

# **THIS IS A DRAFT. UNTIL IT IS FINISHED, CONTACT AUTHORISED CHEM LAB SUPERVISOR IF YOU NEED ADVICE**

## **Acid boiling**

Diamond is incredibly chemically stable and inert, which allows us to clean dirt off the surface using dangerously strong chemicals. A three-acid mix is effective at cleaning ??? off the surface.

### **Procedure**

1. Find the glassware in the cupboard or drying rack. You will need:
  1. a spherical flask,
  2. the distillation condensing column, and
  3. a top piece for the column.
2. Acid into the spherical flask.
  1. Get the acids out of their containers using...
3. mix the acids
4. assemble the

### **FAQ**

#### **Can I raise the temperature for better or faster cleaning?**

Raising the temperature does increase the reaction speed, and should make it faster to clean a diamond. However, this effect is non-linear and difficult to predict. When the strong acids are boiled at too high a temperature they can produce highly toxic gases such as NOx.

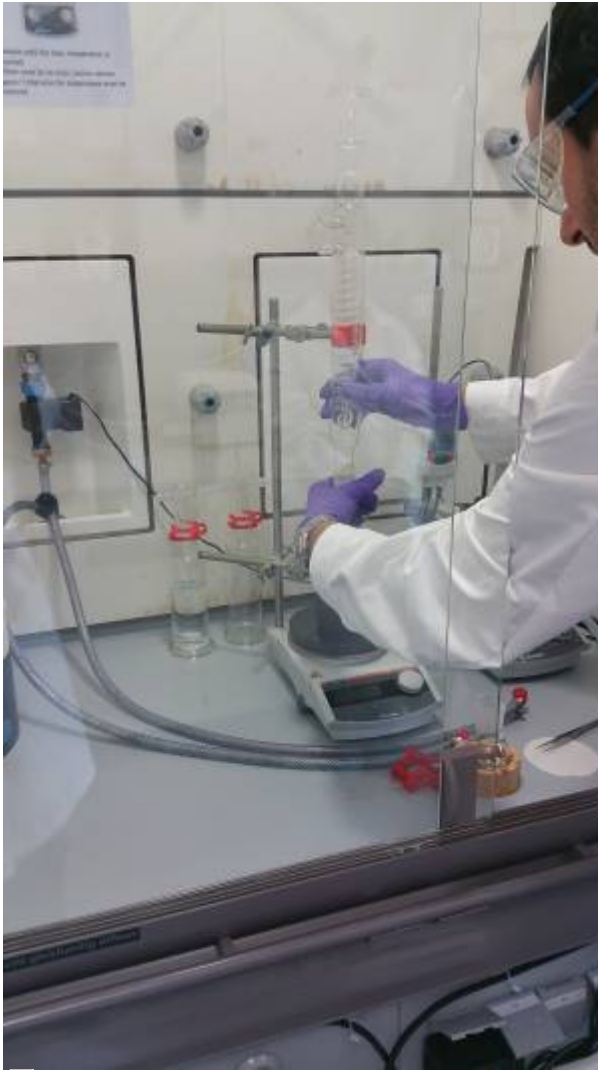
In short, do not set the temperature above 130 degrees celsius for the heat block and 170 degrees celsius for the sand bath.

