

**Ю.Г. Тришин, М.В. Шафеева,
А.И. Кудрявцева**

**МАЛЫЙ ПРАКТИКУМ
ПО ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ
ВЫДЕЛЕНИЕ И ОЧИСТКА
ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ**

Учебное пособие

Санкт-Петербург

2018

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
ПРОМЫШЛЕННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ И ДИЗАЙНА»

ВЫСШАЯ ШКОЛА ТЕХНОЛОГИИ И ЭНЕРГЕТИКИ

Кафедра органической химии

Ю.Г. Тришин, М.В. Шафеева, А.И. Кудрявцева

МАЛЫЙ ПРАКТИКУМ
ПО ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

ВЫДЕЛЕНИЕ И ОЧИСТКА
ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

Учебное пособие

Санкт-Петербург

2018

УДК 547(07)
ББК 24.2я7
М202

Малый практикум по органической химии. Выделение и очистка органических веществ: учебное пособие / сост. Ю.Г.Тришин, М.В.Шафеева, А.И.Кудрявцева; ВШТЭ СПбГУПТД. – СПб, 2018. – 40 с.

В практикуме представлены основные сведения о методах выделения, очистки и определения физических констант твердых и жидких органических соединений, описан порядок проведения лабораторных работ.

Учебное пособие предназначено обучающимся по направлению 18.03.01 «Химическая технология» для выполнения лабораторных работ по курсу «Органическая химия».

Рецензенты: д-р хим. наук, профессор кафедры химической технологии полимеров ФГБОУ ВПО «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)» Н.К. Скворцов;
канд. хим. наук, доцент кафедры физической и коллоидной химии ВШТЭ СПбГУПТД Е.Ю. Демьянцева

Подготовлено и рекомендовано к печати кафедрой органической химии ВШТЭ СПбГУПТД (протокол № 5 от 28.03.2018 г.).

Утверждено методической комиссией института технологии ВШТЭ СПбГУПТД (протокол № 4 от 10.04.2018 г.).

© Высшая школа технологии и энергетики
СПбГУПТД, 2018

© Тришин Ю.Г., Шафеева М.В.,
Кудрявцева А.И., 2018

1. ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ ОРГАНИЧЕСКОГО СИНТЕЗА

Для выполнения лабораторных работ каждый студент занимает определенное место на лабораторном столе, где установлены 3 штатива и набор лапок, колец и зажимов к ним. Нагревательными приборами являются электроплитки, которые размещаются в специально отведенном для этого месте.

Рабочее место должно быть свободным и чистым. На столе размещается только необходимая химическая посуда и реактивы. Студент обязан иметь при себе рабочую одежду – хлопчатобумажный халат, а также полотенце или чистую тряпку.

В химических лабораториях обычно используют стеклянную посуду: стаканы, колбы, дефлегматоры, делительные воронки, хлоркальциевые трубки, термометры. Они изготавливаются как правило из специального стекла, которое устойчиво к кислотам, щелочам и большинству химических реагентов, обладает сравнительно небольшим коэффициентом линейного расширения. Посуда из стекла очень удобна – она прозрачна, хорошо моется и сушится. Основным ее недостатком является довольно высокая хрупкость.

В работе следует использовать только чистую и целую (без трещин) химическую посуду. Иногда необходимо иметь сухую посуду. Это особенно важно, если в ней будут проводиться реакции, идущие только в отсутствие следов влаги.

Использованную во время работы посуду необходимо сразу же вымыть и сдать лаборанту. Грязную посуду обычно моют теплой водой с применением моющих средств. При этом используют различные щетки и ерши. Стеклянная посуда может считаться чистой, если на ее стенках вода образует равномерную пленку.

Для очистки посуды от нерастворимых в воде органических веществ можно сначала использовать органические растворители: спирты, ацетон, хлороформ и др., а затем воду с моющим средством.

Перед тем как приступить к выполнению лабораторной работы, необходимо внимательно изучить методику синтеза (пропись), по которой будет проводиться работа, ознакомиться со свойствами изучаемого вещества и исходных соединений.

Необходимо помнить, что практически все органические вещества в той или иной степени ядовиты, большинство из них являются горючими веществами, а некоторые взрывоопасны. Поэтому, работая в лаборатории органического синтеза, необходимо строго соблюдать основные правила техники безопасности.

1.1. Техника безопасности при работе с органическими веществами

1. Студенты приступают к работе в лаборатории только в присутствии преподавателя или лаборанта. Работать одному в лаборатории запрещается.

2. Во время работы в лаборатории соблюдайте тишину, чистоту и порядок на своем рабочем месте. Нельзя оставлять действующую установку без присмотра.

3. Прежде чем взять необходимое количество вещества, внимательно прочитайте надпись на этикетке ёмкости, в которой содержится вещество.

4. Нельзя брать химические реактивы руками. Сыпучие реактивы отбирают сухим чистым шпателем или ложкой, жидкости отмеряют цилиндром, пипеткой, шприцем.

5. В лаборатории нельзя пить воду и принимать пищу.

