**Описание процесса силилирования мерных пипеток.**

Вначале небольшая лирическая часть, после прочтения которой станут понятнее те или иные действия.

В 2001 году я окончил химический факультет БГУ и уехал работать на кафедру химии в региональный ВУЗ. Сказать о том, что я провалился в пещерный век – это не сказать ничего. После лаборатории химфака, в которой имел счастье поработать 1,5 года, на месте работы было пустое поле. При чем с посудой было более–менее нормально, а вот с реактивами – полный абзац. По основной специализации я – органик-синтетик, а вот в заочную аспирантуру (на родной химфак) поступал по аналитике, т.к. делать современную органику там не было решительно никакой возможности, а тропинка на аналитику была протоптана до меня.

Работа в лаборатории органического синтеза научила меня видеть методику. Я конечно не самый ас в оргсинтезе, но без скромности могу сказать, что могу по прочтению методики увидеть ход ее выполнения, возможные косяки методики, подводные камни и т.д. Я могу при наличии оборудования провести синтез практически любой сложности. А с детства у меня любовь к решению любых задач, поэтому аналитика – это призвание. Поэтому мне дико читать истории про противостояние органиков и аналитиков, но это так, к слову.

Возвращаемся в 2002 год.

Тема исследований – сорбция из разбавленных растворов ионов ТМ. Следовательно, возникла необходимость определения остаточных концентраций ионов ТМ в растворах. После прочтения пары экстракционно-фотометрических методик на меня напала тоска и пришло понимание, что нужно чего попроще и надежнее. В результате углубился в комплексонометрическое титрование, и львиная доля результатов была получена именно трилонометрически.

2002 год. Мобильники только у бандитов и новых белорусских. Доступного интернета нет, такого массива книг в электронном виде нет, поездки в Минск в библиотеку только по ОЧЕНЬ большим праздникам, когда у тебя нет занятий со студентами (твоя кандидатская степень очень нужна кафедре и университету, но вот твой дисер – это твое сугубо личное дело).

Слышал, что в литературе имеются методики силилирования с использованием трихлорметилсилана. Этой методики у меня не было, а искать ее – терять несколько дней с непонятным результатом.

Достать / купить тримхлорметилсилан на тот момент было совершенно невозможно, и я решил заменить его триметилхлорсиланом. Купить его тоже было нельзя, но по счастливому стечению обстоятельств, будучи студентом я получал его из ГМДС – гексаметилдисилоксана, поэтому имел рабочую методику и опыт получения.

Этот же опыт оргсинтеза подсказал процедуру силилирования, которая пошла с первого раза – из более 40 обработанных пипеток отбракованы были только 2.

***Итак, для процесса силилилрования понадобятся***

* Триметилхлорсилан
* Четыреххлористый углерод. Думаю, что результат не изменится, если заменить его на хлороформ, хлористый метилен или 1,2-ДХЭ. С метиленом будет неудобно работать, температура кипения слишком низкая, остальное – норм.
* Раствор NaOH (приблизительно 2 %)
* Хромпик
* Пипетки
* Пробки или что-либо для того, чтобы закрыть пипетку с раствором. Я использовал шланги с зажимами
* Сушильный шкаф
* Фарфоровый стакан. Пойдет и стеклянный.
* Груша или шприц
* Вытяжка (очень желательно!!!!)

***Процедура***

* Если пипетки новые, можно не делать ничего, если б.у., то нужно тщательно вымыть хромпиком и промыть много раз водой. Вода должна стекать по внутренним стенкам равномерно, без разрывов. Короче, нужно очень чистая пипетка.
* Залить пипетки раствором NaOH на полчаса. Я это делал так: пережимал зажимом резиновый шланг, набирал в пипетку раствор почти до верха и быстро одевал пережатый шланг. Раствор остается в пипетке.
* Хорошенько отмывал пипетку от щелочи дистиллированной водой (раз 8-10). Дистиллировки ушло несколько литров на 40 пипеток.
* Высушивал пипетки в сушильнике при 120 °С (вечером складывал в сушилку, догонял до 120 и выключал и уходил домой). Основной процесс проходил назавтра.
* Заполнял пипетки раствором триметилхлорсилана в CCl4 аналогично как заполнял раствором щелочи. Выдерживал тоже около получаса. Раствор готовил интуитивно, если правильно сейчас помню, то 25 – 30 мл триметилхлорсилана и 120 – 150 мл четыреххлорки. Точнее не скажу, давно это было, но пропорция близкая.
* После выдерживания сливал раствор, максимально освобождал от жидкости и опять в сушилку на 2 часа При 140-150 °С. Желательно, чтобы в это время в лабе работала вентиляция и никого не было из сапиенсов.
* Выключал сушильник, в нем пипетки остывали. Все, можно пользоваться.

После силилировнаия пипетки желательно прокалибровать, потому что меняется форма мениска, и меняется объем остающейся капли в носике. Если после выпуска раствора выдуть капельку из носика, то пипетка сухая и чистая. Я строил выходные кривые сорбции, т.е. приходилось много титровать элюата, так я пипетку даже не менял и не мыл. Отобрал раствор, перенес в колбу для титрования, дунул в пипетку и отбираешь новую порцию элюата.

Модифицирование долговечное, по крайней мере года три при постоянном использовании держалось – это точно.

Ну вот как то так. Надеюсь, что эта информация кому-то может быто полезна.