### **Step by step**



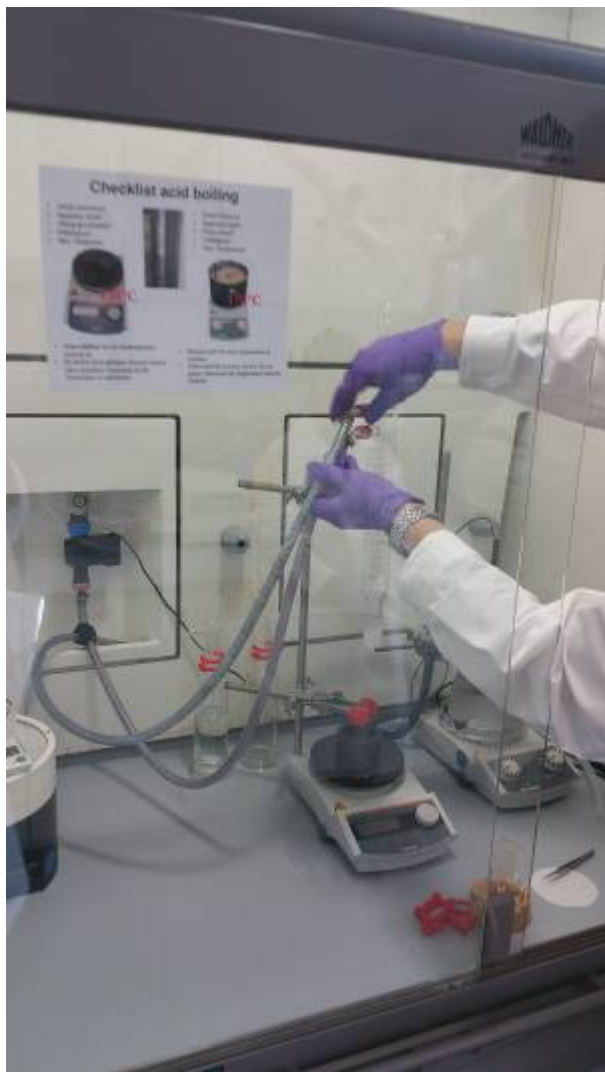
1. Kühler montieren

Mount condenser



2. Teflon-Schliffhülse anbringen

-----  
mount Teflon sleeve



3. Wasserschläuche am Kühler anbringen

connect water tubings on condenser



4. Diamantprobe in den Kolben geben

Place the diamond sample in the flask



## 5. Sicherheitsausrüstung für starke Säuren

-----  
Safety equipment for strong acids



6. Schwefelsäure, Salpetersäure und Perchlorsäure dem Sicherheitsschrank entnehmen

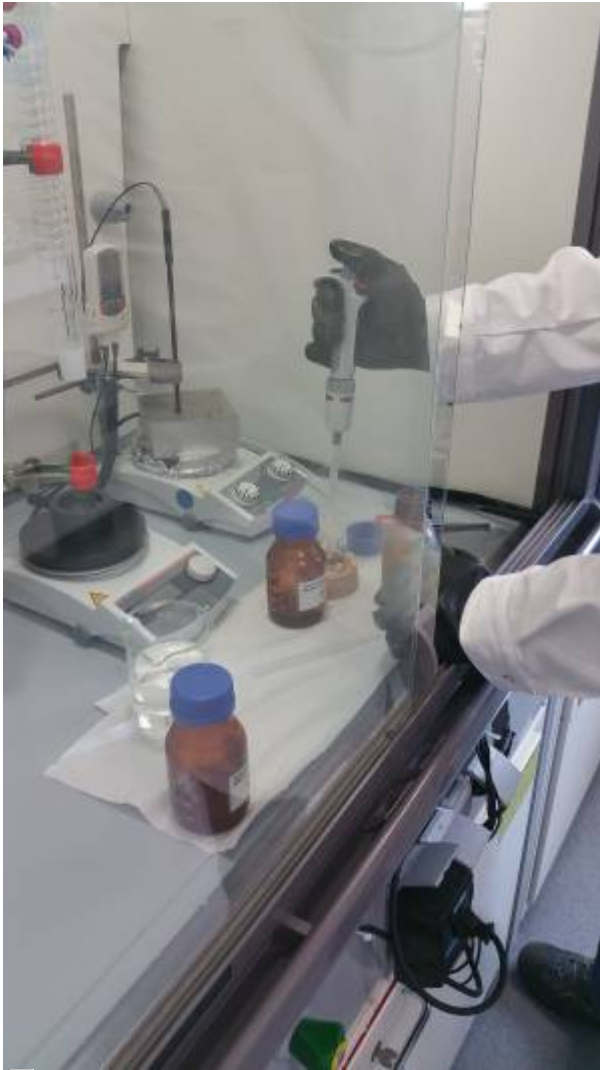
Take sulfuric acid, nitric acid and perchloric acid from the safety cabinet



7. Säuren, 3 Pipettenspitzen 5 ml, Pipette, Becherglas mit Washwasser und Kolben auf Zellstoff bereitstellen, Überprüfen ob der Abzug an ist

