или же в верхней части ее припаиваются отростки (рис. 228), которыми пробирка и опирается на горлышко колбы. Число отростков должно быть не меньше трех.

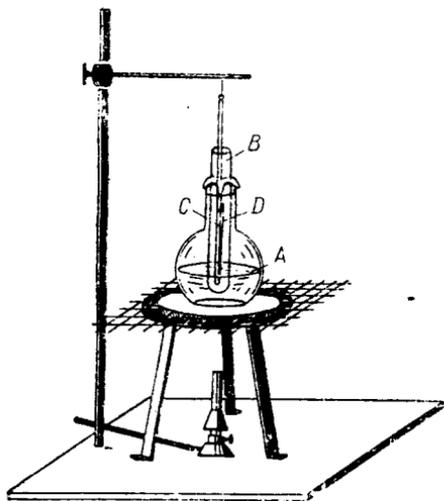


Рис. 227. Прибор для определения точки плавления.



Рис. 228. Пробирка для прибора, изображенного на рис. 225.

Пробирка заполняется химически чистым глицерином (т. кип. 290°) или же парафином или другим прозрачным высококипящим минеральным маслом.

Термометр с прикрепленным к нему капилляром подвешивается на штативе и опускается в пробирку так, чтобы он *не касался стенок* ее.

Нагревание производят горелкой с сеткой или без нее, причем не нужно стремиться нагревать колбочку быстро. Наоборот, *подъем температуры должен происходить медленно*.

В тот момент, когда вещество в капилляре начинает расплавляться, отмечают температуру, которую в это время показывает термометр.

Определение точки плавления одного и того же вещества нужно произвести несколько раз и взять среднее значение из всех наблюдений.

Более совершенным прибором является прибор Тиле (рис. 229). Он также заполняется глицерином или парафиновым маслом. Часть его между *A* и *B* обертывается асбестом и нагревается горелкой. Устройство прибора позволяет жидкости постоянно циркулировать, что способствует равномерному обогреву термометра и капилляра, погружаемых в часть *C* прибора. Эта же часть лапкой прикрепляется к штативу.

Для электрического обогрева прибор между *A* и *B* обертывается 10 оборотами хромоникелевой проволоки диаметром 0,04 мм, проволока прикрывается слоем асбестового цемента, который можно изготовить самому, замешав мелковолокнистый асбест с жидким стеклом. Слой цемента должен быть толщиной не менее 5 мм. Из цемента выпускаются два конца прово-

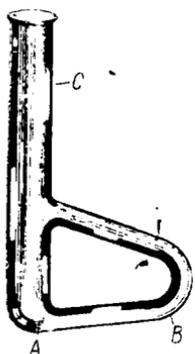


Рис. 229. Прибор по Тиле для определения точки плавления.



Рис. 230. Прибор Денниса для определения точки плавления.

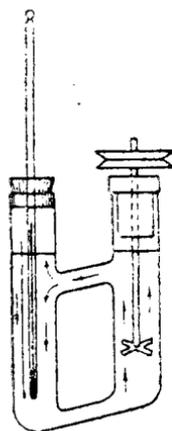


Рис. 231. Прибор Эвери для определения точки плавления.

локи для присоединения прибора при помощи шнура через клеммы с источником электрического тока (штепсель).

Деннис улучшил прибор Тиле, несколько видоизменив его форму (рис. 230). Такая форма способствует лучшей циркуляции обогреваемой жидкости, а следовательно и более равномерному нагреву капилляра. Обогрев производится в части *a—b* так же, как и у прибора Тиле, т. е. горелкой или электричеством. Термометр с капилляром вставляется в часть *c*, а прикрепляется прибор к штативу — частью *d*.

Другое видоизменение прибора Тиле сделано С. Эвери (рис. 231). Прибор состоит из двух соединенных между собой пробирок. В более низкую часть погружается почти до дна термометр с капилляром, в правой части прибора помещается маленькая мешалка. Прибор заполняется глицерином или парафином. Нагревание его производится так же, как и прибора Тиле.

16. ГАЗОВЫЕ БАЛЛОНЫ И ОБРАЩЕНИЕ С НИМИ

В лабораторной практике довольно часто приходится пользоваться различными сжатыми или жидкими газами, которые обычно хранятся в стальных специальных баллонах различной величины и емкости.

В лабораторию они поступают с газового завода в больших баллонах.

Из таких газов наибольшим распространением пользуются: кислород, азот, хлор, углекислота, водород, сжатый воздух и аммиак, реже применяется — ацетилен, метан и *блаугаз*. Для каждого газа применяется специальные баллоны, имеющие опознавательную окраску. По принятому в СССР ОСТ 6141 баллоны с газами окрашиваются в следующие цвета:

Кислород	Водород	Аммиак	Хлор	Метан	Азот	Сжатый воздух	Углекислота
Синий цвет с надписью „кислород“	Темно-зеленый с тремя красными кольцами и красной надписью „водород“	Желтый с черной надписью „аммиак“	Защитный с серой надписью „хлор“	Красный с белой надписью „метан“	Черный с желтой надписью „азот“	Черный с белой надписью „сжатый воздух“	

По конструкции баллоны разделяются на два типа: 1) для сжатых газов и 2) для жидких газов. Последние отличаются тем, что внутри имеют сифонную трубку. На рис. 232 приведен разрез такого баллона для хлора. Он состоит из следующих частей: тела *A*, навинчивающегося колпака *B* и вентиля *C*. Внутри баллона от гайки для вентиля почти до дна идет трубка, через которую жидкий хлор и поступает в вентиль. Однако встречаются баллоны для хлора и без сифонной трубки.

От указанных типов баллонов отличаются баллоны для ацетилена. Различие заключается в том, что баллоны имеют наполнение из пористого тела, например угля. Это объясняется тем, что баллон наполняется не непосредственно ацетиленом, а раствором последнего в ацетоне.

Обращение с баллонами требует известного навыка, причем очень важным является соблюдение некоторых правил, одинаковых для всех газов.

Прежде всего нужно следить за тем, чтобы в **нерабочем** состоянии на баллоне был **всегда навинчен колпак**, который снимается только при работе. Затем при передвижении баллона с места на место **никогда нельзя двигать его так, чтобы получались резкие толчки**. Передвигание баллонов следует производить по возможности осторожно, так как толчки могут привести к взрыву.

Нельзя помещать баллоны, наполненные каким-либо газом, около мест, где они могут **нагреваться**. Как правило, баллоны

должны стоять не ближе чем на 1 м от печки, отопительных батарей или другого источника тепла. Летом же заботятся о том, чтобы на баллон с газом не падал прямой солнечный свет, что также может вызвать значительное разогревание.

Необходимо следить за тем, чтобы **выпускной вентиль не был загрязнен**, в особенности каким-либо жиром или маслом (это имеет особое значение для баллонов с кислородом и другими окисляющими газами). Поэтому **не допускается** смазывание вентиля чем бы то ни было.

После опорожнения баллона его нужно сразу же отправить на заполнение, причем обязательно следить за тем, чтобы не путать баллонов из-под разных газов. Если баллон не имеет опознавательной окраски или надписи, обязательно нужно приклеить к баллону ярлычок с указанием, какой газ был в нем.

Периодически баллоны должны испытываться на давление, причем это испытание делается на заводе. На баллоне должна быть отметка о времени последнего испытания.

Совершенно **недопустимо** работать с **неисправными** баллонами или с теми, которые не проверялись в течение нескольких лет. Если в принятом баллоне обнаружится какая-либо неисправность, например не открывается вентиль или происходит просачивание газа через закрытый вентиль, баллон следует немедленно отправить обратно на завод, производивший заполнение. Ни в каком случае **не допускается исправление вентиля собственными силами**. Особенно это нужно помнить при работе с хлором, так как неисправность вентиля и попытка например открыть не открывающийся вентиль

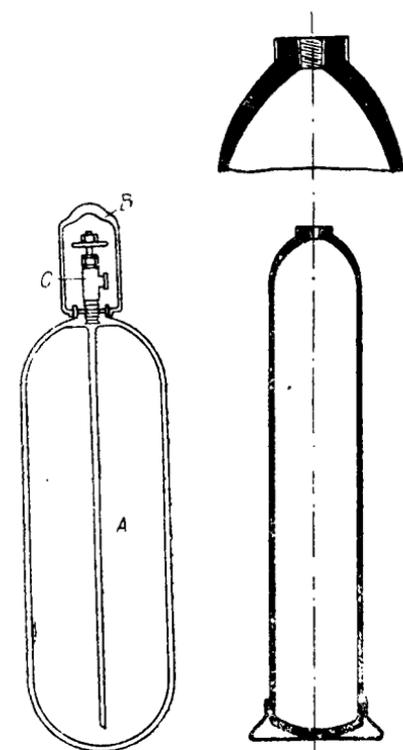


Рис. 232 и 232а. Устройство газового баллона: сифонного и простого.

могут привести к несчастному случаю.

Выпуск газа из баллона производится через выпускной вентиль, устройство которого видно из рис. 233:

На штуцер *a* вентиля навинчивается ниппель, бронзовая или латунная трубка с очень узким внутренним диаметром. Наружный диаметр ниппеля около 2—3 мм. Ниппель имеет припаянную гайку, навинчивающуюся на *a*. В нерабочем состоянии штуцер *a* закрыт при помощи глухой гайки *b*.

Когда на *a* будет закреплен ниппель или (в крайнем случае)

резиновая трубка для высоких давлений (с прокладкой), осторожно поворачивают маховичок *c* на $\frac{1}{4}$ оборота. В зависимости от того, какая интенсивность струи газа необходима, маховичок поворачивают больше или меньше, регулируя этим выпуск газа.

После окончания работы прежде всего закрывают возможно плотнее вентиль, затем снимают ниппель и вместо него навинчивают глухую гайку *b* и наконечник надевают на баллон колпак *B*, следя за тем, чтобы и он был хорошо завинчен.

Для точной же регулировки подачи газа необходимо применять так называемые *редукционные вентили*. Они бывают различных конструкций и отличаются друг от друга (в зависимости от редуцируемого газа) по пропускной способности, по величине рабочего давления, по принципу действия и количеству камер редуцирования. Принцип действия редуционного вентиля основан на применении подвижной мембраны, по обеим сторонам которой устанавливается равновесие. Постоянство давления осуществляется изменением (увеличением или уменьшением) сечения отверстия, через которое газ поступает из баллона в камеру низкого давления.

Лабораторные редуционные вентили имеют небольшую пропускную способность, до $1 \text{ м}^3/\text{час}$, и снабжены микрометрическим винтом, при помощи которого можно точно дозировать расход газа.

Различают редукторы: 1) кислородные, 2) водородные, 3) ацетиленовые и 4) для прочих газов, например для хлора. Обычно редуционные вентили окрашиваются в тот цвет, в который окрашен газовый баллон, и путать их нельзя. Для каждого газа должен быть свой редуционный вентиль.

Наиболее совершенные вентили имеют два манометра, один из которых показывает давление газа в баллоне, а другой — давление струи выходящего газа. Один из таких вентилях показан на рис. 234. Прикрепление их на баллоне производится при помощи накидной гайки, причем в зависимости от газа эта гайка имеет или правую или левую резьбу. Например кислородные редуционные вентили имеют правую резьбу, а водородные — левую.

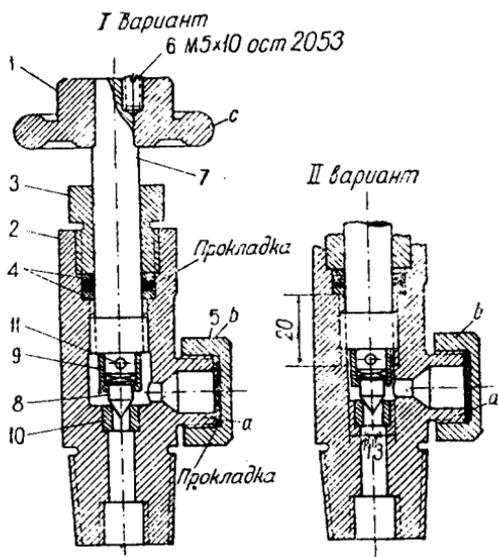


Рис. 233. Вентиль к баллону для хлора.

при помощи которого можно точно дозировать расход газа.

Кроме таких сложных редукционных вентилях в лабораториях иногда встречаются и более простые. Такие простейшие редукционные вентили по Росиньолу показаны на рис. 235 и 236. Один из них (рис. 235) приспособлен для насаживания резинового шланга, а другой (рис. 236) — для привинчивания ниппеля. Если редукционный вентиль приспособлен для надевания гибкого шланга или резиновой трубки для высоких давлений, то последние должны прочно закрепляться проволокой, так чтобы

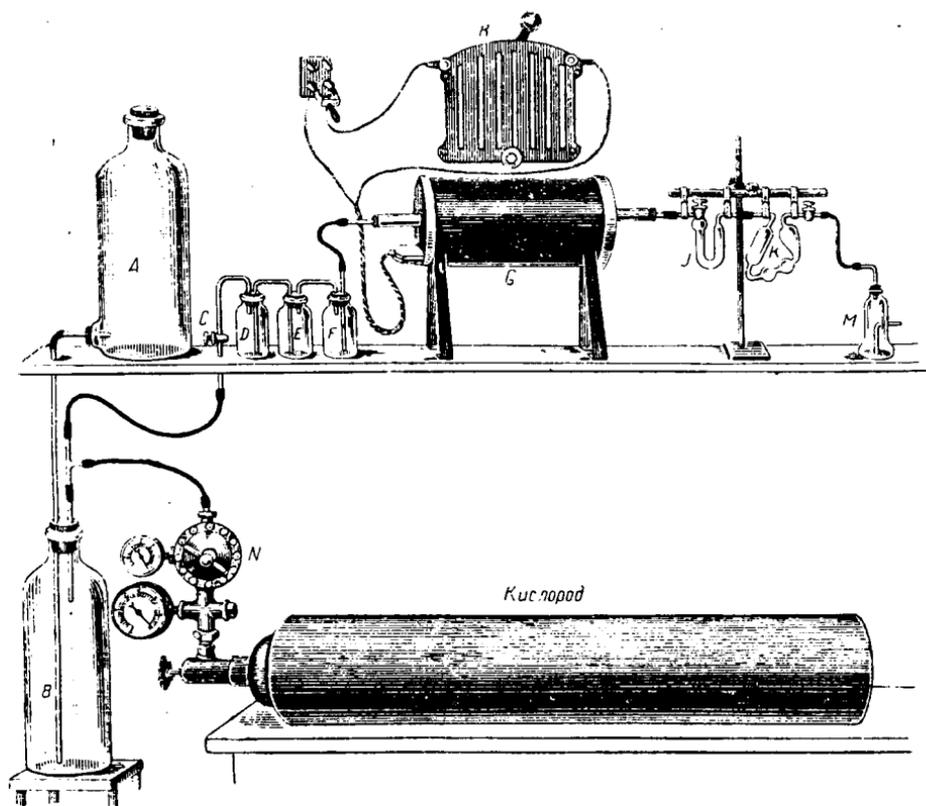


Рис. 234. Прибор с газовым баллоном и редукционным вентилем с двумя манометрами.

при пуске газа они не слетали, что происходит при незакрепленных шлангах или трубках.

Вообще же следует взять за правило: **работать с баллонами, применяя только редукционные вентили**, отдельные для каждого газа. Это спасает от слишком бурного вытекания газа и всех несчастий, которые могут произойти в результате его. В СССР редукционные вентили изготавливаются на заводе им. Матвеева (ВАТ) и на 1-м Автогенном заводе.

Затем при работе со сжатыми или жидкими газами следует пускать последние не прямо в вещество, которое обрабатывается

тем или иным газом, а через уравнительную или предохранительную склянку, аналогично тому, как это делается при работе с вакуумом. Это особенно важно при работе с жидкими газами, например с хлором.

Баллоны с жидкими газами, имеющие сифонные трубки, при работе лучше перевертывать, что предохраняет от выбрасывания из баллона струи сжиженного газа. Хотя последний почти моментально превращается в газообразное состояние, меры предосторожности здесь все же нужны. Особенно это касается хлора.

Жидкая углекислота при осторожном выпуске из баллона также сразу превращается в газ. Если же ее выпускать интенсивно, она переходит в твердое состояние, образуя „снег“ или „сухой лед“, имеющий очень низкую температуру — около минус 79—80°.

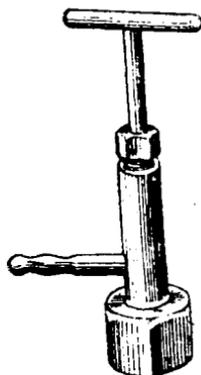


Рис. 235. Редукционный вентиль по Росиньолу (для резинового шланга).

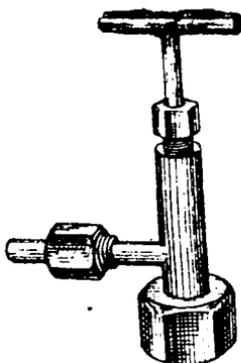


Рис. 236. Редукционный вентиль по Росиньолу (для привинчивающегося ниппеля).

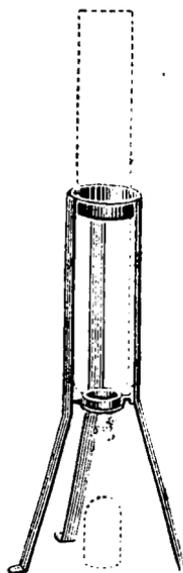


Рис. 237. Штатив для газового баллона (для CO_2).

Работа с газовыми баллонами требует навыка. Все же независимо от этого всегда, при работе с ними, нужно помнить и делать следующее:

1. Следить за тем, чтобы на баллон был всегда надет и закреплен навинчивающийся колпак, когда с баллоном не работают.

2. Наполненный газом баллон следует передвигать осторожно и стараться ни в коем случае не ронять его. Лучше всего баллон поместить в специальный штатив, вроде изображенного на рис. 237.

3. Следить, чтобы выпускной вентиль всегда был плотно закрыт.