6. Запрещается выливать в раковины органические вещества, концентрированные кислоты и щёлочи. Для слива этих веществ в вытяжном шкафу находятся отдельные ёмкости.

7. Не разрешается бросать в раковину бумагу, вату, разбитое стекло. Эти материалы выбрасывают в мусорное ведро.

8. Работать с ядовитыми, раздражающими органы дыхания и сильно пахнущими веществами необходимо только в вытяжном шкафу при хорошо действующей вентиляции.

9. Легко воспламеняющиеся жидкости (ЛВЖ) и горючие жидкости (ГЖ) нельзя нагревать на плитке в открытом сосуде.

10. При нагревании реакционной смеси или при перегонке органических жидкостей нельзя наглухо закрывать прибор. Приборы для синтеза и для перегонки должны сообщаться с атмосферой. Несоблюдение этого правила может привести к взрыву.

11. Во время нагревания в пробирках и колбах жидких и твердых веществ нельзя направлять их отверстия на себя и соседей. Нельзя также заглядывать сверху в открытые нагреваемые сосуды во избежание возможного поражения при выбросе горячей массы.

12. При перегонке жидкостей для равномерного кипения используют пористые тела («кипелки»). Перегонять жидкости без кипелок или бросать кипелки в горячую жидкость категорически запрещается. Кипелки помещают в жидкость перед началом нагревания.

13. Колбу для перегонки заполняют жидкостью не более чем на $\frac{2}{3}$ объема. При перегонке ЛВЖ обязательно используют холодильники с водным охлаждением. Нельзя перегонять жидкости досуха - это может привести к взрыву. В перегонной колбе необходимо оставлять от 1 до 10 мл жидкости в зависимости от объема перегоняемого вещества.

14. Работать с концентрированными кислотами и щелочами следует осторожно и аккуратно. При разбавлении кислоты необходимо во время перемешивания кислоту небольшими порциями прибавлять к воде, а не наоборот. Глаза при этом должны быть защищены очками или маской из органического стекла.

15. При попадании кислот на кожу нужно быстро промыть обожжённое место струёй воды, а затем двух-, трёхпроцентным раствором соды. При ожоге едкими щелочами необходимо также хорошо промыть обожжённое место водой, а затем двух-, трёхпроцентным раствором уксусной кислоты. При случайном попадании кислоты или щёлочи в глаза тотчас промыть их большим количеством воды, а затем обработать тампоном, смоченным в растворе соды или борной кислоты, и вновь промыть водой.

16. При работе с бромом, ртутью, металлическим натрием, а также при работе с сосудами под давлением, перегонке под вакуумом, при работе со сжатыми газами из баллонов необходимо ознакомиться со специальными инструкциями для работы с такими веществами и установками.

17. Приступая к работе в лаборатории, надо хорошо познакомиться со средствами пожаротушения (ящик с песком, асбестовое одеяло, огнетушитель) и набором необходимых средств оказания первой помощи.

18. При возникновении пожара нужно сразу отключить в лаборатории вентиляцию и подачу электроэнергии, принять меры по ликвидации загорания. Если загорелся эфир, бензол, бензин и другие ЛВЖ, пламя тушить песком или асбестовым одеялом, предотвратив доступ кислорода. В случае воспламенения одежды необходимо немедленно набросить на пострадавшего халат, одеяло, куртку. Ни в коем случае не давать ему бежать, так как это усиливает пламя. При необходимости вызвать пожарную команду по телефону 01 или 112.

19. Закончив работу в лаборатории, необходимо выключить электроплитку, вымыть лабораторную посуду, остатки химических веществ сдать лаборанту на слив, поставить на место штативы, протереть стол, сдать лаборанту свое рабочее место. После работы тщательно вымыть руки.

2. МЕТОДЫ ВЫДЕЛЕНИЯ И ОЧИСТКИ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

2.1. Кристаллизация

Кристаллизация - один из важнейших методов очистки твердых веществ. Он основан на различной растворимости очищаемого вещества и загрязняющих его примесей, а также на различной растворимости очищаемого вещества в горячем и холодном растворителе. Кристаллизация включает в себя следующие этапы:

- 1) выбор растворителя;
- 2) приготовление насыщенного горячего раствора;
- 3) предварительное удаление примесей;
- 4) фильтрование горячего раствора для отделения нерастворившихся примесей (часто от прибавляемого для очистки активированного угля);
- 5) охлаждение раствора (кристаллизация вещества);
- 6) отделение образовавшихся кристаллов от маточного раствора фильтрованием;
- 7) промывку кристаллов чистым растворителем;
- 8) сушку кристаллов;
- 9) контроль чистоты перекристаллизованного продукта по температуре плавления.