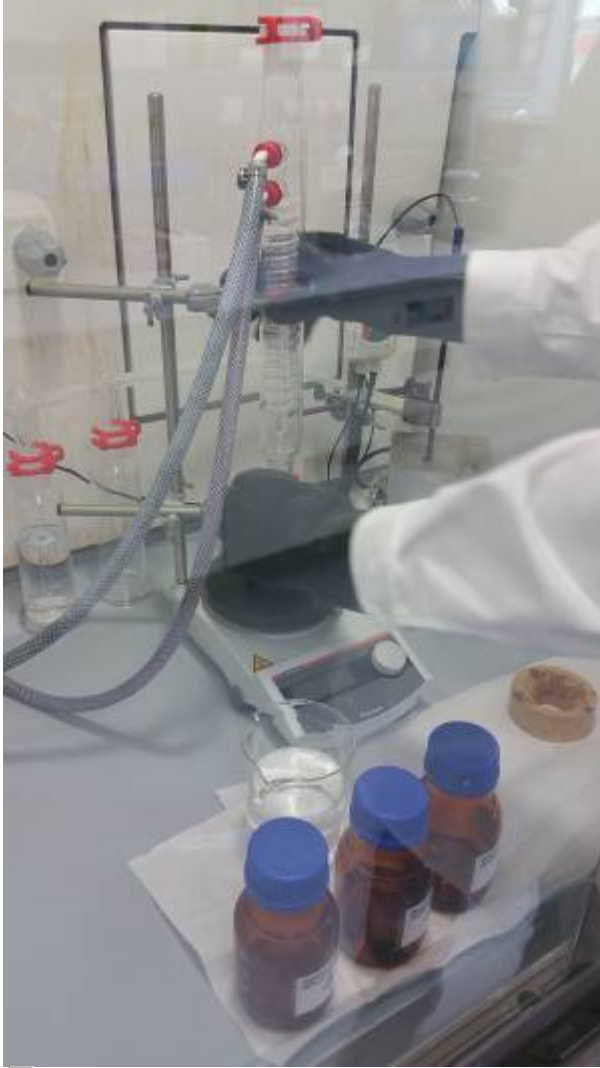
-----  
Provide acids, 3 pipette tips 5 ml, pipette, beaker with wash water and flask on pulp, Check if the fume is on





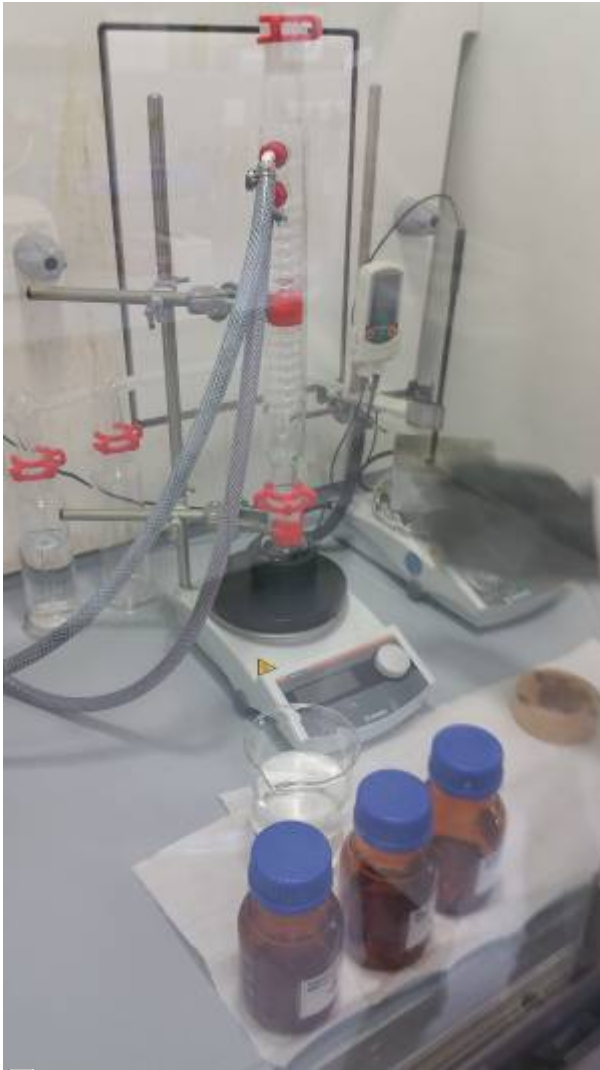
8. 3 ml Schwefelsäure in den Kolben pipetieren, Pipettenspitze im Becherglas ausspülen und abstoßen, 3 ml Perchlorsäure in den Kolben pipetieren und vorsichtig mischen, Pipettenspitze im Becherglas ausspülen und abstoßen, 3 ml Salpersäure in den Kolben pipetieren und vorsichtig mischen, Pipettenspitze im Becherglas ausspülen und abstoßen