4. При обнаружении в баллоне какого-либо дефекта для работы его не употреблять, а сразу же отправлять на завод для ремонта.

5. При работе с баллоном прежде всего следует снять колпак, затем привинтить к выпускному вентилю редукционный вентиль, который и соединить с прибором (лучше через предохранительную склянку) при помощи ниппеля или резинового шланга для высоких давлений. Только после этого нужно немного открыть редукционный вентиль, а затем осторожно открывать выпускной, следя, чтобы газ выходил не под очень большим давлением.

6. Избегать сильного нагревания баллона, не помещать его близко к источнику тепла или на солнце.

7. Следить за степенью наполнения баллона газом и, когда он израсходуется, — отправить на наполнение.

8. Запомнить распознавательную окраску баллонов для каждого газа или наклеить на него отметку с обозначением газа и времени наполнения.

9. Стараться экономнее расходовать газ.

10. Периодически отправлять баллоны на проверку¹.

17. ЭЛЕМЕНТАРНЫЕ СВЕДЕНИЯ ПО ОБРАЩЕНИЮ СО СТЕКЛОМ

Предварительные замечания

В лабораторной практике очень часто приходится производить простейшие стеклодувные операции: резать стеклянные трубки и палки, оплавливать и спаивать их; тянуть капилляры и т. д. Поэтому каждый работающий в лаборатории должен уметь делать эти простейшие операции без помощи стеклодувной мастерской.



Рис. 238.
Нож для
резки
стекла.

Простейшими инструментами для обращения со стеклом являются: нож для резки стекла, паяльная горелка, мехи (если нет общей линии сжатого воздуха) и насадки для горелок Теклю и Бунзена.

Нож для резки стекла (рис. 238) имеет лопатообразную форму. Он сделан из твердой стали. Так как с течением времени нож тупится, его следует иногда точить².

Паяльная горелка (рис. 239) отличается от обычной тем, что в ней имеется отдельный подвод воздуха и кроме того она подвижна, т. е. может поворачиваться во все стороны.

Регулируя подачу газа и воздуха, можно получить пламя разной длины и силы. Умеряя поступление газа и увеличивая поступление воздуха, можно получить очень тонкий язычок

¹ Более подробные сведения о газовых баллонах можно найти в книге А. С. Фалькевича. „Аппаратура для газовой сварки“, ОНТИ, 1936 г.

² При отсутствии специального ножа можно пользоваться напильником.

пламени. Для того чтобы зажечь паяльную горелку, *прежде всего открывают газовый кран, зажигают газ* и уже только *после этого дают воздух.*

Лабораторные меха бывают нескольких типов, один из которых изображен на рис. 240.

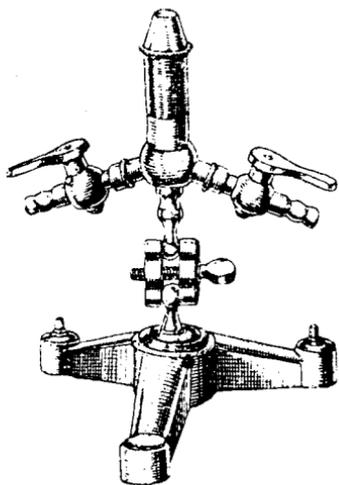


Рис. 239. Паяльная горелка.

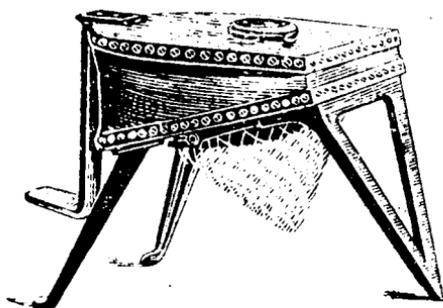


Рис. 240 Мех.

Резка трубок и палок

Для того чтобы отрезать кусок трубки или палки определенной длины, нужно на стекле сделать отметку, где нужно резать. Затем, взяв трубку в левую руку, зажимают ее между указательным и большим пальцем и ножом для резки стекла делают надрез, предварительно смочив это место водой. После этого, держа трубку обеими руками так, чтобы надрез приходился между ними, слегка сгибают трубку со стороны, противоположной надрезу, и одновременно слегка растягивают. На месте надреза трубка или палка обычно отрезается довольно ровно. После того как трубка или палка обрезаны, концы их следует оплавить. Для этого зажигают паяльную горелку, дают несветящееся пламя и на нем, постоянно вращая трубку или палку, оплавляют концы так, чтобы исчезли только острые края. Оплавлять необходимо для того, чтобы не обрезаться об острые края.

Таким путем удастся разрезать трубки диаметром 10—12 мм. Когда трубки толще или когда отрезается кусок, близкий к одному из концов, поступают несколько иначе. Сломать трубку в этих случаях трудно, поэтому к царпине, нанесенной на трубке ножом для резки стекла, прикладывают разогретый до красна конец стеклянной палки (диаметр 2—3 мм) и прижимают его. Если трещина не образуется тотчас же, накаленная трубка отнимается, и, чтобы вызвать трещину, на это место дуют. Образование трещины здесь объясняется быстрым охлаждением¹.

¹ При разрезывании трубок большого диаметра хорошо поступать следующим образом. Прежде всего нужно сделать царпину по окружности вокруг

Оттягивание трубок

Довольно часто при работе требуется оттянуть трубку или же вытянуть капилляр. Для этого вносят трубку в пламя паяльной горелки и при постоянном вращении нагревают до тех пор, пока трубка не размягчится. Тогда, если нужно только оттянуть трубку, ее просто оттягивают до нужного диаметра, если же нужно получить капилляр (очень тонкую трубку с маленьким диаметром), нагретую до размягчения трубку вынимают из пламени и быстро растягивают обеими руками в оба конца. Таким путем можно при известной тренировке и сноровке получить капилляр нужного диаметра.

Когда нужно оттянуть конец трубки, за который уже нельзя взяться рукой, к этому концу припаивается какая-либо другая трубка, и затем нагревают ту часть трубки, которую нужно оттянуть. Припаянная трубка служит только для того, чтобы можно было держаться за нее.

На оттянутом месте делают осторожно надрез и отламывают ненужный конец.

Запайвание трубок

Можно провести двояко: или поместить конец в пламя паяльной горелки и при постоянном поворачивании трубки нагревать ее до тех пор, пока конец не расплавится. В этом случае конец всегда будет иметь некоторое утолщение.

Или же оттягивают конец трубки, отламывают капилляр ближе к тому концу, который должен быть заплавлен, и вновь нагревают капилляр, который быстро заплавляется. Чтобы избежать утолщения, следует осторожно вдуть в трубку воздух, чтобы этим закруглить конец, причем вдуть воздух производится вне пламени.

Сгибание трубок

Толстостенные трубки согнуть сравнительно легко, для этого их нужно не слишком сильно размягчить на пламени горелки и при сгибании больше нагревать выпуклую сторону. Трубки лучше всего сгибать на обычной лабораторной горелке, на которую надевается так называемый „ласточкин хвост“, или же другая насадка, дающая широкое пламя (рис. 241).

Трубка при вращении вокруг своей оси нагревается по всей ширине насадки и при достижении известного размягчения загибается кверху.

Если согнуть слишком размягченную трубку, то в месте сгиба образуется складка, которая может послужить причиной

трубки, затем накаленной докрасна железной проволокой, согнутой в виде небольшой полуокружности, обводят трубку вдоль по царапине. При выполнении сказанного почти всегда образуется глубокая трещина в месте царапины, что и позволяет уже легко сломать трубку.

того, что в этом месте трубка сломается или может даже вся треснуть. Эта неровность диаметра трубки может произойти оттого, что одна сторона трубки нагревалась сильнее другой. В особенности часто такие неудачные сгибы получаются при тонкостенных трубках. Чтобы избежать неровностей, нужно перед нагреванием или запаять один конец или заткнуть его пробкой и при сгибании вдвух воздух в трубку не слишком сильно.

На рис. 242 показано: 1 — правильно согнутая трубка, 2 и 3 — неправильно согнутые трубки.

Особое внимание нужно обращать на охлаждение готовых изделий, хотя бы тех же согнутых трубок. Класть горячую трубку или другой предмет на холодную поверхность, в особенности на стеклянные пластины, нельзя. Горячий предмет нужно прежде всего закоптить светящим пламенем горелки, для чего

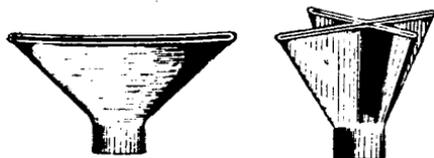


Рис. 241. Насадки на газовую горелку.

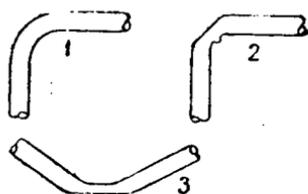


Рис. 242. Сгибание трубок:
I — правильно согнутая, II и III — неправильно согнутые.

нужно только выключить воздух. Для охлаждения предмет следует класть на асбестовый лист.

Затем нужно *защищать горячий предмет от сквозного ветра*, так как при нем могут быть быстрые местные охлаждения, вызывающие неравномерное напряжение стекла, результатом которого будет то, что предмет даст трещину.

Шлифовка стекла

Когда нужно пластинку из стекла сделать матовой, поступают следующим образом: на обратную сторону пластинки приклеивают тем или иным образом деревянный брусочек, который будет служить рукояткой, затем, взявшись возможно ниже за этот брусочек, осторожно водят стеклом по наждачному камню. Хорошо поступать также следующим образом: на одно стекло наносят кашицу из наждака и воды и по этому стеклу трут (вращательное движение) другим стеклом с брусочком. Оба стекла получаются матовыми.

Для более легкой матировки вместо наждака применяют полировочный крокус.

На матовой стеклянной пластинке можно отполировать шлифованный металл, не применяя даже наждака.

Сверление стекла

Очень маленькие отверстия на стекле можно просверлить небольшим остро заточенным напильником или сверлом, закаленным очень твердо. Перед сверлением напильник или сверло смачивается раствором камфоры в скипидаре или же одним скипидаром.

Травление стекла

Для травления стекла обычно применяют концентрированный водный раствор плавиковой кислоты (фтористоводородная), которую *хранят только в каучуковом или парафиновом сосуде*. Для того чтобы получить какую-либо надпись на стекле, поступают нижеследующим образом.

На разогретое стекло вначале наносится защитный слой, который лучше всего готовить по рецепту Фрика:

Белого воска	4 части
Маслики	2
Асфальта	1 часть
Скипидара	1

Массу в течение получаса держат в расплавленном состоянии, причем все загрязнения оседают на дно. Тогда расплавленную массу (верхнюю часть, чтобы не попали загрязнения) выливают в воду, застывшей массе придают форму круглого комка, обернув его шелковой тряпочкой. Чтобы получить защитный слой на стекле, этим комком проводят по разогретому стеклу. Масса будет проходить через шелк на стекло. Для защиты стекла достаточно очень тонкого слоя.

На этом слое выцарапывается нужная надпись или рисунок и на это место пером или щепочкой наносят плавиковую кислоту. Через несколько минут стекло обмывается в проточной воде и защитный слой удаляется нагреванием.

Для того чтобы вытравленное место было заметнее в углубленное место можно втереть черную или любую масляную краску.

Травление можно производить также и газообразным фтористым водородом, который образуется при действии концентрированной H_2SO_4 на плавиковый шпат. В этом случае в качестве посуды берется свинцовая ванночка.

При травлении жидкой HF протравленное место остается прозрачным, при употреблении же газообразной — делается матовым. Травление с помощью HF нужно производить всегда в вытяжном шкафу.

Кроме описанной выше защитной замазки можно применять массу, получающуюся при сплавлении воска, парафина и плицеина.

Притирка пробок и кранов

Иногда в лаборатории нужно притереть кран или пробку или части аппарата, соединенные на шлифах. Необходимость в этом

возникает тогда, когда краны или шлифованные пробки или трубки начинают „пропускать“. Это имеет место в том случае, когда между пробкой и стенкой имеются зазоры, позволяющие жидкости или газу проходить через них. Перед началом притирки обе притирающиеся части очищаются от возможных загрязнений, смачиваются водой и покрываются материалом для шлифовки. В качестве последнего для притирочных работ следует применять очень тонкий наждак. При притирке ни в коем случае нельзя употреблять грубый наждак, так как он может дать царапины, которые уничтожить будет невозможно.

Только в том случае, когда ведут притирку при изготовлении аппарата или прибора, в самом начале можно применять грубый наждак, который затем заменяется более тонким.

Пробку с нанесенным слоем тонкого наждака вставляют в горло бутылки или колбы, которые держат в левой руке, а затем начинают быстро вращать пробку то в одну сторону, то в другую, совершая при этом спиралеобразные движения, как бы вгоняя или ввинчивая пробку, вынимая и снова вставляя ее. Только когда будет видно, что притирка заканчивается, можно просто поворачивать пробку, однако не надавливать на нее.

При остановках в движении нельзя оставлять пробку в горле, а следует обязательно вынимать ее.

Вместо воды иногда можно применять керосин или скипидар. Вместо же наждака при тонких работах применяют крокус, окись цинка или тонко размолотую окись алюминия.

Ручная притирка—операция очень утомительная, так как притирать приходится очень долго, совершая не один десяток или даже не одну сотню движений.

Поэтому иногда, а в стеклодувных мастерских всегда, применяют специальный станок, облегчающий притирку.

Хорошо притертый шлиф не мутный, а почти прозрачный. Пробка, вставленная в горло колбы, при хорошем шлифе даже без смазки держит прекрасно и почти прозрачна в месте соединения.

Это нужно помнить и всегда стремиться получить почти прозрачный шлиф, а не матовый.

18. ТЕРМОСТАТЫ И ТЕРМОРЕГУЛЯТОРЫ

Общие сведения

В некоторых случаях в лаборатории требуется иметь прибор, в котором поддерживалась бы постоянная температура. Такие приборы или аппараты с постоянной температурой, устанавливаемой по желанию, называются „термостатами“.

Термостаты продаются готовыми, но все же в лабораториях очень часто пользуются самодельными приборами. Покупной

термостат по внешнему виду (рис. 243) похож на сушильный шкаф с той однако разницей, что максимальная температура, достижимая в обычном термостате бактериологического типа, около 40° , в то время, как сушильный шкаф с электрическим или другим обогревом имеет минимальную температуру 50° .

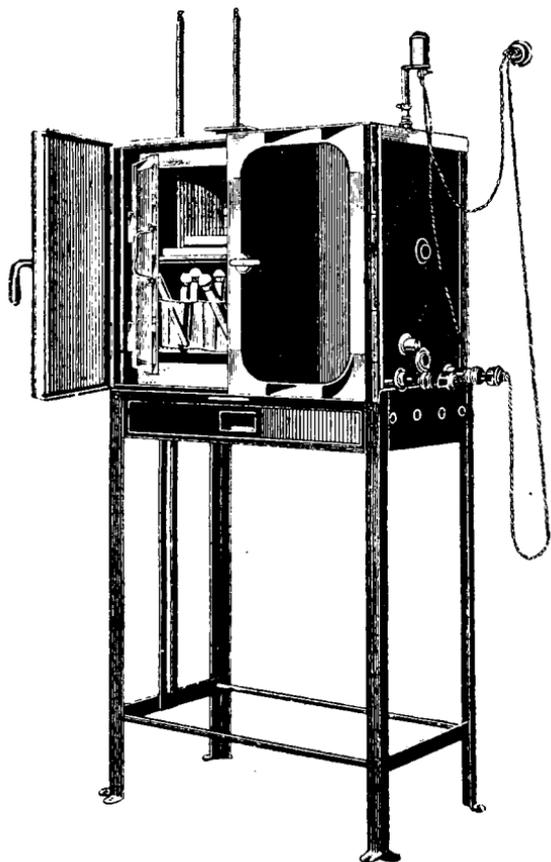


Рис. 243. Термостат с электрическим обогревом бактериологического типа.

Термостаты бывают как с электрическим, так и с газовым и с керосиновым обогревом и снабжаются терморегуляторами и термометрами. Обычно при покупке термостата прилагаются описание и способ обращения. Поэтому останавливаться на них подробно не стоит. Разберем некоторые самодельные термостаты, которые легче всего изготовить в лабораториях.

Термостат из сушильного шкафа с водяной рубашкой

Такой термостат будет напоминать обычный покупной. Для оборудования сушильного шкафа с водяной рубашкой под термостат делают так: подбирают стеклянный или металлический тройник (рис. 244), такой, чтобы в него можно было

очень свободно вставить стеклянную трубку, с внутренним диаметром не менее 5 мм. Этот тройник должен вставляться на резиновой пробке в отверстие для наливания воды в рубашку сушильного шкафа. Вместо резиновой пробки можно взять и резиновую трубку соответствующего диаметра.

Стеклянная трубка, вставляемая в тройник, должна соединяться с последним при помощи резиновой трубки (как у холодильника Либиха), причем наружный конец ее должен выступать из тройника не менее чем на 5 см, а другой длинный конец должен доходить почти до нижней стенки рубашки сушильного шкафа.

На боковую трубку тройника надевается резиновая трубка, которая отводится к водосливу.

В отверстие для термометра на верхней стенке шкафа вставляются или терморегулятор или контактный термометр (см. ниже), настроенные на нужную температуру.

Термостат работает следующим образом: вода из водопроводного крана слабым током протекает через водонагревательный аппарат, из него поступает через стек-

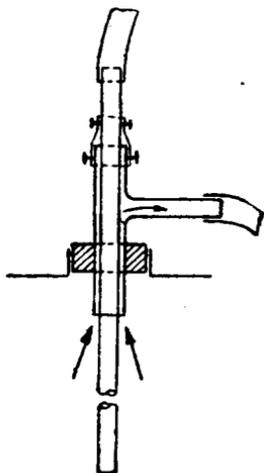


Рис. 244. Схема устройства для циркуляции воды в термостате, изготовленном из сушильного шкафа, с водяной рубашкой. Стрелками указано направление движения воды.

