

NEKOLIKO POBOLJŠANIH SPRAVA ZA ANORGANSKU KVALITATIVNU SEMIMIKRO-ANALIZU

M. Mirnik

Boca za reagense

U literaturi se preporuča kao boca za reagense boca s kapaljkom i gumenim balončićem. Kapaljka može biti ubrušena u bocu (sl. 2),¹⁾ ili fiksirana u poklopcu sa navojem iz plastične mase (sl. 3).

Osim toga se preporuča kao spremište reagensa, koje mora uvijek biti pri ruci, boca na slici 4.²⁾

Kombinacija³⁾ principa kapaljke s tom bocom donša sa sobom nekoliko prednosti i pokazala se vrlo zgodnom i praktičnom u našem laboratoriju. Naročito je podesna za spremanje koncentriranih kiselina i takvih reagensa, koji nagrízaju gumu. Boca prikazana je na slici 5. Do sada su se takve otopine spremaile u običnim bocama s ubrušenim čepom. Reagens je trebalo najprije izliti u epruvetu i otuda vaditi pomoću kapaljke. Prednosti prema kapaljci jesu: opasnost onečišćenja reagensa s organskom tvari iz gume je onemogućena i ne moramo ga čuvati pred dodirrom s gumom ili plastičnom masom poklopcu. Osim toga guma nije trajna. Time ta boca postaje naročito upotrebljiva za ispitivanja na terenu.

Prednosti su prema boci na slici 4: dok imade reagensa u boci, kapaljka se automatski puni, a reagens je uvijek zaštićen od atmosfere, prašine, a i od isparivanja.

Tu kupaljku punimo prvi puta tako, da prošireni dio blago zagrijemo nad plamenom i ostavimo da se kapaljka uronjena u reagens ohladi. Stezanjem zraka ulazi reagens u kapaljku. Kod vađenja manjih količina reagensa (do 10 kapi) dovoljna je toplina ruke, da ga istisne napolje. Veću količinu reagensa rijetko trebamo, a vadimo ju ili tako, da zagrijemo nad mikro plamenom prošireni dio kapaljke, a otvor držimo nad posudom, u koju lijevamo reagens, ili tako, da direktno lijevamo iz boce.

Aparat za dokazivanje plinovitih sastojina

Aparat, koji se je pokazao vrlo zgodnim kod rada, prikazan je na slici (46 d), a možemo ga sami lako prirediti sa nešto malo stakloduvačke spretnosti. Raditi se može i bez čepa i nastavka.

¹⁾ Brojevi se odnose na publikaciju: M. Mirnik, Arhiv za kemiju 20, 187 (1948).

²⁾ E. Grünsteidl: Microchemie, 12, 172 (1932).

³⁾ Na ideju kombinacije tih dvaju načina došli su istovremeno ing. K. Schulz i autor.

Faze priredbe dane su na slici a, b i c. Staklena cijev mora imati što tanje stijenke, a promjer je 7 do 8 mm.

Najprije metnemo u prošireni kraći kraj kap reagensa s kojim plin treba da reagira, odnosno u kojemu treba da se apsorbira. U široko koljeno dolazi sama proba i reagens s kojim razvijamo plin. Odmah iza dodatka začepimo prstom ili malim čepom. Razvijeni plin mora proći kroz reagens, pa se tamo apsorbira. Reakcija se može pospješiti grijanjem.

Želimo li potpuno spriječiti gubitke plina, zatalimo i izvučemo kapilaru prema slici 46 d i provučemo kroz čep. Nju moramo najprije napuniti s reagensom, kojim razvijamo plin i to tako, da je zagrijemo nad plamenom i ostavimo, da se ohladi s otvorom u reagensu. Istim redoslijedom kao i prije metnemo kap reagensa za apsorpciju, pa onda uzorak i kapilaru. Zagrijavanjem proširenog dijela kapilare istisne se nekoliko kapi reagensa, koji padne na uzorak i s njime reagira.

Taj aparatić imade tu prednost, što si ga lako možemo pripremiti sami, što nema gubitaka plina i što se cio sastoji iz jednog komada, pa je time baratanje s njime vrlo jednostavno. Kod rada rijetko se dogodi, da kap reagensa za apsorpciju dođe u otopinu, u kojoj se plin razvija i time možda uništi pokus, što se je kod do sada predloženih aparata vrlo često dešavalo.⁴⁾

U mikro-tehnici se za tu vrstu reakcije preporuča plinska komora na objektom staklu.⁵⁾ Sastavljena je iz dvaju objektnih stakalaca i iz staklenog cilindra promjera 1,5 i visine 1,5 cm s ravno izbrušenim rubovima (Sl. 53 g).

Na donje objektno staklo metne se uzorak i reagens za razvijanje, a na gornjem stakalcu visi s donje strane kap reaktiva za apsorpciju. Taj način rada nije najzgodniji.

Dokaz uspijeva bolje i lakše s poklopcem prikazanim na sl. 53 e, f. Faze pripreme toga poklopca prikazane su na slici 53 a, b, c i d. U fazi b izvučemo lijevi suvišni dio stakla, da dobijemo fazu c, a suvišni ostatak zagrijemo i izduvamo u kuglicu veoma tankih stijena, koja se lako zdrobi. Oštre ostatke kuglice na rubu izgledimo u plamenu, odrežemo na potrebnom mjestu i izbrusimo donji rub. Dimenzije neka budu približno 1,5 na 1,5 cm.