Pipet 3 ml of sulfuric acid into the flask, rinse the pipette tip in the beaker glass and repel, pipet 3 ml of perchloric acid into the flask and gently mix, rinse the pipette tip in the beaker glass and repel, pipette 3 ml of salic acid into the flask and gently mix, rinse the pipette tip in the beaker glass and repel



9. Kolben spannungsfrei mit dem Kühler verbinden, auf guten Kontakt des Kolbens mit dem Heatblock oder dem Sandbad achten, Säureflaschen (sauber?) in den Sicherheitsschrank stellen, falls nötig auffüllen

-----  
Connect the flask free of stress to the condenser, ensure that the flask is in good contact with the heat block or the sand bath, Acid bottles (clean?) place in the safety cabinet, if necessary fill up



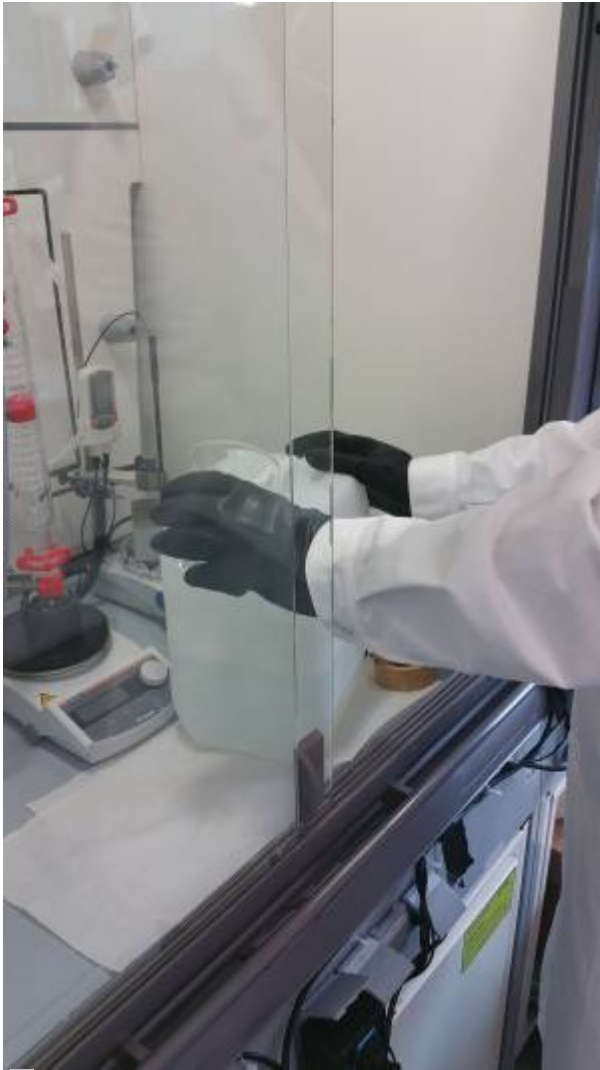
10. Schliffsicherungen anbringen

Attach cut fuses



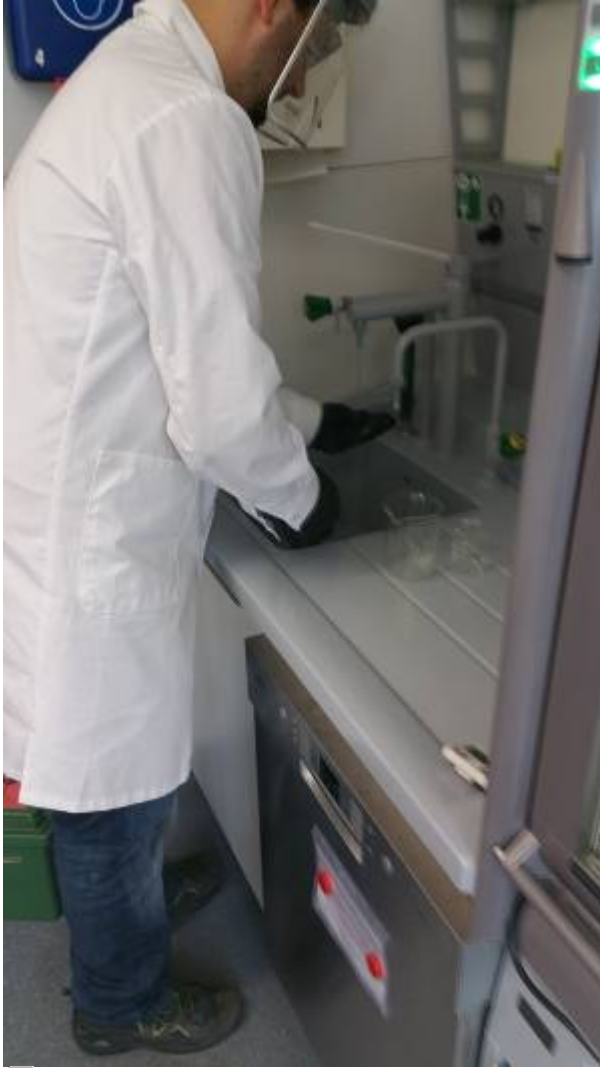
11. Apparatur mit den Gaswaschflaschen verbinden