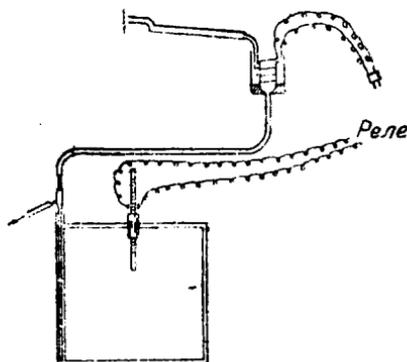


Рис. 245. Общая схема термостата из сушильного шкафа с водяной рубашкой.

лянную трубку, вставленную в тройник, в рубашку сушильного шкафа и через тройник же отводится резиновой трубкой в водослив (схема рис. 245).

Водонагреватель может быть изготовлен в лаборатории по схеме рис. 246. Водонагреватель и терморегулятор или контактный термометр соединены с реле. Реле можно изготовить в любой электротехнической мастерской из электрического звонка.

Общая схема термостата со всеми приспособлениями дана на рис. 245.

Термостат из аквариума или аккумуляторной ванны

Термостаты такого типа наиболее легко изготовить и потому они встречаются очень часто. Для их изгото-

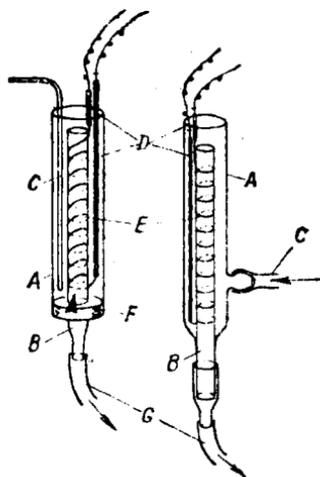


Рис. 246. Схема водонагревателя для термостата.

A — широкая трубка или половина холодильника Либиха. B — трубка для поступления нагретой воды в термостат. C — подвод воды из водопроводного крана. D — трубки со ртутью. E — обмотка для обогрева. F — пробка. G — резиновая трубка для соединения с термостатом.

вления берется обычный аквариум или большая аккумуляторная ванна.

Для того чтобы переоборудовать аквариум *A* в термостат, необходимо: 1) согнуть из стеклянной палки (толщиной 2—3 мм) четырехугольную рамку *B* и обмотать ее спиралью для нагрева; 2) приготовить 4 резиновые пластинки *F* вышиной в 1 см, на которые укладывается стеклянная рамка со спиралью так, как показано на рис. 247; 3) две стеклянные трубки *C*, наполненные ртутью и соединенные с одной стороны с концами спирали, а с другой (при помощи клемм) — с реле, или же кабель, который должен соединяться с обогревом; 4) ртутно-толуоловый терморегулятор *D* и 5) термометр *E*. Вместо терморегулятора и термометра можно употреблять контактный термометр, настроенный на определенную температуру.

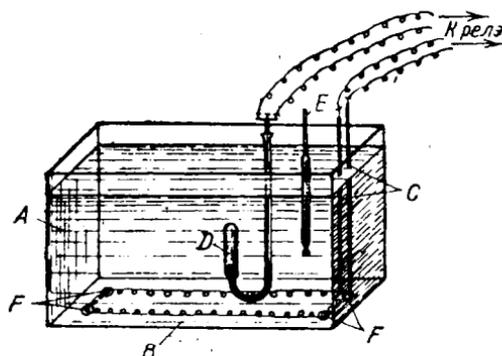


Рис. 247. Термостат из аккумуляторной ванны или аквариума.

Точно так же вместо спирали для обогрева можно употреблять другое устройство, изображенное на

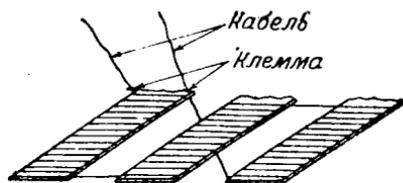


Рис. 248. Обогрев для водяного термостата.

рис. 248. Для оборудования термостата такой системы обогрева нужно взять стеклянные пластины, количество которых обуславливается как величиной термостата, так и необходимой температурой. Эти пластины обматываются проволокой и соединяются между собой последовательно.

На конце одной из пластин укрепляются две клеммы, соединенные с одной стороны с обогревателем, а с другой — с кабелем, соединенным в свою очередь с реле.

Терморегуляторы

Употребляются для оборудования термостатов и бывают самых разнообразных систем и видов. Однако из всех их предпочтение следует отдать так называемому «ртутно-толуоловому». Устройство его видно из рис. 249. Это чрезвычайно чувствительный прибор, который можно сделать в любой стеклодувной мастерской.

Он представляет собой капиллярную трубку, переходящую в нижней части в широкую трубку, оканчивающуюся изгибом с баллоном. Сбоку впаявается платиновая проволока. Сверху имеется широкая часть цилиндрической формы.

Для снаряжения такого терморегулятора прежде всего необходимо заполнить баллон *чистым перегнанным толуолом*. Это достигается таким образом: в верхнюю цилиндрическую часть терморегулятора наливается толуол, затем баллон терморегулятора опускается в горячую воду. Воздух, находящийся в баллоне, будет выходить через капилляр, и толуол частично войдет в него.

После этого баллон быстро охлаждается холодной водой, причем толуол перейдет внутрь. Повторяя эту операцию несколько раз, заполняют баллон.

Так же вводится и ртуть. Для настройки терморегулятора на определенную температуру поступают следующим образом: в верхнюю расширенную часть прибора вставляется клемма, в которой есть винт с припаянной к нему платиновой проволокой. Поднимая или опуская винт, устанавливают его на нужную температуру. Контакт между клеммой и впаивной в прибор проволокой осуществляется через реле¹.

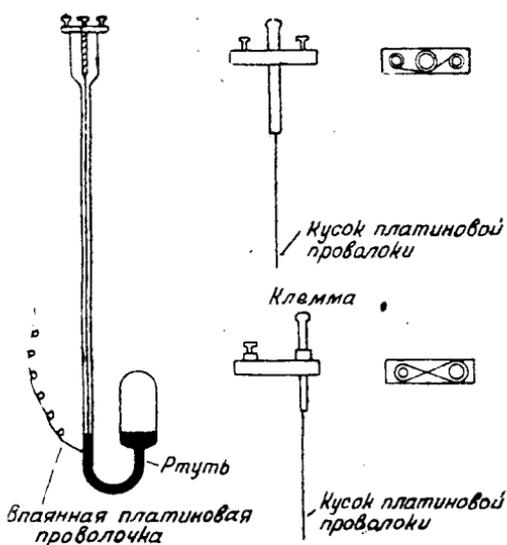


Рис. 249. Ртутно-толуоловый терморегулятор.

Контактный термометр

Заменяет и терморегулятор и термометр (рис. 250), поэтому он очень удобен и может быть рекомендован для всех случаев когда нужно регулировать температуру. Он соединяется непосредственно с реле и служит хорошо. Однако время от времени его нужно проверять. Контактный термометр перед установкой его в шкаф или термостат нужно настроить. Настройка заключается в том, что ртутный столбик устанавливают на нужной температуре. Чтобы достичь этого, переверачивают его частью *K* вверх и постукиванием конца *A* о ладонь стряхивают некоторое количество ртути в капилляр термометра и встряхиванием же добиваются того, чтобы эта ртуть слилась со столбиком. После этого переворачивают термометр и смотрят, показывает

¹ Более подробное описание термостатов и терморегуляторов, например ртутно-толуолавого газового терморегулятора и т. д., можно найти у Оствальд-Лютер-Друкер „Физико-химические измерения“, перев. с нем. (ОНТИ, Госхимтехиздат, 1934). Такое же описание дается в „Руководстве к лабораторным работам по физической химии.“ Вознесенский и Ребиндер, Госиздат, 1928 г.

ли столбик нужную температуру. Если еще нет, то повторяют встряхивание по вышеописанному. Если же столбик показывает больше, чем нужно, то осторожными ударами по части *A* стряхивают излишек. **Никогда не следует ударять по ртутному резервуару *K* термометра.** Этим его можно поломать.

Клеммы служат для присоединения контактного термометра к реле.

Если контактный термометр вставляется в сушильный шкаф, его следует обернуть асбестом или же сделать асбестовую пробку размера, соответствующего величине отверстия для термометра в шкафу. Для этого нужно приготовить густую асбестовую кашу и обложить ею термометр так, чтобы получилась пробка. Затем, дав подсохнуть асбестовому слою на термометре, вставляют его в шкаф и, если нужно, подмазывают асбестом.

В термостат контактный термометр следует вставлять на корковой или резиновой пробке, придерживаясь тех правил обращения с последними, которые указаны выше в главе о пробках.

Газовый терморегулятор

При обогревании термостатов или сушильных шкафов светильным или карбюраторным газом для регулировки нагревания применяются специальные терморегуляторы. Устройство одного из них видно из рис. 251 (верхняя часть). Газовый терморегулятор имеет основное тело *A*, помещающееся в термостат, сушильный шкаф или в другой нагреваемый прибор. Эта часть терморегулятора заполнена ртутью. Сбоку верхней части прибора имеется отвод *o*, в который вставлен на шайбе *r* регулировочный винт *p*. В верхнюю часть прибора вставляется тройник особого устройства *B*. Газ поступает из проводки (от газового крана) в конец *a*, проходит перпендикулярный конец тройника в терморегулятор и из отвода *d* направляется к горелке.

Рис. 250. Контактный терморегулятор.

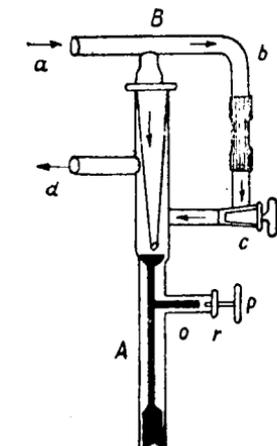


Рис. 251. Газовый терморегулятор.

Если температура поднимется немного выше нужного предела, выступившая ртуть закроет поступление газа из перпендикулярного конца тройника и газ направится по трубке *b* и будет поступать в горелку слабой струей через стеклянный кран *c*, соединяющий тройник с верхней частью прибора при помощи узкого

отверстия. Тогда пламя горелки уменьшится. В тот момент, когда температура упадет ниже нужного предела, ртуть снова откроет доступ газу попрежнему.

При помощи винта p можно настраивать терморегулятор очень точно.

Термостаты для низких температур или холодильники

Для сохранения легко летучих веществ в летнее время и вообще во всех случаях, когда какое-либо вещество должно выдерживаться при низкой температуре, устраиваются специаль-

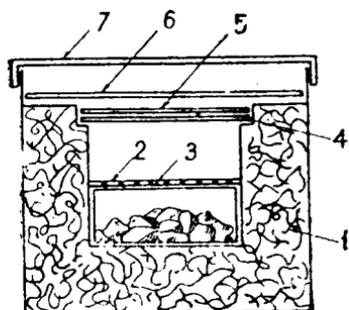


Рис. 252. Холодильник или термостат для низких температур.

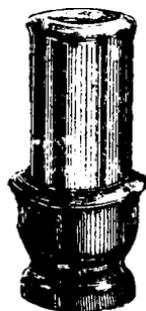


Рис. 253. Сосуд Дьюара цилиндрический.



Рис. 254. Колба Дьюара.

ные термостаты для низких температур. Их делают в форме ящиков, круглыми и т. д. Разрез одного такого термостата представлен на рис. 252.

Как видно из рисунка, термостат представляет собой двухстенный ящик 1, причем промежутки между стенками заполнен каким-нибудь теплоизоляционным материалом, например мелкой пробкой, воздушным торфом, ацетилцеллюлозой, деревянными опилками и т. д. Расстояние между стенками должно быть минимум 10 см и такой же толщины должен быть и теплоизоляционный слой. Внутри, на дно, ставится железный ящик 2 с ручками, складывающимися внутрь. Этот ящик служит для помещения в него льда. Сверху на этот ящик кладется деревянная решетка 3 с такими отверстиями, чтобы ими можно было пользоваться для помещения некоторых приборов, но чтобы вместе с тем поставленные колбы или банки не проваливались.

Первая крышка 4 — деревянная, обитая изнутри войлоком. Точно так же и вторая крышка 5. Третья крышка 6 просто деревянная, без войлока. Наконец последняя 7 является крышкой всего ящика.

Такое устройство позволяет сохранять низкую температуру довольно долго. Периодически, по мере таяния льда или снега, железный ящик вынимается, вода из него выливается, и он снова наполняется льдом.

Применяя охлаждающие смеси, о которых уже упоминалось выше, температуру в термостате можно держать ниже 0°.

Для достижения низких температур иногда применяют *жидкий воздух*. Температура его достигает —180°. Жидкий воздух хранится и перевозится в специальных так называемых дьюаровских сосудах. Особенностью их устройства является то, что это — двухстенные сосуды, причем пространство между стенок эвакуировано. Стенки сосуда посеребрены. Зеркало отражает лучи и предотвращает разогревание сосуда. На рис. 253, 254 и 255 приведены наиболее распространенные формы дьюаровских сосудов, причем на рис. 255 изображен сосуд, приспособленный для хранения и перевозки жидкого воздуха.

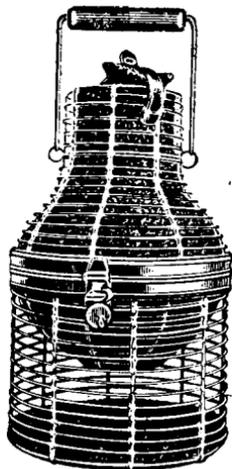


Рис. 255. Сосуд Дьюара, приспособленный для переноски.

Сухой лед. В тех случаях, когда охлаждаемое вещество не боится углекислоты или же последняя будет способствовать сохранению его, полезно применять в холодильниках так называемый „сухой лед“, являющийся, собственно, твердой углекислотой. Сухой лед имеет температуру —78°, испаряется медленно, не оставляя после себя никакой грязи или жидкости.

Если стенки термостата имеют хорошую изоляцию, заложенная порция сухого льда может служить без возобновления несколько дней.

Фабричное изготовление сухого льда в СССР (Москва) налажено и например московские лаборатории могут им пользоваться для своих нужд.

19. НЕКОТОРЫЕ ПОЛЕЗНЫЕ РЕЦЕПТЫ

Замазки

В лаборатории довольно часто приходится самому собирать аппараты или приборы, причем бывает нужно соединить стекло со стеклом, стекло с металлом и т. д. В этих случаях применяются разного рода замазки. Ниже приводятся рецепты некоторых замазок.

Менделеевская замазка — самый распространенный вид замазки. Ею удается скреплять стекло со стеклом, стекло с металлом и т. д.:

а)	Канифели	100	вес.	г.
	Воска желтого	25	”	”
	Мумии	40	”	”
	Льняной олифы	0,1—1	”	”
б)	Канифели	30	”	”
	Воска желтого	8	”	”
	Мумии	10	”	”
	Льняного масла	1	”	”

Воск, возможно чистый, расплавляется в металлической чашке, образующаяся пена снимается, а если есть осадок, воск переливается в другую чашку. Нагревание нужно вести на слабом огне. К расплавленному воску постепенно, при постоянном помешивании, добавляется понемногу канифоль в виде порошка, и смесь нагревается до тех пор, пока при температуре 150—200° не исчезнет запах скипидара.

Тогда к смеси добавляют просеянную и прокаленную еще теплую мумию. Нагревание продолжается до полного смешения мумии. Если нужно иметь более мягкую замазку, добавляют льняную олифу или масло. Расплавленную замазку переливают в форму в виде плиток, для чего могут служить небольшие фотографические кюветы или даже железные крышки от разных банок.

Перед употреблением замазка расплавляется и наносится на места, подлежащие соединению.

Вместо мумии можно пользоваться также пемзой.

Сургуч

Канифоли	20	вес.	ч.
Сосновой серы	10	"	"
Жидкого терпентина	5*	"	"
Мела	8	"	"
Тяжелого шпата	12	"	"
Мумии	8—10	"	"

Готовится таким образом: вначале расплавляются терпентин и сосновая сера, затем в смесь вносится канифоль и, после того как они расплавятся, — остальные составные части.

Кислото- и щелочнеупорная замазка. Хорошие результаты дает следующая замазка, которая почти не разрушается кислотами и щелочами:

Сернокислого бария	1	вес.	ч.
Асбестовой муки	2	"	"
Жидкого стекла 50° Вё	2	"	"

Замазка, не поддающаяся действию воды, кислот, щелочей, не растворимая в большинстве органических растворителей, готовится из глета и глицерина.

Хорошо промытый свинцовый глет смешивается с глицерином в однородную, густую массу. Глицерин можно брать технический желтого цвета, но только чтобы он содержал мало воды, т. е. был бы достаточно вязким. Места, подлежащие склеиванию, предварительно нужно смазать глицерином и уже потом класть замазку. Количество глицерина и глета, необходимое для приготовления замазки, зависит от вязкости глицерина. В среднем нужно брать на 1 вес. ч. глицерина 10 вес. ч. глета.

Эта замазка очень быстро становится чрезвычайно твердой.

Водоупорная замазка. Тонко просеянная гашеная известь смешивается с рыбьим жиром до получения тестообразной массы нужной консистенции. В этом виде она и употребляется. Через сутки замазка сильно затвердевает.

Вазелиновая мазь для смазывания стеклянных пробок готовится сплавлением равных частей вазелина и парафина или церезина. После сплавления мазь отфильтровывают через какую-нибудь чистую тряпочку еще в горячем состоянии.

Обработка лабораторного стола

Так как дерево легко поддается действию кислот и щелочей, что особенно часто случается с ничем непокрытыми лабораторными столами, то для предохранения их доски стола можно обработать следующим образом: доску или стол пропитывают морилкой из дубовой коры или раствором таннина, затем раствором хлорного железа или железного купороса (8—10%), и наконец, когда стол подсохнет, его натирают 3—4 раза сырым льняным маслом. После такой обработки стол можно мыть мылом, и на него не действуют ни щелочи, ни кислоты.