Выбор растворителя

Растворитель должен хорошо растворять очищаемое соединение при нагревании и плохо – при охлаждении. Примеси либо вообще не должны растворяться (в этом случае их удаляют фильтрованием горячего насыщенного раствора), либо должны обладать более высокой растворимостью по сравнению с очищаемым веществом даже при охлаждении. При этом они останутся в маточном растворе. Растворитель не должен химически взаимодействовать с очищаемым веществом. Нередко

очищаемый продукт содержит несколько примесей, сильно различающихся по своей химической природе и растворимости. В таких случаях трудно подобрать растворитель, обеспечивающий эффективную очистку сразу от всех загрязнений. Успеха можно добиться последовательной кристаллизацией из двух или даже трёх растворителей, выбранных из разных классов химических соединений, либо применять смесь растворителей. Это наиболее целесообразно в том случае, когда растворитель обладает настолько высокой растворяющей способностью по отношению к очищаемому веществу, что не может быть использован для его кристаллизации. Чтобы добиться необходимого снижения растворимости, к этому растворителю добавляют второй, неограниченно с ним смешивающийся и плохо растворяющий очищаемое соединение. Выбор растворителя, а также определение необходимого его количества проводят с помощью пробирочных опытов. Небольшую навеску очищаемого вещества растворяют в минимальном количестве исследуемого кипящего растворителя или смеси растворителей, затем приблизительно оценивают полноту выделения кристаллов при охлаждении.

Растворимость веществ как правило сильно увеличивается с повышением температуры раствора. Однако следует избегать применения растворителей с температурой кипения выше температуры плавления и выше температуры разложения очищаемых веществ.

При выборе растворителей руководствуются общим правилом: "подобное растворяется в подобном". Так, полярные соединения, как правило, лучше растворимы в полярных растворителях, таких как вода, спирты, кетоны, сложные эфиры, кислоты и т.д. Неполярные соединения лучше растворимы в неполярных растворителях, таких как бензол, гексан, четыреххлористый углерод и т.д.

Приготовление насыщенного горячего раствора

Для растворения веществ в воде используют химические стаканы или химические колбы, обогреваемые непосредственно на электроплитке.

Если растворимость очищаемого вещества в кипящей воде неизвестна, ее приблизительно определяют, растворяя небольшую навеску в пробирке. Затем, пользуясь результатами определения, к отвешенному количеству очищаемого соединения приливают несколько меньшее, чем требуется для образования насыщенного раствора, количество воды. Смесь при непрерывном перемешивании стеклянной палочкой доводят до кипения. Затем к ней небольшими порциями приливают воду (каждый раз доводя раствор до кипения) до тех пор, пока очищаемое вещество полностью не растворится. При этом следует иметь в виду, что растворение может происходить очень медленно, особенно если растворяемый продукт содержит крупные кристаллы и комки. В веществе могут также присутствовать нерастворимые примеси. В этом случае, если при добавлении дополнительных порций воды количество нерастворившегося вещества не уменьшается, следует прекратить прибавление воды. Затем полученный горячий насыщенный раствор фильтруют.

Растворение веществ в органических растворителях ведут по той же методике, что и в воде. Однако, учитывая токсичность и пожароопасность большинства органических растворителей, все операции проводят в колбе, снабжённой обратным холодильником. В этом случае растворитель, необходимый для полного растворения вещества, приливают небольшими порциями через обратный холодильник.

Удаление примесей и очистка растворов

Очень загрязнённые вещества, особенно содержащие смолистые примеси, довольно трудно очистить кристаллизацией. В подобных случаях растворы очищаемых веществ обрабатывают адсорбентами. Растертый в

порошок адсорбент, например активированный уголь, осторожно, небольшими порциями присыпают к насыщенному раствору, имеющему температуру значительно ниже температуры кипения, иначе возможно бурное вскипание жидкости и выброс её из колбы. Чтобы адсорбция прошла полнее, раствор некоторое время кипятят с углем. Затем проводят горячее фильтрование.

Количество адсорбента зависит от степени загрязнения и составляет обычно 0.5-2 % от массы очищаемого вещества. Необходимо учитывать, что уголь в той или иной мере адсорбирует практически любое соединение, поэтому применение избыточного его количества может привести к потерям основного вещества.

Адсорбционная способность активированного угля по отношению к различным примесям и в различных растворителях неодинакова. Являясь неполярным гидрофобным адсорбентом, он хорошо поглощает растворённые вещества из водных растворов и полярных жидкостей - спиртов, сложных эфиров, амидных растворителей. Для удаления примесей из малополярных и неполярных, например углеводородных растворителей, в которых активированный уголь не всегда достаточно эффективен, используют активный оксид алюминия или порошкообразный силикагель.

Фильтрование горячего раствора

Фильтрование горячего насыщенного раствора надо проводить как можно быстрее, чтобы предотвратить потери вещества за счёт его кристаллизации на фильтре или в трубке воронки. Для этого обыкновенную воронку помещают в специальный обогревательный кожух, который заполняют горячей водой. После того как воронка прогреется, смачивают фильтр чистым растворителем и фильтруют горячий раствор обычным образом.

При работе с водными растворами удобно нагревать фильтровальную воронку парами фильтруемого раствора (воды). Для этого в стакан, в

который предполагают отфильтровывать насыщенный раствор очищаемого вещества, наливают столько воды, чтобы толщина её слоя была 0.5-1 см. Затем в стакан вставляют воронку, диаметр верхнего сечения которой не намного больше диаметра стакана. Воду доводят до кипения. После того, как пары воды нагреют воронку, в неё помещают фильтр и фильтруют горячий раствор, не снимая при этом стакан с нагревательного прибора.