-----  
Connect the appliance to the gas washing bottles



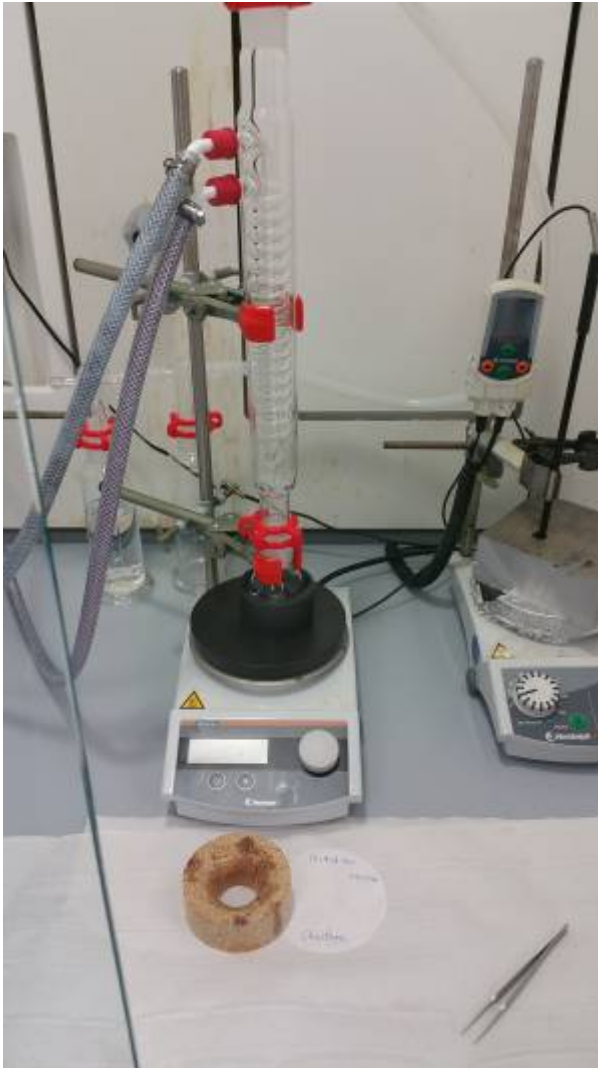
12. Säureabfallkanister aus dem Sicherheitsschrank nehmen, Spülwasser in den Säureabfallkanister geben, Überprüfen ob sich Säurereste außen am Kanister befinden und diese abputzen, Säureabfallkanister in Sicherheitsschrank stellen

-----  
Get the acid waste canister from the safety cabinet, add the rinse water to the acid waste canister, check that the acid residues are outside the canister and clean it, place the acid waste canister in the safety cabinet



13. Becherglas reinigen und in die Spülmaschine stellen, Wasserhähne keinesfalls mit Säureresten an den Handschuhen berühren

-----  
Clean the beaker and place in the dishwasher, Do not touch water taps with acid on the gloves