Краска для надписей на бутылках

Растворимого натрового стекла 30° Вé	12	частей
Дистиллированной воды	15—18	„
Отмученной белой глины или сернокислого бария	10	„
Кремнекислоты	1	„

Кремнекислота может быть получена путем обработки растворимого стекла соляной кислотой. При этом кремнекислота выпадает в коллоидном состоянии. Ее хорошо промывают, просушивают и размельчают.

Для получения цветных красок добавляют минеральные красители, как например ультрамарин, сажу, сурик, охру и т. д.

Такая краска хорошо держится на стекле и не смывается водой, органическими растворителями, большинством кислот и щелочей.

Лабораторный воск

Готовится смешиванием:

Воска	95	частей
Венецианского терпентина	5	„

Получается замазка, размягчающаяся уже при нагревании в руке.

Быстро затвердевающая замазка

Быстро затвердевающая замазка готовится из хлористого цинка. Для ее приготовления смешивают 60%-ный раствор хлористого цинка с тонко измельченной, свободной от углекислых солей окисью цинка. Последняя должна храниться без доступа воздуха, так как она из него постепенно поглощает углекислоту. Продажную окись цинка перед употреблением нужно обработать следующим образом: замешав в кашицу с 2%-ной азотной кислотой, высушить и прокалить докрасна в тигле. После этого размельчить и до употребления хранить, как указано выше.

Эта замазка затвердевает очень быстро, не больше чем через минуту, и по твердости превосходит все остальные замазки.

Жидкое стекло

Также может применяться с успехом во многих случаях, особенно если его замешать с асбестом, волокном или тому подобными материалами.

Легкоплавкие сплавы

Легкоплавкие сплавы как для металлических бань, так и другого применения.

Сплав Розе (темп. пл. 94°):

висмута	2	вес. ч.
свинца	1	" "
олова	1	" "

Сплав Вуда (темп. пл. 65,5°):

кадмия	4,5	вес. ч.
свинца	10,3	" "
висмута	10,4	" "
олова	6	" "

Гипс

Хорошей замазкой может служить гипс, предварительно прокаленный и замешанный не с водой, а с водным раствором желатины (1—3%-ный).

Карандаш для стекла

Когда на стеклянную посуду или часть прибора нельзя наклеивать этикетку, или последняя нежелательна, или нужно на стекле сделать какую-либо надпись, следует применять карандаш для стекла. Ниже приводится несколько рецептов для изготовления их.

Такие карандаши необходимо иметь в каждой лаборатории и если их нет в продаже, — сделать самим.

Черный карандаш

а) Пчелиного воска	20	частей
Спермацета	40	"
Сала	30	"
Сажи ламповой	60	"
б) Воска пчелиного	40	"
Сала	10	"
Сажи ламповой	10	"

Вначале расплавляются воск, спермацет и сало. В расплавленную массу постепенно при помешивании добавляется ламповая сажа, не содержащая твердых частиц (песка, угля и т. д.).

Перед работой же следует сделать из бумаги трубочки. Для этого вокруг круглого карандаша или стеклянной палки обматы-

вают два слоя бумаги, заклеивают ее и карандаш или стеклянную палку вынимают. Один конец бумажной трубки закрывается. Установив трубку вертикально, в нее наливают горячую жидкую массу и дают остыть. Бумага обрывается по мере израсходования карандаша.

Вместо бумажной трубки можно применять и металлическую, но в этом случае стенки трубки нужно протереть тальком, а после застывания массы — слегка нагреть трубку, чтобы выпал карандаш.

Иногда дают массе затвердеть, налив ее в плоскую кюветку, а затем режут на брусочки нужного размера.

Если есть возможность, еще теплую полутвердую массу можно выдавить через трубку.

В качестве форм также удобны сверла для пробок

Карандаш белый

Воск пчелиный	20 частей
Сало	30 "
Окись цинка	50 "

Карандаш красный

Воск пчелиный	25 частей
Спермацет	100 "
Сало	15 "
Сурик	150 "

Карандаш голубой

а) Воск пчелиный	20 частей
Сало	10 "
Прусская голубая	10 "
б) Воск пчелиный	20 "
Спермацет	40 "
Сало	30 "
Прусская голубая	60 "

20. О ПОЖАРАХ В ЛАБОРАТОРИЯХ

Пожары в химических лабораториях — явление довольно частое. Получаются они в большинстве случаев по вине работающих. При несоблюдении упомянутых выше предосторожностей при обращении с легко горючими веществами, например при их дистилляции, фильтровании и т. д., образующиеся пары загораются от близстоящей горелки, происходит взрыв, горящая жидкость разливается по столу или в вытяжном шкафу, и лаборатории грозит иногда серьезная опасность.

Поэтому следует точно соблюдать все те меры предосторожности, которые упоминались выше.

При работе с легко горючими веществами нужно всегда иметь под рукой листовой асбест, песок или другие средства тушения.

Когда **загоревшиеся вещества**, например бензин, скипидар, **в воде не растворяются, тушить водой их нельзя**, так как таким путем пожар не останавливается, а, наоборот, усиливается.

Воспламенившиеся вещества, не растворимые в воде, следует тушить или накрыванием пламени асбестом или засыпанием песком.

Очень хорошо применять для тушения пожаров **четырёххлористый углерод**, который при соприкосновении с огнем образует очень тяжелые пары, обволакивающие горящее место и тушащее его.

Все вещества, растворяющиеся в воде, можно водою же и тушить. Если в лаборатории нет пожарного крана, то следует быстро насадить на водяной кран резиновую трубку и направлять струю воды в низ пламени. Если горит лабораторный стол, — **немедленно открыть все водопроводные краны**, находящиеся на нем.

Кроме всего прочего в лаборатории обязательно нужно иметь **огнетушитель**, который должен висеть на доступном месте. Обращение с ним очень простое, и описание имеется на каждом огнетушителе.

Самое главное, о чем нужно помнить при пожарах, — это **не давать пламени приближаться к местам, где хранятся или стоят легко воспламеняющиеся вещества**, и затем не терять присутствия духа и не устраивать паники.

Следовательно на случай пожара в лаборатории всегда должны быть: 1) огнетушитель; 2) ведро с мелким песком; 3) листовой асбест; 4) четыреххлористый углерод; 5) пожарный рукав.

21. МЕДИЦИНСКАЯ ПОМОЩЬ В ЛАБОРАТОРИИ

В лабораториях очень часто бывают случаи, требующие неотложной медицинской помощи. Обрезывание рук стеклом, ожоги горячими предметами, кислотами, щелочами — явление обычного порядка.

Поэтому в лаборатории всегда должны быть:

1) бинты, 2) гигроскопическая вата, 3) раствор иода (3⁰/₀-ный), 4) 2⁰/₀-ный раствор борной кислоты, 5) 2⁰/₀-ный раствор уксусной кислоты, 6) 3—5⁰/₀-ный раствор двууглекислой соды, 7) мазь от ожогов, 8) коллодий.

При поранениях стеклом нужно убедиться в том, что в ранке не осталось стекла, затем быстро обмыть, смазать иодом и перевязать пораненное место. Вместо повязки небольшую рану можно залить коллодием или заклеить английским пластырем.

При ожогах кислотами обожженное место нужно прежде всего обмыть раствором двууглекислой соды, а при ожогах щелочами — раствором уксусной кислоты. При горячих ожогах

обожженное место можно смазать мазью от ожогов или же натереть мылом или смазать вазелином и посыпать двууглекислой содой¹.

Мазь от ожогов можно сделать самим. Для этого нужно иметь наготове 3 склянки: одну — с льняным или оливковым маслом, другую — с известковой водой и третью пустую. Перед употреблением в пустую банку наливают приблизительно одинаковое количество масла и известковой воды, закрывают банку и сильно взбалтывают до получения эмульсии молочного вида. После этого вату, смоченную эмульсией, прикладывают к обожженному месту и слабо перевязывают.

В случае отравления какими-либо веществами следует оказать первую помощь до прибытия врача. Ниже дается перечисление обычных случаев отравления².

<i>Отравление</i>	<i>Противоядие</i>
<i>Кислоты</i>	Мыльная вода, магнезия, сода (кроме отравления азотной), известковая вода, мука с водой, слизистые отвары (например льняного семени)
Соляная Серная Азотная Щавелевая Уксусная Фенол (карболовая к-та)	
<i>Щелочи</i>	5%-ная уксусная кислота, лимонная кислота или сок
Едкие щелочи Аммиак Поташ	
<i>Мышьяк</i>	Молоко, сырые яйца, известковая вода
и его соединения	
<i>Соли</i>	Яичный белок, большое количество молока
Свинцовая Медная Ртутная Селитра	
<i>Иод</i>	Крахмал с водой, вязущие настоики, крепкий чай или кофе
<i>Сурьмянистые соединения</i>	

¹ Можно рекомендовать прекрасное средство при горячих ожогах: 1) при мочки из абсолютного спирта (или даже 96%), 2) смазывание очень концентрированным раствором $KMnO_4$. Образующееся темное пятно от выделившейся MnO_2 можно позднее уничтожить раствором $H_2C_2O_4$.

² Для желающих ознакомиться подробнее с этим вопросом можно рекомендовать книжку Максимовой С. Н. и Ярославского И. С. „Меры безопасности в химической лаборатории“. „Первая помощь в несчастных случаях и меры предупреждения их“, КОИЗ, 1937 г.

22. О РАБОТЕ С ЛИТЕРАТУРОЙ И О СОСТАВЛЕНИИ ОТЧЕТОВ.

Каждому химику, особенно исследователю, приходится постоянно обращаться к литературе, как к отечественной, так и иностранной.

При исследовательских работах бывает особенно необходимо и важно собрать всю литературу по данному вопросу, так как только тогда можно надеяться, что исследуемый вопрос получит достаточно полное предварительное изучение и освещение. Поэтому чрезвычайно важно уметь обращаться с литературой и находить то, что нужно.

Следует взять себе за правило, что, прежде чем приступить к какой-либо работе, необходимо собрать всю литературу, познакомиться с нужными статьями, составить себе картотеку по интересующему вопросу и после ознакомления с литературой написать литературный отчет, в котором осветить вопрос по литературным данным, дать их критическую оценку и только после этого составить детальный план работы. Такая предварительная подготовка чрезвычайно полезна, плодотворна и сокращает срок проведения работы, так как человек будет избегать тех ошибок, которые делались до него, и представление об исследуемом им предмете для него будет особенно ясным.

Но случается и так, что литературы по какому-либо вопросу совершенно нет. Тогда нужно ознакомиться со смежными с данным вопросами и особенно тщательно подготовиться теоретически. Это также служит основанием к надежде на быстрое разрешение вопроса.

Поэтому не нужно жалеть времени на работу в библиотеке

Как приступить к ознакомлению с литературой? С чего начинать? Этот вопрос прежде всего встает у человека, первый раз приступающего к самостоятельной работе.

Как правило, всякие поиски литературы нужно начинать с „Chemische Zentralblatt“, издающегося на немецком языке и достаточно полно реферирующего все журналы на всех языках. В год выходит 2—4 тома. За каждый год имеется так называемый Sachregister, т. е. указатель по предметам. С него и нужно начинать. Найдя в нем соответствующее слово, нужно выписать на отдельном листочке все номера страниц, стоящие у слова, производя запись например так:

C, 1930: I, 36, 78, 92, 139, 258 и т. д.

II, 112, 367, 954, 2020 и т. д.,

что означает название журнала, год, том и страницу, так как в международной номенклатуре сокращенных названий журналов принят этот журнал обозначать через C.

После того как выписаны все страницы, нужно взяться за самый журнал. Найдя в нем нужную страницу, ищут реферат нужной статьи и делают соответствующую выписку. Для работы

в библиотеке нужно запастись карточками, а если их нет,—тетрадь, на каждой странице которой делать поля не менее 5 см.

Запись ведется так: на полях пишут обозначения для Zentralblatt, под ним—журнал, в котором напечатана реферированная статья или номер патента и время его выдачи. Запись в тетради будет выглядеть например следующим образом:

C. 1932, II, 796	Willy Seck. К вопросу об отбелке хлором
Melliands Textilber. 13, 314—16 (1932 г.)	Целлюлоза хлопка адсорбирует из слабощелочных растворов гипохлорита измеримые количества последнего и т. д.

или же для патентов:

C. 1933, I, 2342 DRP 569596 (1933 г.) кл. 29 в.	Ernst Bleiber. Способ получения и т. д.
--	---

Аналогичным образом заполняются и карточки. Последние для работы удобнее, так как после подбора всей литературы их удобнее систематизировать по группам и вопросам, чем облегчается составление литературного отчета.

Так постепенно обрабатываются все года.

Ограничиваться одними рефератами ни в коем случае нельзя. Нужно обязательно найти статью в указанном журнале, прочесть ее, записать из нее все, что представляет интерес, снять копии кривых, схемы, нужные таблицы. Одновременно отметить в тетради и литературные ссылки, приведенные в статье, и ознакомиться по возможности с ними.

Вместо Zentralblatt полезно просмотреть американский Chemical Abstracts, журнал того же типа. Затем нужно познакомиться со специальными справочниками. Так, для органиков нужно познакомиться с многотомным трудом Beilstein, Stolzner, для неоргаников — с Gmelins Handbuch für anorganische Chemie и т. д.

На русском языке справочников подобного типа нет. Поэтому нужно знать, какие журналы помещают у себя статьи по данному вопросу, и просматривать в них оглавления, обычно помещаемые в последнем номере за данный год.

Кроме того нужно посмотреть техническую энциклопедию Ullmann и советскую, специальные книги по данному или смежным с ним вопросам.

В статьях обязательно следить за литературными ссылками.

Очень важно приучить себя составлять толковые рефераты. Полезно, если есть время, сделать перевод нужной статьи или же постараться добыть уже готовый. Переводы статей, аннотации

и целые картотеки, правда не совсем полные, можно выписывать из конторы обмена опытом Оргхима (Москва) или из ЦИТЭИН ОРГСО (Москва).

Во время работы нужно систематически следить за всеми русскими и иностранными журналами и взять себе за правило хотя бы раз в декаду провести вечер в библиотеке, где просматривать все новинки.

Приучить себя к пользованию литературой с первых же шагов самостоятельной работы чрезвычайно важно, так как этим прививается навык к поискам нужного материала, быстрая ориентировка в нем и постоянная практика в иностранных языках, знание которых для химика, безусловно, обязательно.

При повседневной же работе нужно пользоваться обычными справочниками, как „Спутник химика“, „Таблицы физико-химических констант“, „Справочник физических и химических констант“ (приложение к технической энциклопедии) и др. Очень полезно, особенно для органиков, четыре тома Губена и Вейля „Методы органической химии“ (часть их издается в русском переводе), затем Оствальд, Лютер и Друкер. „Физико-химические методы исследования“, где можно найти много полезного при всякого рода исследованиях. Для облегчения поисков нужных иностранных журналов по их сокращенным названиям ниже дается таблица полных названий наиболее важных журналов на наиболее распространенных языках с принятым обозначением сокращенного названия.

Составление отчетов о работе, особенно научно-исследовательского характера, часто представляет большее затруднение, в особенности для молодых химиков. Поэтому очень важно привить себе определенную систему описания отчетов, которые можно было бы не только хранить в архивах, но и помещать в журналах.

Если ознакомиться ближе с огромным литературным материалом журнального характера, наиболее отвечающего запросам химиков, можно усвоить определенную методику составления отчетов.

Каждый отчет о законченной работе должен состоять из следующих частей:

1. Сущность поставленной задачи.
2. Литературный обзор.
3. Методика работы.
4. Описание экспериментов (экспериментальная часть).
5. Выводы.

В первой части освещается задача исследования или другой работы, почему работа была поставлена, какой интерес и какое значение она имеет.

Во второй части необходимо дать обзор литературы по данному вопросу, разобрать критически имеющийся материал и на основе этого отметить те пути, по которым пошло данное исследование.

К составлению литературного обзора нужно отнестись очень

внимательно и сделать его еще до начала экспериментальной работы. По возможности нужно изучить всю имеющуюся по данному вопросу как журнальную и книжную литературу, так и патентную.

Только на основе литературного отчета, когда вопрос получит достаточно серьезное освещение, следует составлять план работы.

Третья часть — описание методики работы. В этой части нужно с достаточной полнотой осветить не только методику проведения тех или иных анализов, испытаний на приборах и пр., но нужно дать систему, по которой производилась работа.

В этой части нужно указывать, какое например сырье служило предметом исследования, его характеристика, анализ, характеристика и анализ других материалов, применявшихся при исследовании.

Хорошая обработка этой части значительно облегчает изложение четвертой части — экспериментальной. Здесь описываются проводимые эксперименты, все наблюдения, даются результаты испытаний в виде таблиц и кривых, номограмм и пр., схемы установок или фотографии их. Нужно помнить, что экспериментальная часть уже не должна содержать описания методов исследования, но только результаты их. Все таблицы нужно составлять с возможной тщательностью, полно и только при очень большом цифровом материале можно давать среднее значение. Всякого рода таблицы и кривые являются очень ценным материалом для всякой работы, так как на основе их делаются те или иные выводы. Поэтому и нужно, чтобы работа по возможности полно освещала полученные результаты.

Последняя, заключительная часть отчета должна содержать выводы из работы на основе тех данных, которые приведены в экспериментальной части. В выводах нужно дать не только синтез того, что сделано, но указать и на те новые вопросы, которые неизбежно возникают в результате каждой работы.

При писании отчетов обязательно нужно следить за *стилем* и *слогом* изложения. Нужно стремиться написать отчет *грамотно*, *литературным языком*, *избегая длинных предложений*, *неправильных выражений* и пр. Легкость слога обеспечивает правильное понимание изложенного.

По возможности нужно избегать лишнего, мало относящегося к делу материала. Нужно приучить себя излагать мысль *кратко*, но достаточно полно, и *не витиевато*. Язык научных статей и отчетов должен быть легким, чтобы напечатанная научная статья и отчет читались без напряжения и легко. Конечно это дается не сразу. Поэтому-то химик и должен читать не только научные работы, но и беллетристику. Только таким путем можно выработать стиль письма, правильность и легкость его.

Литературно хорошо написанная работа легче доходит до сознания читающего, чем написанная сухим, тяжелым языком.