Осаждение кристаллов из раствора и их отделение

Для получения возможно более чистого продукта горячий насыщенный раствор охлаждают медленно. Только после того, как температура раствора достигнет комнатной, его охлаждают холодной проточной водой или помещают в холодильник. Более глубокого охлаждения с применением охлаждающих смесей следует избегать, ввиду возможного выпадения в осадок примесей.

Особой тщательности требует работа с веществами, склонными образовывать пересыщенные растворы. При охлаждении растворов таких веществ кристаллы долго не выделяются, главным образом из-за отсутствия центров кристаллизации. Некоторые соединения в отсутствие центров кристаллизации склонны выделяться из растворов в виде масла. Очистка вещества при этом, как правило, не происходит, даже если масло при дальнейшем понижении температуры затвердевает. В этих случаях применяют стимулирование кристаллизации, например, "введение затравки" т.е. внесение в охлаждаемый раствор нескольких чистых кристаллов подвергаемого очистке вещества. Такие кристаллы иногда удаётся получить, испарив на часовом стекле несколько капель данного раствора. Кристаллизацию вызывает также интенсивное потирание стеклянной палочкой о внутренние стенки кристаллизатора.

После окончания кристаллизации выпавший продукт отфильтровывают на воронке Бюхнера (рис. 2.1) путём отсасывания под уменьшенным давлением.

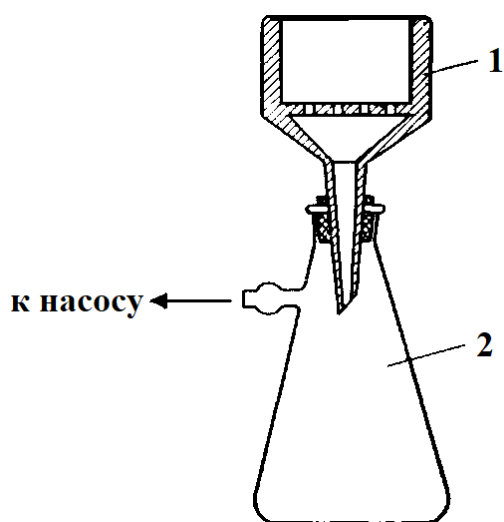


Рис. 2.1. Прибор для фильтрования под уменьшенным давлением:
1 – воронка Бюхнера; 2 – колба Бунзена

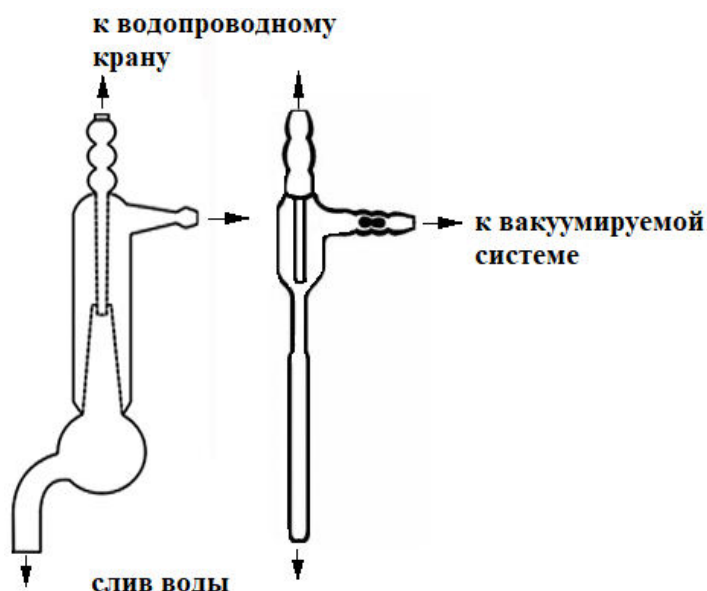


Рис. 2.2. Водоструйные насосы

Примечание. Для создания уменьшенного давления применяются водоструйные и масляные насосы. Водоструйные насосы прикрепляют к водопроводному крану при помощи куска толстостенного резинового шланга и закрепляют хомутами. Внутренняя часть водоструйного насоса (рис. 2.2) состоит из двух вставленных одна в другую стеклянных трубок различного диаметра. Верхняя трубка сужается в нижней части, вода проходит через нее очень тонкой струей с большой скоростью, увлекая за собой молекулы воздуха и создавая разрежение во внешней камере. При хорошем напоре водоструйные насосы создают вакуум до 10-20 мм рт. ст. Водоструйные насосы изготавливают из стекла, нержавеющей стали или платмасс.

Кристаллы тщательно промывают на фильтре небольшими порциями холодного чистого растворителя. Назначение промывки не только в отделении маточного раствора, но и в удалении адсорбированных на поверхности кристаллов примесей.

Выделенный кристаллический продукт после фильтрования и промывки сушат, затем определяют его температуру плавления.