14. Lege ein Filterpapier mit "acid cleaning" deinem Namen, Datum und Uhrzeit neber die Apparatur

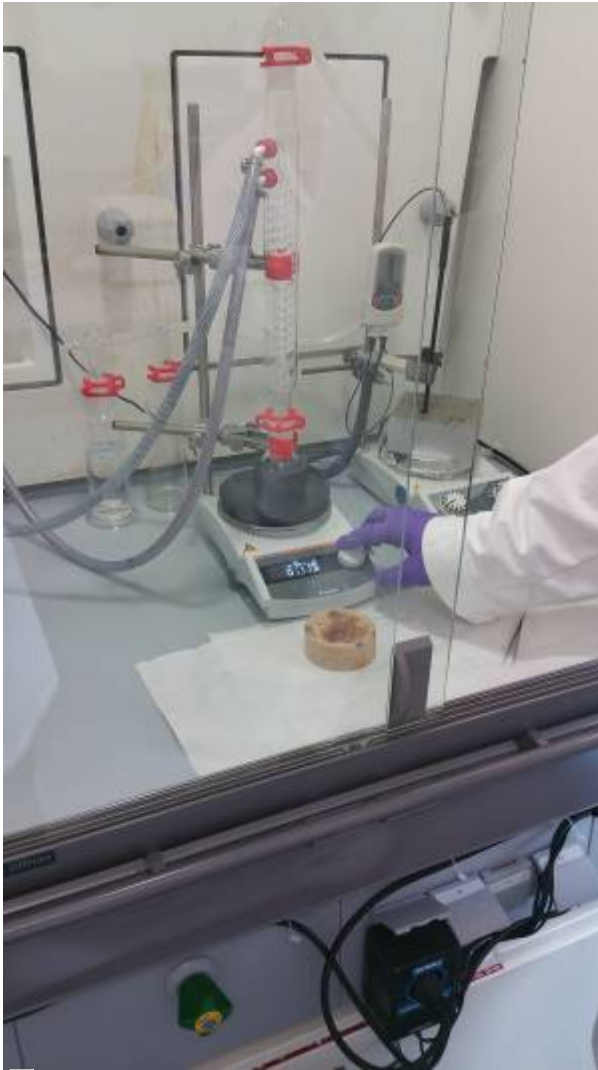
Place a filter paper with "acid cleaning", your name, date and time nearby



15. Schalte die Wasserkühlung ein und prüfe die Dichtigkeit

Turn on the water cooling and check the tightness





16. Setze die max. Temperatur (Heatblock max. 130°C, Sandbad max. 170°C) und aktiviere die Heizung

Set the max. Temperature (heat block max 130°C, sand bath max 170°C) and activate the heating



17. SchlieÙe den Abzug und warte bei der Apparatur bis die Endtemperatur erreicht ist

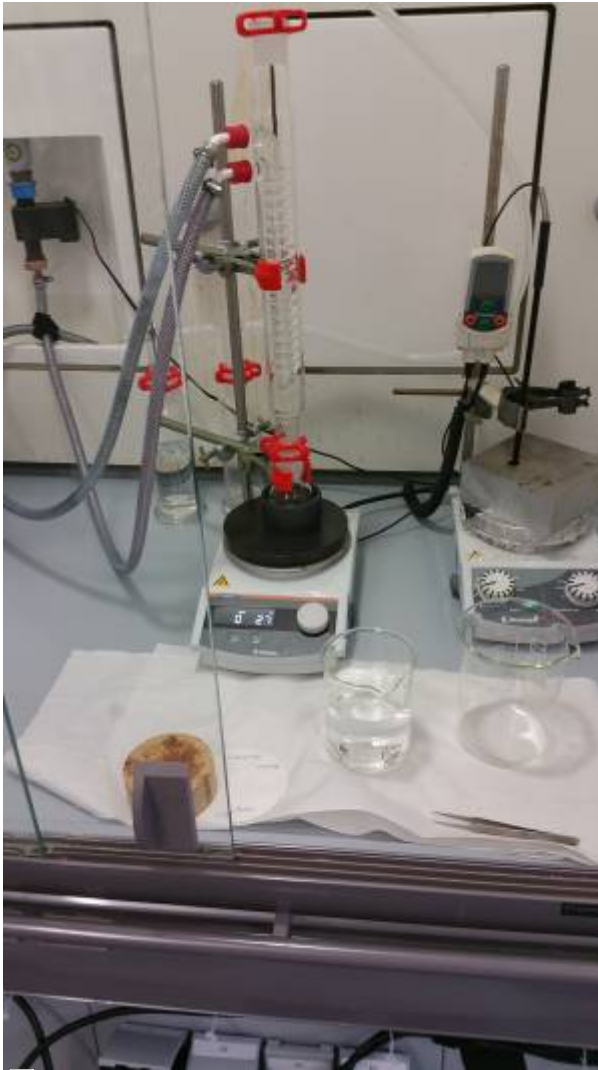


Es dürfen keine giftigen, braune nitrose Gase entstehen. In diesem Fall ist die Temperatur zu reduzieren.

Close the fume and wait for the apparatus to reach the final temperature



Check that no toxic, brown nitrous gases may be produced. In this case, reduce the temperature.