Важнейшие журналы и их условные сокращения

Полное название	Условное сокращение
<i>а) На немецком языке</i>	
1. Allgemeine österreichische Chemiker und Techniker Zeitung (Wien)	Allg. oest. chem. Z.
2. Monatshefte für Chemie und verwandte Teile andere Wissenschaften (Wien)	Mon. f. chem.
3. Angestellter in der chemischen Industrie (Berlin)	Angest. ch. Ind.
4. Apparatebau	AB или App. bau
5. Berichte der Deutschen chemischen Gesellschaft	1) B., или 2) Ber. D. ch. Ges. или 3) Ber. (более употребительны первое или третье)
6. Chemiker Zeitung (Göthen)	Chem. Ztg.
7. Chemische Apparatur	Ch. App.
8. Chemische Fabrik	Ch. Fab. или Ch. Fabrik
9. Chemische Industrie	Ch. Ind.
10. Farbe und Lack	F. u. L.
11. Journal für praktische Chemie	J. prakt. Ch.
12. Justus Liebig's Annalen der Chemie	Lieb. Ann.
13. Kolloidchemische Beihefte	Koll. Bh.
14. Kolloid Zeitschrift	Koll. Ztschr или Koll. Z.
15. Kunststoffe	Kstoffe или KS
16. Naturwissenschaften	Ntwissensch. или NW
17. Nitrocellulose	Nitrocell.
18. Zeitschrift für analytische Chemie	Ztschr. An. Chem. или Zft. f. Anal. Ch.
19. Zeitschrift für angewandte Chemie	Ztschr. f. ang. Ch. или Zts. Angew. Chem.
20. Zeitschrift für Elektrochemie und angewandte physikalische Chemie	Ztschr. Elektroch. или Zts. Elektrochem.
21. Zeitschrift für physikalische Chemie, Stöchiometrie und Verwandtschaftlehre abt. A; Abt. B.	Ztschr. Phys. Chem. или Zts. Phys. Chem.
22. Chemisches Zentralblatt	C
<i>б) На английском языке</i>	
1. Английские	
1. Analyst	An.
2. Chemical Age	Ch. Age
3. Chemical Trade Journal & chemical Engineer	Chem. Trade J.
4. Journal of the chemical Society	J. ch. Soc. London
5. Journal of the Society of chemical Industrie	Chem. & Ind.
6. Proceedings of the chemical Society	Proc. ch. Soc. Lond.
7. Transaction of the Faraday Society	Trans. Farad. Soc.
8. British Chemical Abstracts	Br. ch. Abstr.
2. Американские	
1. American Journal of Science	Am. J. Sc.
2. Chemical Review	Ch. Rev.
3. Industrial and Engineering Chemistry	Ind. & Eng. Chem
4. То же, Analytical Edition	Ind. Eng. Chem. Anal. Ed.
5. Journal of Chemical Education	J. Ch. Educ.
6. Journal of Physical Chemistry	J. Phys. Chem.
7. Journal of American Chemical Society	J. Am. Ch. Soc.

Полное название	Условное сокращение
8. Transactions of the American Institute of chemical Engineers	Trans. Am. Inst. Ch. Eng.
9. Chemical Abstracts	Ch. Abstr.
3. Японские	
1. Bulletin of the chemical Society of Japan. В этом журнале статьи печатаются не только на английском, но и на немецком и французском языках, как и в остальных японских журналах, имеющих специальные издания на не японском языке	Bull. Ch. Soc. Jap.
2. Japanese Journal of Chemistry	Jap. J. Chem.
3. Journal of Faculty of Science (Imperial University)	J. Fac. Sc. Tokyo
4. Journal of the Society of chemical Industrie	J. Soc. Ch. Ind. Tokyo
с) На французском языке	
1. Французские	
1. Annales de chimie	Ann. Chim.
2. Annales de chimie analytique et de chimie appliquée et revue de chimie analytique reunies	Ann. Chim. An.
3. Bulletin de la Société chimique de France	Bull. Soc. ch. Fr.
4. Chimie et industrie	Chim. & Ind.
5. Comtes rendus hebdomadaires des séances de l'Academie des sciences.	C. r. или CR
6. Revue des produits chimiques	Rev. Prod. ch.
2. Чехословацкие	
1. Collection des Travaux chimiques de la Tchecoslovaquie	Coll. Trav. Tchech.
3. Швейцарские	
1. Helvetica chimica Acta (печатает статьи также и на немецком языке)	Helv. Ch. A.

ТАБЛИЦЫ

1. Таблица атомных весов химических элементов (1937 г.)

Название	Символ	Атомный вес	Название	Символ	Атомный вес
Алюминий	Al	26,97	Неодим	Nd	144,27
Аргон	Ar	39,944	Неон	Ne	20,183
Азот	N	14,008	Никель	Ni	58,69
Барий	Ba	137,36	Ниобий	Nb	92,91
Бериллий	Be	9,02	Олово	Sn	118,70
Бор	B	10,82	Осмий	Os	191,5
Бром	Br	79,916	Палладий	Pd	106,7
Ванадий	V	50,95	Платина	Pt	195,23
Висмут	Bi	209,00	Полоний	Po	210,0
Водород	H	1,0078	Празеодим	Pr	140,92
Вольфрам	W	184,00	Протактиний	Pa	231,0
Гадолиний	Gd	157,3	Радий	Ra	226,05
Галлий	Ga	69,72	Рений	Re	186,31
Гафний	Hf	178,6	Родий	Rh	102,91
Гелий	He	4,002	Ртуть	Hg	200,61
Германий	Ge	72,60	Рубидий	Rb	85,44
Гольмий	Ho	163,5	Рутений	Ru	101,71
Диспрозий	Dy	162,46	Самарий	Sm	150,43
Европий	Eu	152,0	Свинец	Pb	207,22
Золото	Au	197,2	Сера	S	32,06
Железо	Fe	55,84	Селен	Se	78,96
Индий	In	114,76	Серебро	Ag	107,880
Иод	J	126,92	Скандий	Sc	45,10
Иридий	Ir	193,1	Стронций	Sr	87,63
Иттербий	Yb	173,04	Сурьма	Sb	121,76
Иттрий	Y	88,92	Тантал	Ta	180,88
Кальций	Ca	40,08	Таллий	Tl	204,39
Кадмий	Cd	112,41	Теллур	Te	127,61
Кассиопий или лютеций	Cp Lu	175,0	Тербий	Tb	159,2
Калий	K	39,096	Титан	Ti	47,90
Кислород	O	16,00	Торий	Th	232,12
Кобальт	Co	58,94	Тулий	Tu	169,4
Криптон	Kr	83,7	Углерод	C	12,0
Кремний	Si	28,06	Уран	U	238,14
Ксенон	X	131,3	Фтор	F	19,0
Лантан	La	138,92	Фосфор	P	31,02
Литий	Li	6,94	Хлор	Cl	35,457
Магний	Mg	24,32	Хром	Cr	52,01
Марганец	Mn	54,93	Церий	Ce	140,13
Медь	Cu	63,57	Цезий	Cs	132,91
Молибден	Mo	96,0	Цинк	Zn	65,38
Мышьяк	As	74,91	Цирконий	Zr	91,22
Натрий	Na	22,997	Эманация (радон, нитон)	Em (Rn, Nt)	222,0
			Эрбий	Er	167,64

2. Солевые ванны (наиболее доступные)

Соль	Количество соли, растворенное в 100 г воды, в г	Температура кипения раствора в градусах
NH ₄ Cl (хлористый аммоний)	87,1	114,8—115
CaCl ₂ (хлористый кальций)	305	178
K ₂ CO ₃ (углекислый калий)	202,5	133,5
NaCl (хлористый натрий)	40,7	108—109

3. Удельные веса и содержание водных растворов едкого натра при 15°

Уд. вес	Проценты NaOH	1 л содер- жит NaOH в г	Уд. вес	Проценты NaOH	1 л содер- жит NaOH в г
1	2	3	1	2	3
1,007	0,61	6,143	1,220	19,58	238,88
1,014	1,20	12,168	1,231	20,59	253,46
1,022	2,00	20,440	1,241	21,42	265,82
1,029	2,71	27,886	1,252	22,64	283,45
1,037	3,35	35,860	1,263	23,67	298,95
1,045	4,00	41,8	1,274	24,81	316,08
1,052	4,64	48,813	1,285	25,80	331,53
1,060	5,29	56,074	1,297	26,83	347,99
1,067	5,87	62,632	1,308	27,80	363,63
1,075	6,55	70,412	1,320	28,83	378,56
1,083	7,31	79,167	1,332	29,93	398,67
1,091	8,00	87,28	1,345	31,22	429,91
1,100	8,68	95,48	1,357	32,47	440,62
1,108	9,42	104,374	1,370	33,69	461,55
1,116	10,06	112,270	1,383	34,96	483,50
1,125	10,97	123,413	1,397	36,25	508,41
1,134	11,84	134,263	1,410	37,47	528,33
1,142	12,64	144,349	1,424	38,80	552,51
1,152	13,55	156,096	1,438	39,99	575,06
1,162	14,37	166,98	1,453	41,41	601,69
1,171	15,13	177,172	1,468	42,83	628,75
1,180	15,91	187,74	1,483	44,38	658,16
1,190	16,77	199,56	1,498	46,15	678,33
1,200	17,67	212,04	1,514	47,60	720,66
1,210	18,58	224,82	1,530	49,02	750

4. Удельные веса соляной кислоты различной концентрации
(По Лунге и Мархлевскому)

Уд. вес 15°/4°	100 вес. ч. хим. чист. кислоты со- держат HCl в %	1 л содер- жит HCl в г	Уд. вес 15°/4°	100 вес. ч. хим. чист. кислоты со- держат HCl в %	1 л содер- жит HCl в г
1,000	0,16	1,6	1,105	20,97	232
1,005	1,15	11,6	1,110	21,92	243
1,010	2,14	21,6	1,115	22,86	255
1,015	3,12	31,7	1,120	23,82	267
1,020	4,13	42,1	1,125	24,78	278
1,025	5,15	52,8	1,130	25,75	291
1,030	6,15	63,3	1,135	26,70	303
1,035	7,15	74	1,140	27,66	315
1,040	8,16	85	1,145	28,61	328
1,045	9,16	96	1,150	29,57	340
1,050	10,17	107	1,155	30,55	353
1,055	11,18	118	1,160	31,52	366
1,060	12,19	129	1,165	32,49	379
1,065	13,19	141	1,170	33,46	392
1,070	14,17	152	1,175	34,42	404
1,075	15,13	163	1,180	35,39	418
1,080	16,15	174	1,185	36,31	430
1,085	17,13	186	1,190	37,23	443
1,090	18,11	197	1,195	38,16	456
1,095	19,06	209	1,200	39,11	469
1,100	20,01	220			

5. Удельные веса и содержание растворов серной кислоты

Уд. вес при 15°/4°	100 вес. ч. содержат H ₂ SO ₄ в %	1 л содер- жит H ₂ SO ₄ в г	Уд. вес при 15°/4°	100 вес. ч. содержат H ₂ SO ₄ в %	1 л содер- жит H ₂ SO ₄ в г
1	2	3	1	2	3
1,000	0,09	1	1,085	12,30	133
1,005	0,83	9	1,090	12,99	142
1,010	1,57	16	1,095	13,67	150
1,015	2,30	23	1,100	14,35	158
1,020	3,03	31	1,105	15,03	166
1,025	3,76	39	1,110	15,71	175
1,030	4,49	46	1,115	16,36	183
1,035	5,23	54	1,120	17,01	191
1,040	5,96	62	1,125	17,66	199
1,045	6,67	71	1,130	18,31	207
1,050	7,37	77	1,135	18,96	215
1,055	8,07	85	1,140	19,61	223
1,060	8,77	93	1,145	20,26	231
1,065	9,47	102	1,150	20,91	239
1,070	10,19	109	1,155	21,55	248
1,075	10,90	117	1,160	22,19	257
1,080	11,60	125	1,165	22,81	266

Уд. вес при 15°/4°	100 вес. ч. содержит H ₂ SO ₄ в %	1 л содер- жит H ₂ SO ₄ в г	Уд. вес при 15°/4°	100 вес. ч. содержит H ₂ SO ₄ в %	1 л содер- жит H ₂ SO ₄ в г
1,170	23,47	275	1,425	52,63	750
1,175	24,12	283	1,430	53,11	759
1,180	24,76	292	1,435	53,59	769
1,185	25,40	301	1,440	54,07	779
1,190	26,04	310	1,445	54,55	789
1,195	26,68	319	1,450	55,03	798
1,200	27,32	328	1,455	55,50	808
1,205	27,95	337	1,460	55,97	817
1,210	28,58	346	1,465	56,43	827
1,215	29,21	355	1,470	56,90	837
1,220	29,84	363	1,475	57,37	846
1,225	30,48	373	1,480	57,83	856
1,230	31,11	382	1,485	58,28	865
1,235	31,70	391	1,490	58,74	876
1,240	32,28	400	1,495	59,22	885
1,245	32,86	409	1,500	59,70	896
1,250	33,43	418	1,505	60,18	906
1,255	34,00	426	1,510	60,65	916
1,260	34,57	435	1,515	61,12	926
1,265	35,14	444	1,520	61,59	936
1,270	35,71	454	1,525	62,06	946
1,275	36,29	462	1,530	62,53	957
1,280	36,87	472	1,535	63,00	967
1,285	37,45	481	1,540	63,43	977
1,290	38,03	490	1,545	63,85	987
1,295	38,61	500	1,550	64,26	996
1,300	39,19	510	1,555	64,67	1006
1,305	39,77	519	1,560	65,20	1017
1,310	40,35	529	1,565	65,65	1027
1,315	40,93	538	1,570	66,09	1038
1,320	41,50	548	1,575	66,53	1048
1,325	42,08	557	1,580	66,95	1058
1,330	42,66	567	1,585	67,40	1068
1,335	43,20	577	1,590	67,83	1078
1,340	43,74	586	1,595	68,26	1089
1,345	44,28	596	1,600	68,70	1099
1,350	44,82	605	1,605	69,13	1110
1,355	45,35	614	1,610	69,56	1120
1,360	45,88	624	1,615	70,00	1131
1,365	46,41	633	1,620	70,42	1141
1,370	46,94	643	1,625	70,85	1151
1,375	47,47	653	1,630	71,27	1162
1,380	48,00	662	1,635	71,70	1172
1,385	48,53	672	1,640	72,12	1182
1,390	49,06	682	1,645	72,55	1193
1,395	49,59	692	1,650	72,97	1204
1,400	50,11	702	1,655	73,40	1215
1,405	50,63	711	1,660	73,81	1225
1,410	51,15	721	1,665	74,24	1230
1,415	51,66	730	1,670	74,66	1246
1,420	52,15	740	1,675	75,08	1259

Уд. вес при 15°/4°	100 вес. ч. содержат H ₂ SO ₄ в %	1 л содер- жит H ₂ SO ₄ в г	Уд. вес при 15°/4°	100 вес. ч. содержат H ₂ SO ₄ в %	1 л содер- жит H ₂ SO ₄ в г
1,680	75,50	1268	1,785	85,10	1519
1,685	75,94	1278	1,790	85,70	1534
1,690	76,38	1289	1,795	86,30	1549
1,695	76,76	1301	1,800	86,92	1564
1,700	77,17	1312	1,805	87,60	1581
1,705	77,60	1323	1,810	88,30	1598
1,710	78,04	1334	1,815	89,16	1618
1,715	78,48	1346	1,820	90,05	1639
1,720	78,92	1357	1,825	91,00	1661
1,725	79,36	1369	1,830	92,10	1685
1,730	79,80	1381	1,835	93,56	1717
1,735	80,24	1392	1,840	95,60	1759
1,740	80,68	1404	1,8405	95,95	1765
1,745	81,12	1416	1,8410	96,38	1774
1,750	81,56	1427	1,8415	97,35	1792
1,755	82,00	1439	1,8410	98,20	1808
1,760	82,44	1451	1,8405	98,52	1814
1,765	83,01	1465	1,8400	98,72	1816
1,770	83,51	1478	1,8395	98,77	1817
1,775	84,02	1491	1,8390	99,12	1823
1,780	84,50	1504	1,8385	99,31	1826

6. Удельные веса и содержание водных растворов аммиака
(По Лунге и Вирнику)

Уд. вес при 15°	Проценты NH ₃	1 л содер- жит NH ₃ в г	Уд. вес при 15°	Проценты NH ₃	1 л содер- жит NH ₃ в г
1	2	3	1	2	3
1,000	0,00	0,00	0,966	8,33	80,5
0,998	0,45	4,5	0,964	8,84	85,2
0,996	0,91	9,1	0,962	9,35	89,9
0,994	1,37	13,6	0,960	9,91	95,1
0,992	1,84	18,2	0,958	10,47	100,3
0,990	2,31	22,9	0,956	11,03	105,4
0,988	2,80	27,7	0,954	11,60	110,7
0,986	3,30	32,5	0,952	12,17	115,9
0,984	3,80	37,4	0,950	12,74	121,0
0,982	4,30	42,2	0,948	13,31	126,2
0,980	4,80	47,0	0,946	13,88	131,3
0,978	5,30	51,8	0,944	14,46	136,5
0,976	5,80	56,6	0,942	15,04	141,7
0,974	6,30	61,4	0,940	15,63	146,9
0,972	6,80	66,1	0,938	16,22	152,1
0,970	7,31	70,9	0,936	16,82	157,4
0,968	7,82	75,7	0,934	17,42	162,7

Уд. вес при 15°	Проценты NH ₃	1 л содер- жит NH ₃ в г	Уд. вес при 15°	Проценты NH ₃	1 л содер- жит NH ₃ в г
0,932	18,03	168,1	0,906	26,31	238,3
0,930	18,64	173,4	0,904	26,98	243,9
0,928	19,25	178,6	0,902	27,65	249,4
0,926	19,87	184,2	0,900	28,33	255,0
0,924	20,49	189,3	0,898	29,01	260,5
0,922	21,12	194,7	0,896	29,69	266,0
0,920	21,75	200,1	0,894	30,37	271,5
0,918	22,39	205,6	0,892	31,05	277,0
0,916	23,03	210,9	0,890	31,75	282,6
0,914	23,68	216,3	0,888	32,50	288,6
0,912	24,33	221,9	0,886	33,25	294,6
0,910	24,99	227,4	0,884	34,10	301,4
0,908	25,65	232,9	0,882	34,95	308,3