Reakciju izvedemo na isti način kao kod rada s dva objektna stakla, samo kap reagensa za apsorpciju dolazi u kapilarno suženje poklopca. Reakcija se u kapi vrlo dobro vidi.

Najjednostavnije ćemo moći dokazati razvijeni plin pomoću dva satna stakalca bez ikakvih drugih naprava. Granična

⁴⁾ Na sličan način rješava i R. Belcher [Metallurgia, 35, 310 (1947)] citirano po Chem. Abs., 41. 1681 (1947)] gradnju takovih aparata.

⁵⁾ F. E m i c h : Microchemisches Praktikum, München 1942.

količina plina koja se još može dokazati će biti nešto veća. Na donje staklo dolazi uzorak s reagensom za razvijanje, a pokrije se s drugim jednako velikim staklom. Ovo je staklo okrenuto s konkavnom stranom prema dolje, a u udubini se nalazi sitna kap reagensa za dokaz razvijenog plina. Način je zgodan jer nije potrebna nikakova naročita naprava.

Aparat za destilaciju

Često će se ukazati potreba destilacije malih količina. Potrebnu napravu složiti ćemo si prema slici br. 52. Staklenu cijev (slika br. 46.a) svinemo i odrežemo. Uzorak koji želimo destilirati, stavljamo u koljeno i začepimo. Aparat držimo na strani predloške (epruvete), koju možemo i hladiti s vodom. Za taj aparat vrijedi u glavnom isto, što i za aparat za dokazivanje plinova.

Jedan i drugi aparat mogu se poboljšati time, da mu se napravi ubrušeni stakleni čep, odnosno ubrušena staklena kapilara.

Semi - mikro lijevak

Lijevci u semi-mikro tehnici obično su oblika prikazanog na sl. br. 21, 32, 34. Filtrirajući sloj u tim je lijevcima stisnuta kuglica azbesta, vate ili filter-papira. Talози se iz tih lijevaka vade jako teško i s velikim gubitcima. Preporuča se i lijevak (sl. br. 27.) od dva dijela sa okruglim filter-papirom. Oba dijela drže zajedno komadi gumene cijevi. Filtrirajuća površina je vrlo malena, jer kod prevelikog promjera donjeg dijela, podtlak uvuče filter-papir.

Nutarnji promjer donjeg dijela može se proširiti na 4—5 mm, ako izrežemo filter-papir nešto širi od vanjskog promjera cijevi. Gumicu prevučemo preko gornjega dijela, a između oba dijela stavimo filter-papir, tako da leži centrički. Sada prevučemo gumicu preko filter-papira. Rubovi se filter-papira svinu i time se papir pričvrsti te ne postoji više opasnost uvlačenja u cijev.

Isti taj lijevak čišći i jednostavniji dobijemo, ako su oba dijela jedan u drugoga ubrušeni (slika br. 28).

Još šire lijevke toga tipa možemo napraviti ako pod filter-papir umetnemo čistu lanenu krpicu.

Posuda za vakuum filtraciju

U semi-mikro tehnici služi kod filtracije najčešće kao vakuum posuda epruveta s nastavkom za vakuum. Amater staklo-duvač će si takovu epruvetu dosta teško sam izduvati.

Lakše će mu biti napraviti aparat prema slici br. 33. Sastavljen je iz ravno odrezane staklene cijevi, sa zataljenim rubovima, većeg gumenog čepa, cijevi s nastavkom za vakuum i čepa, u kojemu je fiksiran lijevak. Gumeni čep izrežemo tako, da cijev pristaje na njega, napravimo otvor, u koji stane epruveta i taj otvor spojimo s nastavkom za vakuum cijev. Stabilnost možemo povećati tako, da pričvrstimo na veliki čep drvenu pločicu.

Taj aparat imade osim prednosti, što ga možemo sami prirediti i tu prednost, što brzo i lako vadimo i umećemo epruvetu u koju filtriramo, što nije slučaj kod epruvete s nastavkom.

Najjednostavniji način filtracije s običnim lijevkom i vakuumom možemo izvesti tako, da na lijevak pričvrstimo gumeni čep, kojim možemo začepiti epruvetu. Na strani na čepu ima otvor na koji se pripaja gumena loptica za pravljenje vakuuma. Otvor se izbuši okomito na cijev lijevka, a spoj između otvora i unutrašnjosti epruvete se dobije žlijebom, kojega možemo načiniti usijanom žicom (Sl. br. 32.).

ZAVOD ZA ANORGANSKU I ANALITIČKU KEMIJU
TEHNIČKI FAKULTET
ZAGREB

Primljeno 2. veljače 1949.

ABSTRACT

Some improved utensils for the inorganic qualitative semimicro-analysis

by

M. Mirnik

Some improved utensils for the inorganic qualitative semimicro-analysis in use at the Institute for Inorganic and Analytical Chemistry of the Technical Faculty in Zagreb are described and illustrated: 1) a bottle for reagents (fig. 5 on p. 198); 2) an apparatus for the detection of gases (fig. 46 d on p. 214); 3) an apparatus for the distillation (fig. 52 on p. 216); a funnel for the semi-micro filtration (fig. 28 on p. 208) and 5) a device for the filtration in vacuum (fig. 33 on p. 208).

INSTITUTE OF INORGANIC AND ANALYTICAL CHEMISTRY
TECHNICAL FACULTY
ZAGREB (CROATIA)

[Received, February 2, 1949]