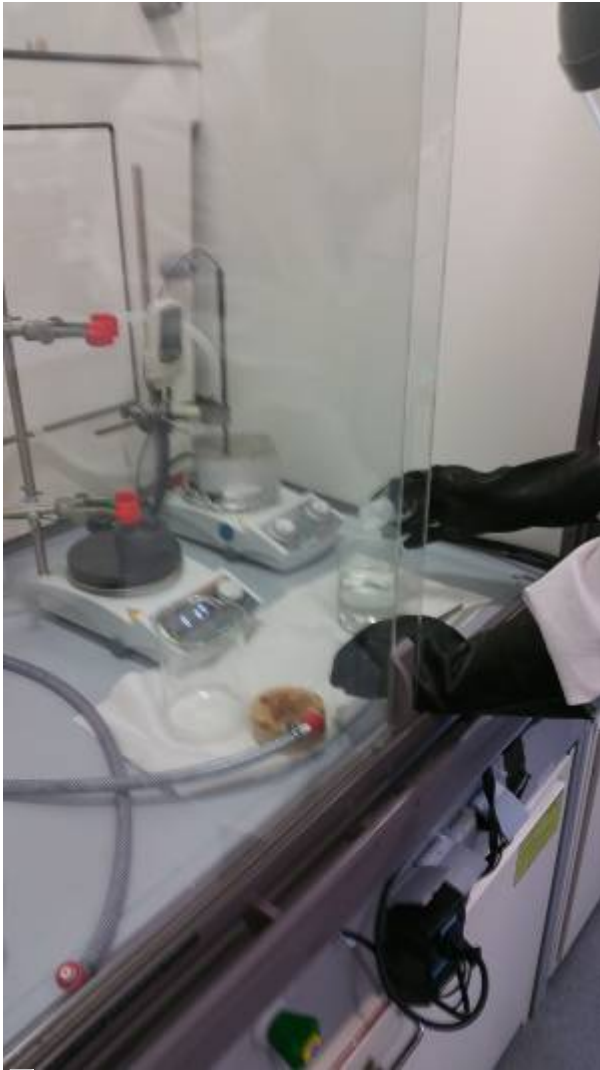
18. Schalte die Heizung nach der notwendigen Reinigungszeit (2 - 24 h) aus und warte bis das Säuregemisch Raumtemperatur hat. Richte alles wie auf dem Bild her.

Switch off the heating after the necessary cleaning time (2 - 24 h) and wait until the acid mixture has room temperature. Set everything up in the picture.



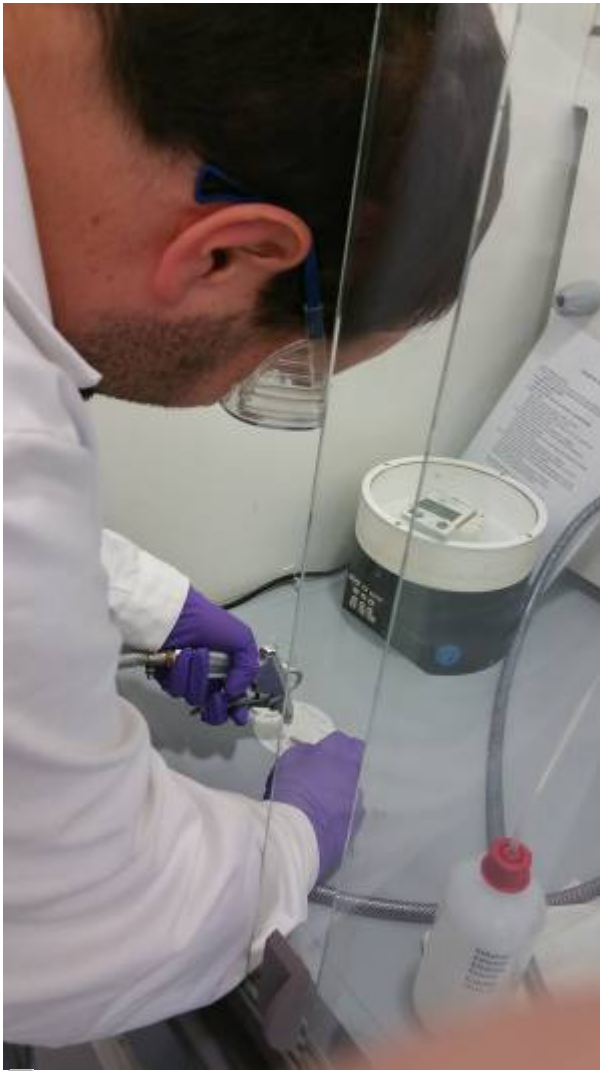
19. Demontiere den Kühler und spüle ihn aus.