7. Удельные веса и содержание растворов азотной кислоты

Уд. вес при 15°/4°	100 вес. ч. содержат %		1 л содержит г	
	N ₂ O ₅	HNO ₃	N ₂ O ₅	HNO ₃
1	2	3	4	5
1,000	0,08	0,10	1	1
1,010	1,62	1,90	16	19
1,020	3,17	3,70	33	38
1,030	4,71	5,50	49	57
1,040	6,22	7,26	64	75
1,050	7,71	8,99	81	94
1,060	9,15	10,68	97	113
1,070	10,57	12,33	113	132
1,080	11,96	13,95	129	151
1,090	13,31	15,53	145	169
1,100	14,67	17,11	161	188
1,110	16,00	18,67	177	207
1,120	17,34	20,23	195	227
1,130	18,66	21,77	211	246
1,140	19,98	23,31	228	266
1,150	21,29	24,84	245	286
1,160	22,60	26,36	262	306
1,170	23,90	27,88	279	326
1,180	25,18	29,38	297	347
1,190	26,47	30,88	315	367
1,200	27,74	32,36	333	388
1,210	28,99	33,82	351	409
1,220	30,24	35,28	369	430

Уд. вес при 15°/4°	100 вес. ч. содержат %		1 л содержит г	
	N ₂ O ₅	HNO ₃	N ₂ O ₅	HNO ₃
1	2	3	4	5
1,230	31,53	36,78	387	452
1,240	32,82	38,29	407	475
1,250	34,13	39,82	427	498
1,260	35,44	41,34	447	521
1,270	36,75	42,87	467	544
1,280	38,07	44,41	487	568
1,290	39,39	45,95	508	593
1,300	40,71	47,49	529	617
1,310	42,06	49,07	551	643
1,320	43,47	50,71	578	669
1,330	44,89	52,37	597	697
1,340	46,35	54,07	621	725
1,350	47,82	55,79	645	753
1,360	49,35	57,57	671	783
1,370	50,91	59,39	698	814
1,380	52,52	61,27	725	846
1,390	54,20	63,23	753	897
1,400	55,97	65,30	787	914
1,410	57,86	67,50	813	952
1,420	59,83	69,80	849	991
1,430	61,86	72,17	885	1032
1,440	64,01	74,08	921	1075
1,450	66,24	77,28	961	1121
1,460	68,56	79,98	1001	1168
1,470	71,06	82,90	1045	1219
1,480	73,76	86,05	1092	1274
1,490	76,80	89,50	1144	1335
1,500	80,65	94,09	1210	1411

8. Удельные веса водных растворов некоторых солей при 18 °

(соли предполагаются безводные)

100 вес. ч. содержит в %	KCl	NaCl	NH ₄ Cl	BaCl ₂	K ₂ SO ₄	Na ₂ SO ₄	(NH ₄) ₂ SO ₄	ZnSO ₄	CuSO ₄	Na ₂ CO ₃	NaNO ₃	Этило- вый спирт
0	0,9986	0,9986	0,9986	0,999	0,9986	0,999	—	0,999	0,999	0,999	0,9986	0,9986
5	1,0308	1,0345	1,0142	1,044	1,0395	1,045	1,0287	1,051	1,051	1,051	1,0327	0,9898
10	1,0638	1,0711	1,0289	1,093	1,0813	1,091	1,0575	1,107	1,107	1,104	1,0681	0,9824
15	1,0978	1,090	1,0430	1,147	—	1,143	1,0862	1,167	1,167	1,159	1,105	0,9760
20	1,1335	1,1485	1,0571	1,204	—	—	1,1149	1,232	—	—	1,144	0,9696
25	—	1,1897	1,0710	1,268	—	—	1,1439	1,305	—	—	1,185	0,9628
30	—	—	—	—	—	—	1,1724	1,379	—	—	1,227	0,9551
35	—	—	—	—	—	—	1,2004	—	—	—	—	0,9463
40	—	—	—	—	—	—	1,2284	—	—	—	—	0,9367
45	—	—	—	—	—	—	1,2583	—	—	—	—	0,9264
50	—	—	—	—	—	—	1,2890	—	—	—	—	0,9155
55	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0,9043
60	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0,8928
65	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0,8811
70	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0,8693
75	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0,8574
80	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0,8452
85	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0,8327
90	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0,8197
95	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0,8060
100	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0,7111
Норм. раств.	1,0449	1,0392	1,0153	1,0891	1,0660	1,0604	—	1,0791	1,0777	1,0515	1,0544	—

9. Температура кипения воды при различном атмосферном давлении или давлении паров при той же температуре

Давление пара мм	Температура в °С	Давление пара мм	Температура в °С	Давление пара мм	Температура в °С
1	2	1	2	1	2
680	96,92	720	98,49	760	100,00
81	96,96	21	98,53	61	100,04
82	97,00	22	98,57	62	100,07
83	97,04	23	98,61	63	100,11
84	97,08	24	98,65	64	100,15
85	97,12	25	98,69	65	100,18
86	97,16	26	98,72	66	100,22
87	97,20	27	98,76	67	100,26
88	97,24	28	98,80	68	100,29
89	97,28	29	98,84	69	100,33
690	97,32	730	98,88	770	100,37
91	97,36	31	98,91	71	100,40
92	97,40	32	98,95	72	100,44
93	97,44	33	98,99	73	100,48
94	97,48	34	99,03	74	100,51
95	97,52	35	99,07	75	100,55
96	97,56	36	99,10	76	100,58
97	97,60	37	99,14	77	100,62
98	97,63	38	99,18	78	100,66
99	97,67	39	99,22	79	100,69
700	97,71	740	99,26	780	100,73
01	97,75	41	99,29	81	100,76
02	97,79	42	99,33	82	100,80
03	97,83	43	99,37	83	100,84
04	97,87	44	99,41	84	100,87
05	97,91	45	99,44	85	100,91
06	97,95	46	99,49	86	100,94
07	97,99	47	99,52	87	100,98
08	98,03	48	99,56	88	101,02
09	98,07	49	99,59	89	101,05
710	98,11	750	99,63	790	101,09
11	98,14	51	99,67	91	101,12
12	98,18	52	99,70	92	101,16
13	98,22	53	99,74	93	101,19
14	98,26	54	99,78	94	101,23
15	98,30	55	99,82	95	101,26
16	98,34	56	99,85	96	101,30
17	98,38	57	99,89	97	101,33
18	98,42	58	99,93	98	101,35
19	98,45	59	99,96	99	101,41
				800	101,44

10. Насыщенный водяной пар

Гигрометрическая таблица. Давление в мм рт. ст., масса — в г/м³

Температура °C	Давл. над льдом мм	Масса г/м ³	Температура °C	Давл. мм	Масса г/м ³
—10	2,0	2,2	+ 1	4,9	5,2
— 9	2,2	2,4	+ 2	5,3	5,6
— 8	2,4	2,6	+ 3	5,7	6,0
— 7	2,6	2,8	+ 4	6,1	6,4
— 6	2,8	3,0	+ 5	6,5	6,8
— 5	3,1	3,3	+ 6	7,0	7,3
— 4	3,3	3,5	+ 7	7,5	7,8
— 3	3,6	3,8	+ 8	8,0	8,3
— 2	3,9	4,2	+ 9	8,6	8,8
— 1	4,2	4,5	+ 10	9,2	9,4
0	4,6	4,8	+ 11	9,8	10,0
			+ 12	10,5	10,7
			+ 13	11,2	11,3
			+ 14	11,9	12,0
			+ 15	12,7	12,8
			+ 16	13,6	13,6
			+ 17	14,5	14,4
			+ 18	15,4	15,3
			+ 19	16,4	16,2
			+ 20	17,4	17,2
			+ 21	18,5	18,2
			+ 22	19,7	19,3
			+ 23	20,9	20,4
			+ 24	22,2	21,6
			+ 25	23,5	22,9
			+ 26	25,0	24,2
			+ 27	26,5	25,6
			+ 28	28,1	27,0
			+ 29	29,8	28,5
			+ 30	31,6	30,1

11. Давление водяного пара при температурах выше 100°

Температура °C	Давление в			Температура °C	Давление в		
	мм рт. ст.	ат	кг/см ³ (техн. ат)		мм рт. ст.	ат	кг/см ³ (техн. ат)
1	2	3	4	1	2	3	4
105	906,41	1,193	1,232	133,9	2280,00	3,000	3,100
110	1075,37	1,415	1,362	139,2	2660,00	3,500	3,617
111,7	1140,00	1,500	1,550	140	2717,63	3,575	3,694
115	1269,41	1,673	1,726	144	3040,00	4,000	4,133
120	1491,28	1,962	2,028	148	3420,00	4,500	4,650
120,6	1520,00	2,000	2,067	150	3581,21	4,742	4,869
127,8	1910,00	2,500	2,583	152,2	3800,00	5,000	5,167
130	2030,28	2,671	2,760	159,2	4560,00	6,000	6,200

Температура °C	Упругость в			Температура °C	Упругость в		
	мм рт. ст.	ат	кг/см ³ (техн. ат)		мм рт. ст.	ат	кг/см ³ (техн. ат)
1	2	3	4	1	2	3	4
160	4651,62	6,120	6,324	192	9880,00	13,000	13,433
165,3	5320,00	7,000	7,233	195	10519,73	14,000	14,303
170	5961,66	7,844	8,106	200	11688,96	15,380	15,892
170,8	6080,00	8,000	8,266	213	15200,00	20,000	20,666
175,8	6840,00	9,000	9,300	220	17390,00	22,881	23,644
180	7546,39	9,929	10,260	230	20926,40	27,535	28,452
180,3	7600,00	10,000	10,333	236,2	22800,00	30,000	30,999
184	8360,00	11,000	11,366	269,5	38000,00	50,000	51,667
188	9120,00	12,000	12,400	311,5	76000,00	100,000	103,330

12. Объем 1 г воды (удельный объем) в см³ между 0 и 100°

Температура °C	Объем см ³	Температура °C	Объем см ³	Температура °C	Объем см ³
0	1,00013	40	1,00782	80	1,02899
4	1,00000	45	1,00985	85	1,03237
10	1,00027	50	1,01207	90	1,03590
15	1,00087	55	1,01448	95	1,03959
20	1,00177	60	1,01705	99	1,04265
25	1,00294	65	1,01979	100	1,04343
30	1,00435	70	1,02270	101	1,04422
35	1,00598	75	1,02576		

13. Таблица сравнения градусов Боуэ с удельным весом

(для жидкостей тяжелее воды) при 17,5°

Боуэ	Уд. в.	Боуэ	Уд. в.	Боуэ	Уд. в.
1	2	1	2	1	2
0	1,000	6,0	1,045	11,9	1,090
0,7	1,005	6,7	1,050	12,4	1,095
1,4	1,010	7,4	1,055	13,0	1,100
2,1	1,015	8,0	1,060	13,6	1,105
2,7	1,020	8,7	1,065	14,2	1,110
3,4	1,025	9,4	1,070	14,9	1,115
4,1	1,030	10,0	1,075	15,4	1,120
4,7	1,035	10,6	1,080	16,0	1,125
5,4	1,040	11,2	1,085	16,5	1,130

Боже		Боже		Боже	
1	Уд. в. 2	1	Уд. в. 2	1	Уд. в. 2
17,1	1,135	39,7	1,380	55,5	1,625
17,7	1,140	40,1	1,385	55,8	1,630
18,3	1,145	40,5	1,390	56,0	1,635
18,8	1,150	40,8	1,395	56,3	1,640
19,3	1,155	41,2	1,400	56,6	1,645
19,8	1,160	41,6	1,405	56,9	1,650
20,3	1,165	42,0	1,410	57,1	1,655
20,9	1,170	42,3	1,415	57,4	1,660
21,4	1,175	42,7	1,420	57,7	1,665
22,0	1,180	43,1	1,425	57,9	1,670
22,5	1,185	43,4	1,430	58,2	1,675
23,0	1,190	43,8	1,435	58,4	1,680
23,5	1,195	44,1	1,440	58,7	1,685
24,0	1,200	44,4	1,445	58,9	1,690
24,5	1,205	44,8	1,450	59,2	1,695
25,0	1,210	45,1	1,455	59,5	1,700
25,5	1,215	45,4	1,460	59,7	1,705
26,0	1,220	45,8	1,465	60,0	1,710
26,4	1,225	46,1	1,470	60,2	1,715
26,9	1,230	46,4	1,475	60,4	1,720
27,4	1,235	46,8	1,480	60,6	1,725
27,9	1,240	47,1	1,485	60,9	1,730
28,4	1,245	47,4	1,490	61,1	1,735
28,8	1,250	47,8	1,495	61,5	1,740
29,3	1,255	48,1	1,500	61,6	1,745
29,7	1,260	48,4	1,505	61,8	1,750
30,2	1,265	48,7	1,510	62,1	1,755
30,6	1,270	49,0	1,515	62,3	1,760
31,1	1,275	49,4	1,520	62,5	1,765
31,5	1,280	49,7	1,525	62,8	1,770
32,0	1,285	50,0	1,530	63,0	1,775
32,4	1,290	50,3	1,535	63,1	1,780
32,8	1,295	50,6	1,540	63,5	1,085
33,3	1,300	50,9	1,545	63,7	1,790
33,7	1,305	51,2	1,550	64,0	1,795
34,2	1,310	51,5	1,555	64,2	1,800
34,6	1,315	51,8	1,560	64,4	1,805
35,0	1,320	52,1	1,565	64,6	1,810
35,4	1,325	52,4	1,570	64,8	1,815
35,8	1,330	52,7	1,575	65,0	1,820
36,2	1,335	53,0	1,580	65,2	1,825
36,6	1,340	53,3	1,585	65,5	1,830
37,0	1,345	53,6	1,590	65,7	1,835
37,4	1,350	53,9	1,595	65,9	1,840
37,8	1,355	54,1	1,600	66,1	1,845
38,2	1,360	54,4	1,605	66,3	1,850
38,6	1,365	54,7	1,610	66,5	1,855
39,0	1,370	55,0	1,615	66,7	1,860
39,4	1,375	55,2	1,620	67,0	1,865

14. Таблица сравнения градусов Бо́ме с удельным весом при 17,5°
(для жидкостей легче воды)

Бо́ме	Уд. вес	Бо́ме	Уд. вес	Бо́ме	Уд. вес
10	1,0000	41	0,8187	71	0,6965
11	0,9929	42	0,8139	72	0,6931
12	0,9859	43	0,8092	73	0,6896
13	0,9780	44	0,8045	74	0,6863
14	0,9722	45	0,8000	75	0,6829
15	0,9655	46	0,7954	76	0,6796
16	0,9589	47	0,7909	77	0,6763
17	0,9523	48	0,7865	78	0,6731
18	0,9459	49	0,7821	79	0,6698
19	0,9395	50	0,7777	80	0,6666
20	0,9333	51	0,7734	81	0,6635
21	0,9271	52	0,7692	82	0,6604
22	0,9210	53	0,7650	83	0,6573
23	0,9150	54	0,7608	84	0,6541
24	0,9090	55	0,7567	85	0,6511
25	0,9032	56	0,7526	86	0,6482
26	0,8974	57	0,7486	87	0,6452
27	0,8917	58	0,7446	88	0,6422
28	0,8860	59	0,7407	89	0,6393
29	0,8805	60	0,7368	90	0,6363
30	0,8750	61	0,7329	91	0,6335
31	0,8695	62	0,7290	92	0,6306
32	0,8641	63	0,7253	93	0,6278
33	0,8588	64	0,7216	94	0,6250
34	0,8536	65	0,7179	95	0,6222
35	0,8484	66	0,7142	96	0,6195
36	0,8433	67	0,7106	97	0,6167
37	0,8383	68	0,7070	98	0,6140
38	0,8333	69	0,7035	99	0,6113
39	0,8284	70	0,7000	100	0,6087
40	0,8235				

15. Приведение градусов Бо́ме к удельному весу и обратно

Для приведения градусов Бо́ме к удельному весу и обратно применяются следующие формулы.

1. Для жидкостей тяжелее воды:

$$\frac{144,3}{144,3 - B^\circ} = d \quad \text{или} \quad B^\circ = 144,3 - \frac{141,3}{d}$$

2. Для жидкостей легче воды:

$$\frac{140}{B^\circ + 130} = d \quad \text{и} \quad \frac{140}{d} - 130 = B^\circ$$

В обеих формулах d — означает удельный вес, B° — градус Бо́ме.

Шкала Бо́ме построена, принимая удельный вес воды при 17,5° за 0° Бо́ме и удельный вес серной кислоты при той же температуре 1,842 за 66° Бо́ме.