Определение температуры плавления

Одним из критериев чистоты твёрдого органического вещества является температура плавления. Органическое вещество считают чистым, если оно имеет чётко выраженную температуру плавления, т.е. разность между температурой, при которой появляется жидкая фаза, и температурой полного расплавления вещества не превышает 1 °С. Загрязнённые вещества плавятся в сравнительно широком температурном интервале. Кроме того, даже при незначительном загрязнении вещества температура его плавления резко понижается.

Для определения температуры плавления органических веществ применяется прибор ПТП (рис. 2.3), в котором предусмотрен электронагрев капилляра с пробой. Прибор предназначен для определения температуры плавления веществ в диапазоне от 20 до 340 °С при регулируемых скоростях нагрева (1, 2, 3, 4, 6, 8 и 10 °С в минуту). Для удобства наблюдения за плавлением вещества и шкалой термометра на приборе установлены увеличивающая линза с фокусировкой и два осветителя с рефлекторами.

Для определения температуры плавления вещество помещают в стеклянный тонкостенный капилляр диаметром 0.8-1 мм, запаянный с одного конца. Для этого открытым концом капилляра набирают небольшое количество тщательно высушенного и тонко измельчённого вещества. Чтобы сместить набранное вещество на дно капилляра и утрамбовать, капилляр бросают несколько раз запаянным концом вниз через вертикально стоящую на столе трубку диаметром около 10 мм и длиной 50-30 см. Плотный слой вещества в капилляре должен быть высотой 2-3 мм.

Температуру плавления определяют в приборе с двойными стенками (рис. 2.4). Он представляет собой два цилиндрических сосуда, вставленных один в другой. Термометр с капилляром помещают во внутренний сосуд. Капилляр прикрепляют к термометру с помощью резинового кольца так, чтобы нижняя часть капилляра, наполненная веществом, прилегала к середине ртутного шарика термометра. Затем нагревают прибор и следят за

изменением агрегатного состояния вещества в капилляре. При этом сначала нагревание ведут со скоростью от 4 до 6 °С в минуту, а при температурах, близких к температуре плавления, со скоростью от 1 до 2 °С в минуту.

Определяя температуру плавления, следует фиксировать температурный интервал от появления жидкой фазы до полного расплавления вещества в капилляре. Этот интервал и характеризует температуру плавления вещества.

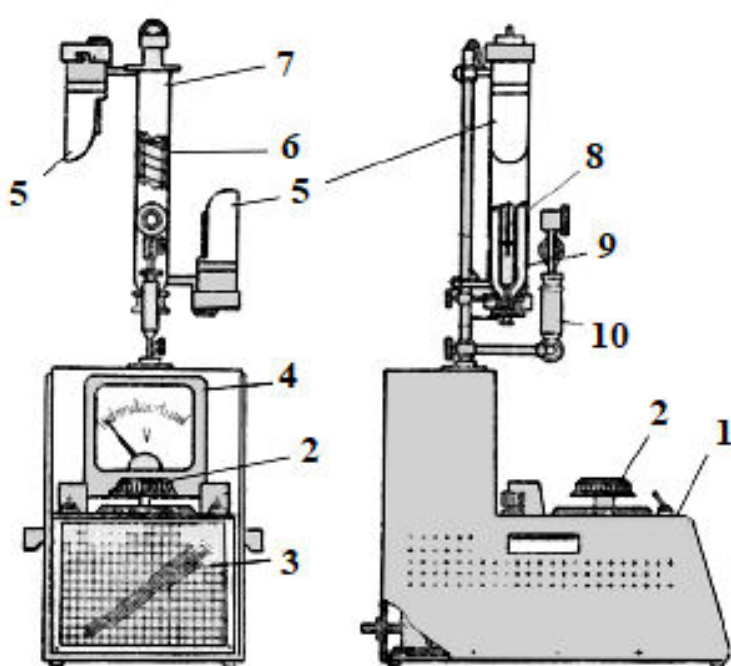


Рис. 2.3. Прибор для определения температуры плавления ПТП:

- 1) щиток управления;
- 2) регулятор напряжения;
- 3) номограмма, позволяющая установить напряжение, необходимое для заданной скорости нагрева;
- 4) вольтметр;
- 5) осветитель с рефлектором;
- 6), 7) нагревательный блок, в разрезе показана навитая бифилярно константановая спираль;
- 8) капилляр с веществом;
- 9) термометр;
- 10) увеличивающая линза с фокусировкой для наблюдения за капилляром

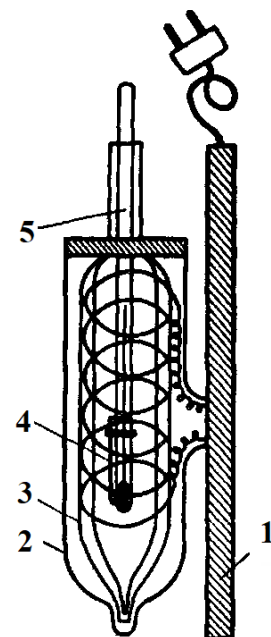


Рис. 2.4. Нагревательный блок прибора ПТП:

- 1) подставка;
- 2) внешний сосуд;
- 3) внутренний сосуд с электрообогревом;
- 4) капилляр с веществом;
- 5) термометр

Лабораторная работа № 1

Очистка бензойной кислоты, ацетанилида или коричной кислоты методом кристаллизации

В термостойком стакане на электроплитке нагревают 0.15 л воды. Полученное для очистки вещество высыпают в коническую колбу ёмкостью 0.5 л и добавляют примерно 50 мл горячей воды. Помещают колбу на электроплитку и, постоянно перемешивая палочкой, доводят до кипения. Затем небольшими порциями (по 20-30 мл) при перемешивании добавляют горячую воду, каждый раз доводя её до кипения. При этом следят за растворением вещества. Добавление воды прекращают тогда, когда количество не растворяющегося вещества не уменьшается при добавлении новой порции воды. Таким образом получают насыщенный раствор.

Горячий насыщенный раствор отфильтровывают от не растворившихся примесей. Для этого в стакан ёмкостью 0.8 л наливают горячую воду, так чтобы она только покрыла дно стакана, и доводят её до кипения (нагрев на электроплитке). В верхнюю часть стакана вставляют коническую воронку (имеющую немного больший диаметр, чем диаметр стакана) со складчатым фильтром, изготовленным из фильтровальной бумаги. Как только воронка с фильтром обогрется парами кипящей воды, выливают горячий насыщенный раствор в фильтр. Фильтрат охлаждают сначала на воздухе (5-10 мин.), а затем в бане с холодной водой. Выделившиеся кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера (рис. 2.1). Промывают на фильтре небольшим количеством (30-50 мл) холодной воды. Осадок высушивают на воздухе, а затем определяют температуру плавления очищенного вещества.

Температуры плавления очищенных соединений по справочным данным

Бензойная кислота	122,4 °C
Ацетанилид	114,3 °C
Коричная кислота	134,0 °C

2.2. Экстракция

Экстракция – извлечение вещества из смеси с помощью растворителя. Применяется для концентрирования и очистки извлекаемого вещества или для разделения и очистки всех компонентов данной смеси.

Жидкостная экстракция

Этот вид экстракции основан на различной растворимости извлекаемых веществ в двух несмешивающихся жидкостях.

Распределение растворенного вещества между двумя жидкими фазами определяется *законом распределения* Нернста:

$$c_A/c_B=K,$$

где c_A – концентрация вещества в фазе А (экстрагирующий растворитель);

c_B – концентрация вещества в фазе В (экстрагируемый раствор);

K – коэффициент распределения.

Из уравнения следует, что экстракция вещества легко осуществима, если оно растворимо в экстрагирующем растворителе значительно легче, чем в другой фазе, и коэффициент распределения, таким образом, значительно больше единицы.

Чаще всего экстрагированию приходится подвергать водные растворы. Для этого пользуются делительной воронкой, в которую наливают водный раствор экстрагируемого вещества, а затем экстрагирующую жидкость, т. е. растворитель, в котором это вещество растворяется лучше. Соотношение раствора и растворителя обычно составляет 1:1 по объему.

Растворитель для экстракции (экстрагент) должен отвечать следующим требованиям:

а) не смешиваться с другим растворителем, который содержит экстрагируемое вещество;

б) заметно лучше растворять экстрагируемое вещество, чем растворитель, из которого это вещество экстрагируется;

в) не взаимодействовать ни с экстрагируемым веществом, ни с растворителем, его содержащим;

г) быть сравнительно безопасным;

д) легко удаляться для выделения из него вещества.

Делительную воронку (рис. 2.5), содержащую водный раствор экстрагируемого вещества и растворитель с плотностью менее 1 г/см^3 (вместе не более $2/3$ ее объема), закрывают пробкой и осторожно встряхивают. В воронке может повышаться давление за счет испарения растворителя, поэтому нужно периодически открывать кран и выпускать пары растворителя (при этом воронку держат выпускной трубкой кверху). После встряхивания делительную воронку закрепляют в штативе и оставляют до полного разделения слоев. Затем открывают пробку и, осторожно открывая кран, медленно сливают нижний слой в приемник. Затем экстракцию повторяют 2-3 раза. Далее верхний слой выливают через верхнее отверстие воронки в другую посуду. Затем удаляют растворитель из экстракта, в котором содержится извлекаемое вещество. В качестве экстрагента могут использоваться растворители с плотностью более 1 г/см^3 (хлороформ, хлористый метилен и др.). В этом случае экстрактом является нижний слой.