Disassemble the condensor and clean it with water.



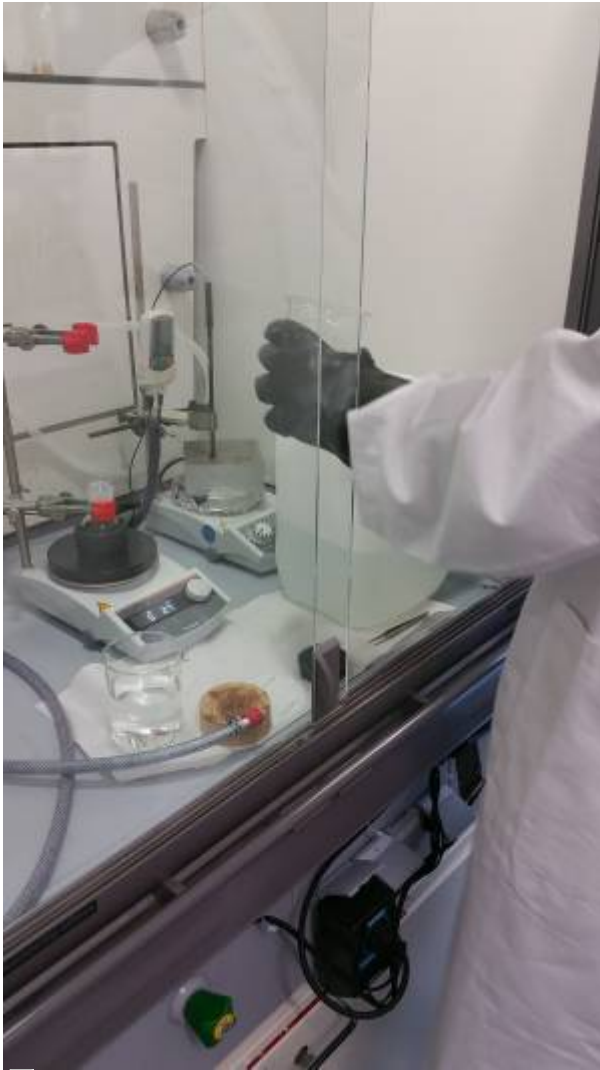
20. Schütte die Säuremischung im Kolben in ein Becherglas mit mindestens 50 ml Wasser. Spüle den Kolben mit Wasser aus. Entnehme die Diamantprobe mit einer Pinzette. Spüle den Diamanten mit Reinstwasser bis er pH-Neutral ist.

Pour the acid mixture in the flask into a beaker containing at least 50 ml of water. Rinse the flask with water. Remove the diamond sample with tweezers. Rinse the diamond with ultrapure water until it is pH 7.



21. Spüle die Diamantprobe mit Aceton und blase sie über einem Filterpapier vorsichtig trocken. Gibt die Diamantprobe in ein geeignetes Transportgefäß z.B. Eppendorf-Reaktor.

-----  
Rinse the diamond sample with acetone and gently dry it over a filter paper. Place the diamond sample in a suitable transport vessel, e.g. Eppendorf reactor.



22. Gib das gesammelte saure Waschwasser in den Säureabfallkanister.

Put the collected acidic washing water into the acid waste canister.



23. Trockne den gereinigten Kühler mit Aceton und Druckluft und lege ihn in den Schrank.

-----  
Dry the cleaned cooler with acetone and compressed air and place it in the cabinet.





24. Entsorge die aufgefangenen Lösungsmittelreste.

Dispose of the collected organic solvent residues.



25. Ersetze das Wasser in der Gaswaschflasche. Stelle alle vorgereinigten Gläser in die Spülmaschine.



Reinige den gesamten Arbeitsbereich. Es darf nirgends Chemikalienreste geben.

-----  
Replace the water in the gas wash bottle. Place all pre-cleaned glasses in the dishwasher.



Clean the entire working area. There must be no chemical residue anywhere.

From:

<https://qowiki.physik.uni-ulm.de/> - **qowiki**

Permanent link:

[https://qowiki.physik.uni-ulm.de/doku.php?id=chem\\_lab:procedures:acid\\_boiling&rev=1481896482](https://qowiki.physik.uni-ulm.de/doku.php?id=chem_lab:procedures:acid_boiling&rev=1481896482)

Last update: **2017/02/14 13:43**