16. Важнейшие единицы мер и их обозначения

Меры длины

Метр (m) = 100 см

Сантиметр ($см$) = $10^{-2} m$

Миллиметр ($мм$) = $0,1 см = 10^{-1} см$

Микрон (μ) = $0,001 мм = 10^{-4} см$

Миллимикрон или

Микромикрон ($\mu\mu$) = $0,001 \mu = 10^{-6} мм = 10^{-7} см$

Ангстрем = $0,1 \mu\mu = 10^{-4} \mu = 10^{-7} мм = 10^{-8} см$

Меры веса

Тонна (t) = 1000 кг

Килограмм ($кг$) = 1000 г

Грамм ($г$) = 1000 миллиграмм ($мг$)

Меры объема

1 куб. метр ($м^3$) = 1000 л

Литр ($л$) = 1000 см³

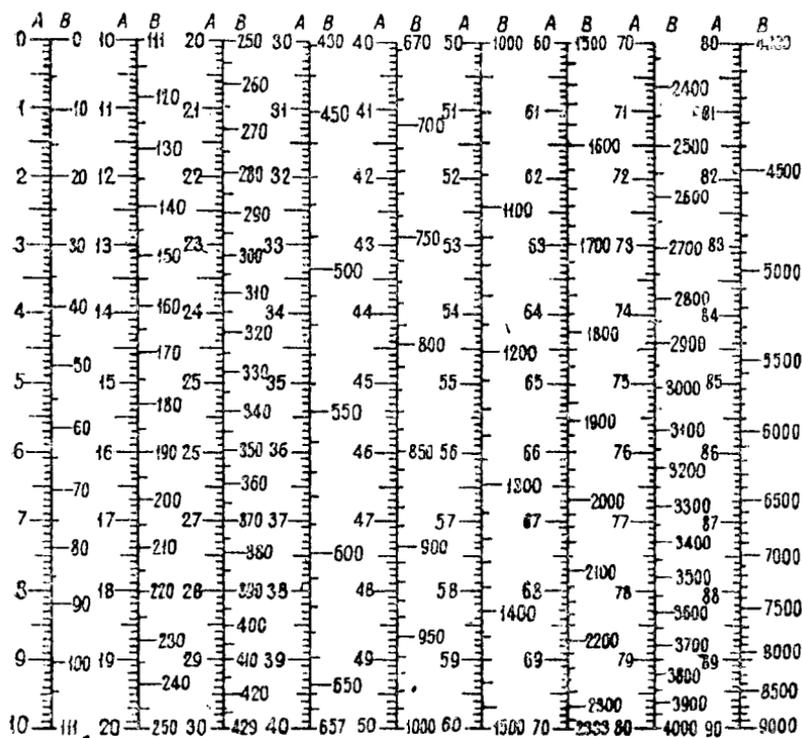
НОМОГРАММА № 1

Концентрация веществ в растворах, зависимость % от г/кг H₂O

$A = \% \text{ вещества в растворе}$

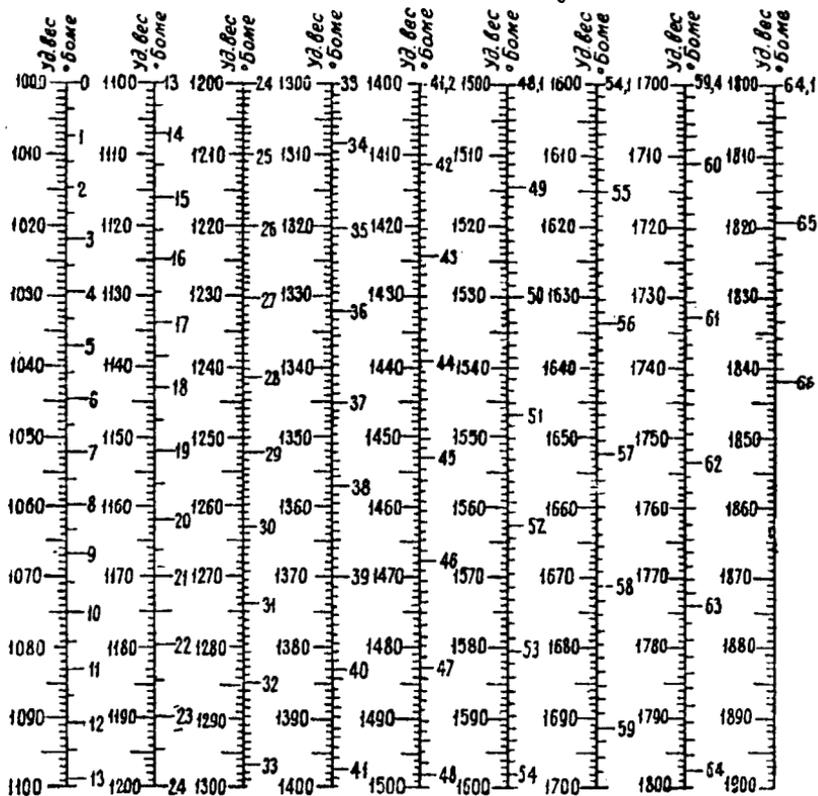
$B = \text{количество г вещества в 1 кг воды}$

$$A = \frac{100 \cdot B}{1000 + B} \quad B = \frac{1000 \cdot A}{100 - A}$$



НОМОГРАММА № 2

Плотность жидкостей тяжелее воды уд. вес ↔ °Боме



ПРЕДМЕТНЫЙ УКАЗАТЕЛЬ

- Абсолютный спирт, получение 114
Азеотропные смеси 138
Азотная кислота, меры предосторожности 110
— — — противоядие при отравлении ею 206
— — — уд. вес и содержание растворов, табл. 217
Аллина холодильник 67
Аллонж 84
Аммиак, противоядие при отравлении им 206
— уд. вес и содержание растворов, табл. 216
Аналитические весы 43
Ареометры 168
Арретир 42
Асбестовые сетки 32 сл.
— — — с полушаровидным углублением 81
— тарелочки для отжима 134
— фильтры 125
Атомные веса элементов 212
Ацетилен 117, 183
Ацетицеллюлоза, растворение 118 сл.
Ацетон 18, 32, 112, 117, 118, 137, 155, 160
— — — выпаривание 155
— — — очистка перегонкой 137
— — — сушка 112, 137

Бабо воронка 34
Баллоны газовые 183—188
— — — для ацетилена 183
— — — хлора 183
— — — цвет в зависимости от газа 183
— — — от резиновой груши 17, 69
Бани 32—36, 40, 98 сл., 213
— — — подставки для 98
— — — солевые 101, 213
Баня водяная 32 сл., 40 сл.
— — — нагреваемая электродами 41
— — — отличие от других бань 35
— — — электрическая 40
— — — воздушная 34
— — — глицериновая 35
— — — масляная 35

Баня металлическая из легкоплавких металлов и сплавов 36
— — — пагафиновая 36
— — — песочная 34, 40
— — — с автоматическим питанием водой 33
Бекмана термометр 48, 50
Бензин 18, 39, 149, 155
— — — выпаривание 155
Бензиногазогенераторы 29
Бензол 32, 117, 138, 148, 149, 155
— — — выпаривание 155
Болталка 119
Брюля аппарат 140
Бунзена горелка 26 сл., 39
Бунзеновского клапана принцип 80
Бутыли, краски для надписей на них 202
— — — с дистиллированной водой 21, 22, 24, 99
Буферная склянка 30
Бюксы 44
Бюретки 71—75, 77, 91, 97
— — — держатели для 97
— — — детали 75
— — — для растворов, оберегаемых от воздуха 74
— — — крепление в штативе 72
— — — наполнение 72 сл.
— — — проверка 91
— — — резиновая насадка с бусой для 72
— — — с полоской для отсчета 74
— — — сушка 77
Бюхнера воронка 96

Вазелин 61, 142, 175, 202
Вазелиновая мазь 202
Вакуум — выпарка 157
— — — каучуки 139
— — — насосы 77—80, 143
— — — водоструйные 77 сл.
Вакуум-насосы Геде 143
— — — металлические 79
— — — Пфейфера 143
— — — стеклянные 77 сл.
— — — перегонка 135, 139—144
— — — сушка 164

- Вакуум-сушильные шкафы 165
 — эксикаторы 85
 Вентили редукционные 185
 Весы 42—47, 173 сл.
 — аналитические 43 сл.
 — Вестфalia для определения уд. веса 174
 — Мора для определения уд. веса 173
 — разновесы 43, 46
 — рейтеры 174, 175
 — правила обращения с ними 46 сл
 — химических 42 сл
 — чашечные Роберваля 42
 Вещества водопоглощающие 20, 45, 85, 112 сл., 132, 165 сл.
 — вязкие, опред. уд. веса 175
 — для заливки сосудов и кранов 156
 — дурно пахнущие 21
 — легко воспламеняющиеся, фильтрование 127
 — расплавление 33
 — с постоянной точкой кип. 36
 — экстрагирующие 149
 — ядовитые 21, 45, 69, 70, 206
 Взвешивание 42—47
 — летучих веществ 45
 Вилка 97
 Вода, горячая, получение 28
 — дистиллированная 21—24, 63, 99, 135
 — — бутылки для 21, 22, 24, 99
 — — колба для 63
 — — нагрев до кипения 135
 — — получение 22
 — — примеси 23
 — — проверка качества 23*
 — — хлоридов определение в 24
 Вода замораживание 51
 — испарение 33 сл.
 — кипения точка, определение 51
 — — — при различном атм. давлении, табл. 220
 — удельный объем, табл. 222
 — упругость паров 220
 Водомерные трубки 163
 Водонагреватели 28 сл., 195
 Водопоглощающие вещества 20, 45, 85, 112, сл., 132, 165 сл.
 Водоструйный насос 77 сл., 81, 128
 Водяной пар, насыщенный, табл., 221
 — — перегретый 146
 — — упругость, табл. 221
 Воздух жидкий 200
 — трубка для его фильтрования 132
 Воздуходувка 30 сл.
 Воронки 34, 42, 59, сл., 96, 122, 126 сл., 147, 156
 — Аллина 126
 — Бабо 34
 — Бюхнера 96
 — делительные 60 сл.
 — — кран, смазка вазелином 64
 — — для экстрагирования 147
 Воронки для улавливания паров жидкости при выпаривании см. воронка предохранит.
 — — фильтрования 42, 122, 127
 — капельные 61 сл
 — предохранительные при выпаривании 156
 — простые 59
 — штативы для 60
 Воск 17, 55, 142, 148, 200, 202
 — лабораторный 202
 — пчелиный 203 сл.
 Вуда сплав 203
 Вульфа склянка 30, 86 сл., 139 сл.
 „Вылезание“ при выпаривании 156
 Выпаривание 154—158
 — воронка предохранительная при 156
 — „вылезание“ 156
 — общие понятия 154
 — под вакуумом 157
 — прибор Панкрата 157
 — приспособление Шиффа 157
 Выпарительные чашки см. чашки выпарительные
 Высаливание 147
 Вытяжной шкаф 8, 35, 47, 113
 Вюрца колба 83, 136 сл., 145
 Вязкие вещества, определение уд. веса 175
 Газовые баллоны см. баллоны газовые
 — — плиты 28
 Газопромыватель 133
 Газы, высушивание 88
 — очистка 133
 — промывка 88, 133
 — фильтрование 132
 Герметизация сосудов 55, 57, 98, 142
 Гигрометрическая таблица 221
 Гипс как замазка 203
 Глицерин 35, 54, 181, 201
 Горелка бензиновая 25
 — Бунзена 26, 39
 — керосиновая 25
 — кольцевая 27
 — паяльная 25, 188
 — спиртовая 24 сл.
 — Теклю 26, 36, 39
 Горелки 24—29, 39, 127, 191
 — газové 26
 — колпак, закрывающий 127
 — насадки на 191
 — обращение с ними 25, 27, 39
 Гофмана зажим 98
 Градусы Боме, перевод к уд. весу и обратно 225
 — — сравнение с уд. весом, табл. 222
 Граммэквивалент 107
 Груша резиновая 17
 Гуча тигель 125

- Делительные воронки 60 сл., 147
 Держатели 72 сл., 97 сл.
 — для бюреток 72 сл., 97
 — для пробирок 99
 Дистиллированная вода см. вода
 дистиллированная
 Дистилляция см. перегонка
 Дефлегматоры 86, 138
 Доска с колышками для сушки
 18 сл.
 Дрекселя склянка 86
 Дьюара колба 200
- Единицы важнейших мер 225
 Едкий натр 108, 213
 Ерши 15
- Желатина 54**
 Жидкий воздух 200
 Жидкости, измерение объема 65
 — — температуры 48
 — не растворимые в воде, опред. уд.
 веса 177
 — переливание 86
 — промывка 86
 — растворение 101 сл.
 — смеси, темп. кип. 138
 — уд. вес, определение 168 сл., 173
 — фильтрование 122 сл.
 — экстракция 153 сл.
 Жом для пробок 52
 Журналы, сокращения 210
- Зажимы 98
 Закон Архимеда 169
 — Дальтона 144
 „Заедание“ стеклянной пробки 57 сл.
 Заливка сосудов, пробок и мест сое-
 единений 55, 142
 Замазки 55, 142, 192, 200—204
 — вазелин с парафином 142
 — воск с канифолью 142
 Замазка менделеевская 55, 200
 — Фрика для защиты стекла при
 травлении 192
 Затвор ртутный 118
 Змеевик для пегегрева пара 146
 Зольность, определение 38, 41
- Иенское стекло 92
 Измельчение веществ в ступке 94
 Измерительные цилиндры 65
 Инертный газ 47, 74, 165
 Иод 21, 206
 Испарение 33 сл.
- Канифоль 142, 200
 Капельница 89, 129
 Капельные воронки 61 сл.
 Капилляры 47, 137, 180, 190
 „Каракатица“ 140
 Карандаши для стекла 203
- Карбид кальция, применение для
 сушки растворителей 116
 Карбюраторы 26, 29—31
 Каучуки вакуумные 139
 Кипение, общие понятия 134 сл.
 — равномерное 135, 137, 179
 — точка, определение 178—180
 Киппа аппарат 88
 Кислоты, обращение с ними 17, 109 сл.
 — противоядие при отравлении ими
 109
 — растворы, приготовление 21, 109 сл.
 Кляйзена колба 83, 139, 141—143
 Колбы Бунзена 64, 127
 — Вюрца 83, 136 сл., 145
 — для дистиллированной воды 63
 — — отсасывания 64
 — — перегонки 83, 145
 — — фильтрования 64, 124, 127
 — Дьюара 200
 — Кляйзена 83, 139, 141—143
 — конические 63
 — круглодонные 81
 — Кьельдаля 81
 — мерные 82, 91
 — плоскодонные 62
 — Эрленмейера 63
 Коллоидальные частицы, размеры 122
 Колонки поглотительные 144
 Кольца 60, 97, 98
 Колышки для сушки 19
 Контракция явление 102
 Конусы для фильтрования 124
 Коха чашка 45
 Краны воронки, смазка вазелином 64
 — стеклянные, притирка 193
 — двух- и трехходовые 141
 Краски для надписей на бутылках 202
 Кристаллизация 65, 158
- Лаборатория, вступительные сведе-
 ния о работе 9—12
 — медицинская помощь 205
 — меры предотвращения пожаров
 18, 32, 35, 39, 40 сл., 113, 155, 159,
 204
 — металлическое оборудование 97
 Лабораторный стол 12
 — — обработка 202
 Лаки, применение для замазки 55
 Лакирование металлических предме-
 тов 99
 Лактометры 170
 Лапки см. держатели
 „Ласточкин хвост“ 190
 Лед, применение для опред. 0° при
 проверке термометра 50 сл.
 — сухой 160, 200
 Летучие вещества, взвешивание 45 сл.
 Либиха холодильник 66, 145
 Линолеум для лабораторного стола 12
 Литература, работа с нею 207
 Ложка фарфоровая 96

- Магния этилат 104
 Мазь вазелиновая для смазывания
 стекол. пробок 202
 — от ожогов 206
 Манометры 140 сл.
 — к редукционным вентилям 185 сл.
 Мариотта сосуд 33
 Масла минеральные 17, 35
 — — легковоспламеняющиеся, туше-
 ние 35
 Матировка стекла 191
 Машинки для сверления пробок 54
 Медицинская помощь в лаборатории
 205
 Мензурки 65
 Мерные колбы 82, 91
 Меры веса, длины, объема 226
 Металлическое оборудование 97,
 99 сл.
 — — лакирование 99
 Мешалки 119
 — для холодильника 67 сл.
 Микробиюетки 75
 Микропипетки 70
 Микроэкстрактор по Лакерту 154
 Мора зажим 98
 Мотор воздушный 120
 Мумия 200 сл.
 Муфельные печи 38 сл.
 — — электрические 41
 Муфта для лапок и колец 97 сл.
 Мытье посуды 14—19, 21
 — — водой 14
 — — паром 15
 — — правила 21
 — — растворителями 17 сл.
 — — серной кислотой 17
 — — хромовой смесью 16
 — — щелочью 17
- Нагревание 31—42
 — голым огнем 31
 — на бане 32—36
 — огнеопасных веществ 32, 155
 — парами веществ с постоянной
 точкой кипения 36
 — правила при 39
 — при строго определенной темпе-
 ратуре 36
 Наждак, для матировки стекла 191
 — — протирки 193
 Насадки для дистилляции, см. дефле-
 гаторы
 — на горелки 191
 Насосы 77—80, 81, 128, 143 сл.
 — вакуумные см. вакуум-насосы
 — водоструйные 77 сл., 81, 128
 — нагнетательные 144
 — смена масла в 143
 Натрий металлический 21, 99, 114,
 115 сл.
 — — переплавка 116
 — — пинцет для захватывания его 99
- Натрий металлический применение
 для сушки спирта 114
 — — хранение 115 сл.
 Нефтепродукты, растворимость 17
 Нож для резки стекла 188
 — — точки сверл 54
 Номограммы 11, 227
 Нутчи 126
- Обезвоживание 37, 45, 112, 114—117,
 132, 137, 165
 — вымораживанием 117
 — прокаливанием 37
 Обезвоживающие средства 113 сл.
 Огнеопасные жидкости см. раствори-
 тели органические
 Ожоги, первая помощь 205 сл.
 Озоление 38
 Опыты малые 9
 Органические растворители см. раст-
 ворители органические
 Отжим 133, 134
 Отравления, первая помощь при 206
 Отчеты, составление 209
 Охлаждающие смеси 160
 Охлаждение 120, 160
- Пайрекс 92
 Пар водяной см. водяной пар
 Парафин 17, 36, 55 сл., 142, 182
 — заливка пробок и мест соединений
 55 сл., 142
 Паровичок см. парообразователь
 Парообразователь 144
 Пароперегреватель 146
 Паяльные горелки см. горелки паяль-
 ные
 Пемза 135, 179, 201
 — применение для равномерного
 кипения 135, 179
 Перегон, разделение 147
 Перегонка 134—147
 — воды 21—24
 — колбы для 62, 145
 — общие понятия 134—136
 — органических растворителей 39
 — под вакуумом 139
 — — обыкновенным давлением 136—
 139
 — приемники 23, 136 сл., 140, 145
 — с водяным паром 144—147
 — — — тройничок предохра-
 нительный при 146
 — — перегретым паром 146
 — форштосс для П 84
 — фракционная 137
 Перегонные аппараты для дистилли-
 рованной воды 22 сл.
 Перекристаллизация 158
 Переливание жидкостей 76
 Перхлорат магния 117
 Песок для бань 34
 Песочная баня 34, 40