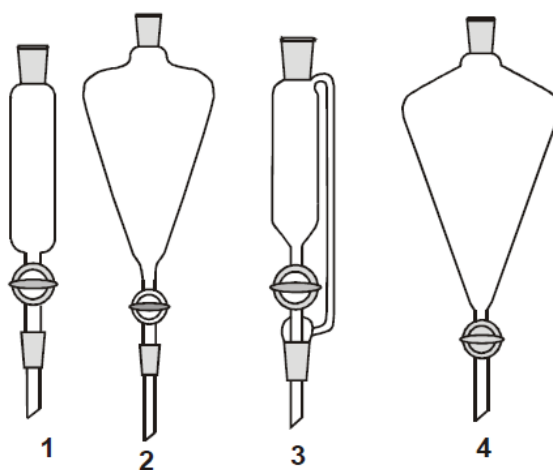


Рис. 2.5. Капельные и делительные воронки: 1, 2 – простые капельные воронки; 3 – капельная воронка с обводом; 4 – делительная воронка

Экстракция из твердых веществ

Однократная простая экстракция

Твердое вещество для извлечения из него необходимого продукта нагревают с растворителем в колбе с обратным холодильником. Полученный экстракт фильтруют или декантируют. Простейшим примером такой экстракции является заваривание чая.

Многократная простая экстракция

Для более полной экстракции следует, как правило, описанную операцию повторить неоднократно. Для этого целесообразно применять специальные автоматически работающие приборы. Эти приборы состоят из колбы, экстракционной насадки и обратного холодильника. Твердое вещество помещают в экстракционную насадку, снабженную фильтром. В колбу заливают растворитель, с помощью которого осуществляют экстракцию, и нагревают его до кипения. Образующиеся пары конденсируются обратным холодильником. Конденсат стекает на экстрагируемое вещество, находящееся в экстракционной насадке, и в виде экстракта сливается обратно в колбу.

Насадка Тилепапе действует по принципу проточного экстрактора (рис. 2.6), т. е. вещество непрерывно промывается стекающим из холодильника сконденсированным, но еще горячим растворителем. Экстракт непрерывно стекает в колбу.

Экстрактор Сокслета (рис. 2.7) отличается от экстрактора Тилепапе наличием боковой сифонной трубки, через которую экстракт сливается в колбу периодически только тогда, когда уровень жидкости в насадке поднимется до верхнего колена сифона.

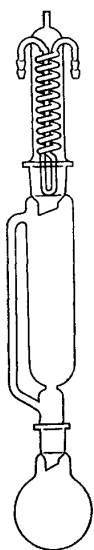


Рис. 2.6. Проточный экстрактор

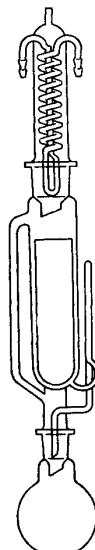


Рис. 2.7. Экстрактор Сокслета

Лабораторная работа № 2

Извлечение гидрохинона из водного раствора экстракцией

Растворимость гидрохинона: в воде – 5.9 г в 100 г при 15 °С, 21.2 г в 100 г при 50 °С; в эфире – 12.6 г в 100 г при 20 °С.

В колбочку емкостью 10-50 мл помещают 0.5 г гидрохинона и 10 мл воды. Нагревают смесь в теплой воде (температура не выше 50 °С) при взбалтывании до полного растворения, после чего хорошо охлаждают раствор в холодной воде и переливают его в делительную воронку емкостью 25-50 мл (рис. 2.5). Добавляют туда же 5 мл эфира, закрывают воронку пробкой и переворачивают ее краном вверх, придерживая одной рукой пробку, а другой – кран. Сразу же, приоткрыв на короткое время кран (для выпуска паров эфира), закрывают его, сильно встряхивают воронку в перевернутом положении в течение нескольких секунд и снова приоткрывают кран. После повторного встряхивания (на этот раз более продолжительного) и выпуска паров эфира поворачивают воронку пробкой вверх и закрепляют ее в штативе на несколько минут до четкого разделения водного и эфирного слоев. Затем вынимают пробку и через кран медленно выпускают нижний водный слой в колбочку. Закрыв кран, сливают эфирный

слой через верхнее отверстие воронки в сухой стаканчик или чашку, которую помещают в вытяжной шкаф вдали от нагревательных приборов.

Эфир испаряется, в результате чего получают гидрохинон. Путём взвешивания устанавливают количество потерь гидрохинона при экстракции:

$$m_n = n - m_g,$$

где m_n – потери вещества, г;

n – масса навески, г;

m_g – количество полученного после экстракции вещества, г.

2.3. Возгонка (сублимация)

Возгонка, или **сублимация**, связана с переходом кристаллического вещества, нагретого ниже его температуры плавления, в парообразное состояние (минуя жидкую фазу), а затем при охлаждении — опять в твердое состояние. Этим способом хорошо очищаются вещества, если летучесть сопутствующих загрязнений отличается от летучести основного вещества. Возгонкой можно хорошо очистить бензойную кислоту, антрацен, нафталин, йод, серу и др.

Возгонку можно проводить при нормальном и пониженном давлении.

Для возгонки веществ при нормальном давлении используют фарфоровую чашку, в которую помещают вещество, и стеклянную воронку, которой накрывают (в опрокинутом виде) чашку (рис. 2.8 а). Отводную трубку воронки закрывают куском ваты. Между чашкой и воронкой помещают фильтровальную бумагу с небольшими отверстиями во многих местах для пропускания паров. Это делают для того, чтобы кристаллы вещества, образовавшиеся на холодной поверхности воронки, не падали обратно на возгоняемое вещество. Воронку можно охлаждать, прикладывая к наружной поверхности смоченный в воде кусок ткани. Если необходимо очистить небольшое количество вещества, то можно использовать два

часовых стекла, в одно из которых помещают возгоняемое вещество, а на другом (верхнем) происходит его кристаллизация (рис. 2.8 б).