- Пестик 94
 Петри чашка 45
 Петролейный эфир см. эфир петролейный
 Печи муфельные 38 сл.
 Пикнометр гидростатический 176
 — Люссака 171
 — Менделеева 171
 — Оствальда 171
 — Райшауэра 171
 — Ренье 171
 Пикнометры 170
 Пинцет 99
 Пипетка автоматическая 70
 — градуированная 68, 70
 — Гюппнера 69
 — для взвешивания кислот 110
 — — ядовитых веществ 70
 Пипетки 68 сл., 90, 110
 — набор жидкости в 68 сл.
 — проверка 90
 — сушка 77
 — штативы для 69
 Плавиновая кислота, хранилище 192
 Плавления точка, определение 180—182
 Пламя коптящее 26 сл.
 — светящееся 26
 — несветящееся 26
 — „холодное“ 26
 — проскакивание 27
 Плиты газовые 28
 — электрические 39
 Плотный фильтр 122
 Плоскостонные колбы для перегонки 62
 Поглонительные колонки 144
 Подставка для бань 98
 — — круглодонных колб 81
 Пожары в лаборатории, меры предотвращения 18, 32, 35, 39 сл., 113, 155, 159, 204
 Поры в фильтрах, величина 126
 Пористая глиняная тарелка 159
 Пористые твердые тела, применение при нагреве до кипения 135
 Посуда химическая 59—100
 — — калиброванная, проверка 90 сл.
 — — кварцевая 31
 — — мерная 77
 — — мытье см. мытье посуды
 — — очистка от смол 17
 — — платиновая 31, 37 сл., 39
 — — стеклянная 59—93
 — — группа специального назначения 81—93
 — — общего назначения 59—81
 — — сушка см. сушка посуды
 — — требования к стеклу для ее изготовления 92
 — — фарфоровая 31, 37, 93—97, 155
 Предохранительная склянка 78, 139, 141
 Пресса для отжима 133
 Приемники при перегонке 23, 136 сл., 140, 145
 Притирка пробок и кранов 192 сл.
 Пробирки 59 сл.
 — градуированные 59 сл.
 — держатели для 99
 — для центрифуги 130
 — штативы для 60
 Пробки 52—58.
 — для прокладки между делительной воронкой и кольцом 61
 — заливка парафином 55
 — корковые 52
 — — обработка 54
 — обращение с ними 58
 — резиновые 55 сл.
 — — пропитывание парафином 57
 — сверление 53 сл., 56
 — — стеклянные 57
 — — вазелиновая мазь для смазывания 202
 — — заедание 57 сл.
 — — притирка 192
 Прокаливание 36—39
 — солей, применяемых для высушивания органич. жидкостей 113
 Промывалки 63
 Промывка газов 86, 133
 — жидкостей 86
 — осадков при фильтровании 124, 128 сл.
 — — — — — непрерывная 128
 — — — — — горячей жидкостью 129
 — — силикагеля 124
 Проскок пламени 27
 Простой фильтр 122
 Противотока принцип 66
 Противоядия, при отравлении 206
 Рабочий стол см. стол лабораторный
 Разбавление раствора см. растворы, разбавление
 — — — — — равновесие 43 сл., 46
 — — — — — Расплавление веществ 33°
 Растворение 100—120
 — в безводных сухих растворителях 118
 — — — — — определенном объеме 82
 — — — — — органических растворителях 117
 — — — — — горючих 159
 — — при низких температурах 120 сл.
 — — с применением „болталки“ 119
 Растворители горючие, выпаривание 155
 — — — — — летучие 118
 — — — — — улавливание их паров 155
 — — — — — органические 16, 18, 19, 21, 32 сл., 39 сл., 55, 112 сл., 117 сл., 137 сл., 148 сл., 155, 160, 177
 — — — — — выпаривание 33 сл., 41, 155
 — — — — — действие на резину 55
 — — — — — нагревание 32, 39 сл.
 — — — — — перегонка 39
 — — — — — регенерация 19, 20, 21
 — — — — — сушка 112, 114 сл., 137

- Растворы водные, приготовление 102—111
 — кислот, приготовление 109 сл.
 — неводные 112—121
 — — приготовление 117—121
 — нормальные, приготовление 107
 — основные понятия 100—102
 Растворы охлаждение 160
 — приблизительные, приготовление 102, 107, 109
 — приготовление 82, 102—111, 117—121
 — разбавление, мерные колбы для 82
 — подсчеты 104 сл.
 — смешивание для получения определенной концентрации 105 сл.
 — солей, водные, приготовление 102, 106
 — титрование 111 сл.
 — титрованные, хранение 111
 — установка 73 сл.
 — точные, приготовление 106, 108, 110
 — фильтрование в горячем состоянии 126
 — — — в холодном состоянии 122
 — щелочей, водные, приготовление 107 сл.
 Регенерация растворителей 19, 20, 21
 Редукционные вентили 185 сл.
 — — — по Росиньолю 187
 Резина, действие неорганических веществ на 56
 — — — органических растворителей на 55
 Резиновая груша 17
 Резиновые пробки см. пробки резиновые
 — трубки, пропитывание 57
 Рейтеры 174, 175
 Реостат 39
 Реорта 64
 Ржавчина, очистка от нее металлического оборудования 100
 Розе сплав 203
 Ртутный затвор 118

 Светильный газ 26 сл., 198
 Сверла для пробок 53
 — точка 54
 Сверление пробок 53, 56
 — стекла 192
 Серная кислота, обращение с нею 17, 109
 — — — приготовление раствора 109
 — — — применение для мытья посуды 17
 Серная кислота, противоядие при отравлении ею 206
 — — — уд. вес и содержание растворов, табл. 214 сл.
 Сернистая медь, применение для высушивания спиртов 113
 Сернистый натрий, применение для высушивания органических жидкостей 113
 Сернистый натрий, прокаливание 36
 Сетка асбестовая 32 сл.
 — фарфоровая 96
 Силикагель, промывка 124
 Сифон 76
 Скипидар 18, 148 сл.
 Слянка буферная 30
 — Вульфа 30, 87, 139, 141
 — Дрексея 86
 — Тищенко 88
 Смеси жидкостей, темп. кип. 138
 — нераздельно кипящие 138
 — охлаждающие 160
 Смешивание растворов для получения раствора определенной концентрации 105 сл.
 Смолы, очистка от них посуды 17
 — растворимость 17
 Сокслета аппарат 149 сл.
 — — — видоизмененный Биннингтоном 152
 — холодильник 67
 Солевые бани 101, 213
 Соли, применение для высушив. орган. жидкостей 113
 — — — противоядие при отравлении ими 206
 — — — растворы, водные, приготовление 102—107
 — — — уд. вес 219
 Соляная кислота, меры предосторожности 109
 — — — приготовление раствора 109
 — — — противоядие при отравлении ею 206
 — — — уд. вес и содержание растворов, табл. 214
 Сосалки 64
 Сосуд Дьюара 2 0
 — Мариотта 33
 Сосуды, заливка 55
 Спирт этиловый 18, 21, 32, 39, 114 сл., 138
 — — — абсолютирование 114
 — — — выпаривание 155
 — — — нагревание 39
 — — — обезвоживание, качественные пробы на 115
 — — — определение количественное воды в 117
 — — — растворимость 20, 102
 — — — соли для высушивания их 113
 — — — сушка им посуды 20
 — — — металлическим натрием 114, 115
 — — — — сернистой медью 114
 — — — — этилатом магния 114 сл.
 — — — темп. кип. 138
 Спиртовая горелка см. горелка спиртовая
 Спиртометры 170
 Сплавы легкоплавкие, рецепт изготовления 203

- Сплав легкоплавкие Вуда рецепт изготовления 203
 — — Розе рецепт изготовления 203
 Стаканчики для взвешивания 44
 Стаканы батарейные 62
 — толстостенные 62
 — химические 62
 — фарфоровые 93
 Стекло жидкое 203
 — защитный слой по рецепту Фрика 192
 — кварцевое 92
 — карандаши для надписей на нем 203
 — матировка 191
 — первая помощь при поранении им 205
 — резка 188
 — сверление 192
 — сорта 92
 — травление 192
 — шлифовка 191
 — элементарные сведения по обращению с ним 188—193
 Стеклодувные операции 188 сл.
 Стеклянная посуда см. посуда стеклянная
 Стеклянные пробки см. пробки стеклянные
 — трубки см. трубки стеклянные
 Стол лабораторный 12
 — — обработка 202
 — — ящики 12 сл.
 — сушильный 19
 Ступка, стеклянная 95
 — фарфоровая 94
 Суперцентрифуги 132
 Сургуч, применение для заливки 55
 — рецепт изготовления 201
 Сухой лед 160, 200
 Сушильный стол 19
 — шкаф 21, 158, 162 сл., 194
 — — минимальная температура 194
 — — обогрев 162
 — — — светильным или карбюраторным газом 198
 — — с водяной рубашкой 163
 — — — электрическим обогревом 163
 — — электрический 164
 Сушка в струе инертного газа 165
 — — эксикагоре 165
 — — газов 166
 — — не гигроскопичных тел 161
 — — органических жидкостей 112 сл., 137
 — — посуды 19—21, 77
 — — — в сушильном шкафу 21
 — — — воздухом 20
 — — — мерной 77
 — — — на колышках 19
 — — — правила 21
 — — — спиртом и эфиром 20
 — — — твердых тел 160—165
 — — — на открытом воздухе при обычной темп. 161
 Сушка твердых тел при низкой темп. и уменьшен. давлении 164
 — — — — подогреве и обычном атмосфер. давлении 161
 Тарирование 44
 Теклю горелка 26 сл., 36 сл.
 Температура, измерение 47 сл.
 — кипения, определение 178—180
 — плавления, определение 180—182
 — стандартная 171
 Теплоизоляционные материалы 199
 Термометр Бекмана 48, 50
 Термометры 47—52
 — — контактный 197
 — — максимальный 50
 — — метастатический 50
 — — газонаполненные 47
 — — для специальных целей 49 сл.
 — — наполненные спиртом или толуолом 50
 — — „настройка“ их 50
 — — нормальные 48 сл.
 — — обращение с ними 48 сл., 52
 — — поправка на показания 48
 — — проверка 50
 — — химические 47
 — — „чернение“ 49
 Терморегулятор газовый 198
 — — ртутно-толуоловый 196
 Терморегуляторы 196 сл.
 Термостаты 193—200
 — — для низких температур 199
 — — из аквариума или аккумуляторной банки 195
 — — — сушильного шкафа с водяной рубашкой 194
 — — обогрев светильным или карбюраторным газом 198
 — — с электрическим обогревом бактериологического типа 194
 Тигельные щипцы 99
 Тигель Гуча 125
 — — шамотный 51
 — — шоттовский для фильтрования 126
 Тигли 31, 37, 39, 41, 46, 95, 125
 — — взвешивание 46, 125
 — — кварцевые, ценные, их свойства 38
 — — металлические 31
 — — нагревание 31
 — — очистка 37
 Тигли платиновые 31, 37, 39
 — — прогорание 37
 — — проваливание 37, 39, 41
 — — треугольник для 95
 — — фарфоровые 31, 37, 95
 — — — промывка 95
 Титровальные палочки 111
 Титрование 111 сл.
 — — способ капель 112
 — — темнокрашенных жидкостей 111
 Титрованные растворы, хранение 111
 — — — установка 73 сл.

Тищенко склянка 88
Точка плавления, определение 180—182
— — — прибор Эвери 182
— — — Денниса 182
— — — Тиле 182

Трепога 98
Треугольник фарфоровый для тиглей 95
Тройник 141
— предохранительный при перегонке с паром 146
Трубки водомерные 163
— стеклянные, запаивание 190
— — — оттягивание 190
— — — резка 189
— — — сгибание 190
— резиновые, пропитывание 57
Тубус 64
Турбина водяная 120

Удельный вес вязких веществ 173 сл.
— — — вязких жидкостей, определение 173 сл.
— — — определение 166—178
— — — методом уравнивания в жидкостях 175
— — — по высоте двух столбов жидкости 175
— — — приведение к градусам Боэ 225
— — — таблицы 222 сл.
— — — твердых тел 173 сл.
Улавливание паров летучих растворителей 155
Ультрафильтры 121

Фарфоровая посуда 31, 37, 93—97, 155
Фемеля перегонный аппарат для де-стиллированной воды 22
Фильтровальная бумага 96, 122, 127
Фильтрование 121—134
— воронки Бюхнера 96
— — для горячего Ф 42
— — протые для Ф 59
— газов 132
— жидкостей 122
— — легко воспламеняющихся 127
— колбы для отсасывания при 64
— конусы для Ф 124
— материалы для 96, 121 сл., 127
— общие понятия 121
— под вакуумом 127, 129
— промывание при 124, 128
— — растворов горячих 126
— — — холодных 122
— ускорение Ф 123
Фильтр асбестовый 125
— плоеный 122
— простой 122
Фильтры 96, 122 сл.
— изготовление 96, 122 сл., 127
— очистка 126
— складывание их порядок 122 сл.
— сорта 126
Форштосс 66, 84

Фракционная перегонка 137
Фрезениуса хлоркальциевый цилиндр 20

Химическая посуда см. посуда химическая
Хлор 57, 184
Хлориды, определение в воде 24
Хлористый барий, сушка 161
— кальций, применение для обезвоживания 44, 112 сл.
— — — прокаливание 20, 112 сл.
Хлоркальциевый цилиндр Фрезениуса 20, 132, 166
Холодильная муфта 66 сл.
Холодильник Аллина 67
— — — Либиха 66 сл., 145
— — — с мешалкой 67 сл.
— — — Сокслета 67
Холодильники 23, 66 сл., 136 сл., 145
— — — для хранения 199
Хромовая смесь 16, 21

Центрифуги 130 сл.
Центрифугирование 130—132
Цилиндр хлоркальциевый Фрезениуса 20, 132, 166
Цилиндры 65, 169

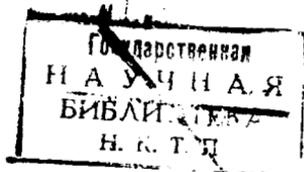
Чашка Коха 45
— Петри 45
Чашки выпарительные 93, 155

Шкаф вытяжной 8, 35, 47, 113
— сушильный см. сушильный шкаф
Шлифовка стекла 191
Шоттовский тигель 126
Шоттовское стекло 92
Шпатель фарфоровый 96, 161
Штатив железный 97
Штативы 60, 69, 97 сл., 187
— для воронок 60
— — газового баллона 187
— — пипеток 63
— — пробирок 60

Щипцы тигельные 99
Щелочи 17 сл., 107 сл., 206, 213
— обращение с ними 17, 21, 108
— противоядие при отравлении ими 2)6
— — — растворы, приготовление 107 сл.
— — — уд. вес и содержание растворов 213
Щетки для мытья посуды 15

Эксикатор 85, 165
Экстрагирующие вещества 149
Экстракторы 149, 152 сл.
Экстракция 147—154
— жидкостей легкими растворителями 153
— — — тяжелыми — 153
— — — из водных растворов 147, 149

- Экстракция общие понятия 147 сл.
 — проведение операции 148
 — с помощью делительной воронки 148 сл.
 Электрические нагревательные приборы 39 сл., 163, 194
 — муфельные печи 41
 — плиты 39 сл.
 Электромоторы 120
 Элементы, атомные веса 212
 Эрленмейера колба 63
 Этикетка на сосуд с раствором 104
 Этилат магния 114
- Эфир петролейный 18, 39, 118, 149, 152
 — серный 18, 20, 21, 32, 39, 101, 112, 115, 118, 149, 155
 — — выпаривание 33, 155
 — — нагревание 39
 — — сушка 112, 115
- Юнкерса водонагреватель 29
- Ядовитые вещества 21, 45, 47, 69, 70, 206
 — — взвешивание 45
 — — набор в пипетку 69, 70
 Ящики лабораторного стола 12 сл.



Ответственный редактор *К. Г. Виноградова.* Техредактор *П. В. Погудкин*

Сдано в набор 2/1 1938 г. Подписано к печати 14/III 1938 г.

Формат 62×94^{1/16}. Уч.-авт. л. 18,11. Тираж 8000 экз.

Печатн. листов 14^{3/4}. Бум. л. 7^{3/8}. Тип. зн. в 1 бум. л. 92512. Дог. № 6390.

Уполномоченный Главлита № Б-26042. ГРХЛ № 965. Заказ № 46.

2-я типография ОНТИ им. Евгении Соколовой. Ленинград, пр. Красных Командиров, 29.

1481

СПИСОК ОПЕЧАТОК
к книге П. И. Воскресенского „Техника лабораторных работ“

<i>Стр.</i>	<i>Строка</i>	<i>Напечатано</i>	<i>Следует читать</i>
26		Рис. 21. Горелки Бунзена: 1) без регулировки подачи воздуха; 2) с регулятором подачи воздуха	Рис. 21. Горелки Бунзена: 1) с регулятором подачи воздуха; 2) без регулиров- ки подачи воздуха
33	22 сверху	медленно	медленный
36	1 снизу	желом	железом
38	1 сверху	HSO_4	KHSO_4
50	3 стр. сн. в примеч.	„Точные изменения...“	„Точные измерения...“
63	2 сверху	самую	самоу
77	-	Примечание 1 относится к стр. 75	
107	8 сверху	серной	-, серной
181		Рис. 228. Пробирка для прибора, изображенного на рис. 225	Рис. 228. Пробирка для прибора, изображенного на рис. 227

Всего 9 опечаток, из них по вине: автора — 3, редактора — 2, типо-
графии — 4.

5-50

A

2023