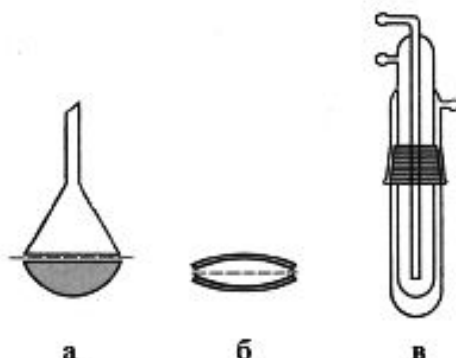


Рис. 2.8. Приборы для возгонки: а – фарфоровая чашка с воронкой; б – прибор для возгонки с использованием часовых стекол; в – для вакуумной возгонки

Фарфоровую чашку или нижнее часовое стекло с веществом медленно и осторожно нагревают на бане. Необходимо помнить, что даже небольшой перегрев может привести к термическому разложению очищаемого вещества.

Для веществ, которые не возгоняются или очень медленно возгоняются при атмосферном давлении, часто применяют уменьшенное давление. Для этого используют прибор (рис. 2.8 в), состоящий из внешнего сосуда, в который помещают возгоняемое вещество, и внутреннего сосуда, в который с помощью сифона подают холодную воду для охлаждения его поверхности. Для проведения возгонки внешний сосуд через отвод подключают к вакуумному насосу, что обеспечивает пониженное давление внутри сосуда. Очищаемое вещество при нагревании возгоняется и конденсируется на поверхности внутреннего сосуда. При открывании прибора необходимо избегать встряхивания (прогреть шлиф!), чтобы не вызвать опадения сублимата.

Необходимо учитывать, что возгонка происходит только с поверхности вещества, и поэтому препарат надо очень тонко измельчать. Повышением температуры можно достигнуть более высокой скорости возгонки, но при этом образуются мелкокристаллические и в большинстве случаев менее чистые сублиматы.

Лабораторная работа № 3

Очистка иода возгонкой

Около 1 г технического иода помещают в маленькую фарфоровую чашку и накрывают стеклянной воронкой, отводящую трубку которой закрывают кусочком ваты. Чашку слабо нагревают, не допуская плавления вещества. При этом йод возгоняется и оседает в виде ромбических кристаллов на стенках воронки.

Очистка нафталина возгонкой

В стакан емкостью 1000 мл помещают 2-3 г нафталина и древесные веточки, закрывают круглодонной колбой с холодной водой или часовым стеклом. Нафталин осторожно нагревают до плавления, при этом нафталин возгоняется, покрывая веточки красивыми блестящими пластинками.

2.4. Перегонка

Перегонка – один из самых важных методов разделения и очистки веществ. В простейшем случае при перегонке жидкость нагревается до кипения, пары конденсируются, охлаждаясь в холодильнике, и собираются в виде дистиллята в приемнике. Так как при этом происходит перемещение только одной фазы, а именно – пара, то говорят о ***прямоточной***, или ***простой, перегонке***. Если же часть сконденсированного пара (так называемая *флегма*) стекает навстречу восходящему потоку пара и постоянно возвращается в перегонную колбу, то в этом случае имеют дело с ***противоточной перегонкой***, или ***ректификацией***.

Зависимость температуры кипения вещества от давления

Давление паров жидкости с увеличением температуры возрастает. Когда оно становится равным общему давлению газов над жидкостью, начинается *кипение*. Иными словами, при нагревании в открытом сосуде жидкость закипает, когда давление ее паров становится равным

атмосферному (около 760 мм рт. ст.). Соответствующая температура называется **температурой кипения**. Если в сосуде поддерживать уменьшенное давление, вещество закипит при более низкой температуре. Допустим, при комнатной температуре давление насыщенного пара вещества составляет 20 мм рт. ст. Это означает, что в вакууме при давлении 20 мм рт. ст. это соединение закипит при комнатной температуре. Дальнейшее понижение давления приведет к тому, что температура кипения вещества опустится ниже комнатной. Последнее явление широко используется при сушке соединений от следов органических растворителей с помощью вакуумных установок.

2.4.1. Простая перегонка

Простая перегонка применяется для жидкостей, кипящих в интервале 40-150 °С. При низких температурах возникают определенные затруднения с обеспечением полноты конденсации паров, а выше 150 °С многие соединения в заметной степени разлагаются. Простая перегонка как способ разделения жидких веществ применяется в тех случаях, когда разница температур разделяемых соединений составляет не менее 80 °С. Высококипящие жидкости перегоняют под уменьшенным давлением, в вакууме, создаваемом водоструйным (остаточное давление 8–15 мм рт. ст.) или ротационным масляным (остаточное давление 1–0,01 мм рт. ст.) насосом.

Прибор для перегонки под обычным давлением изображен на рис. 2.9. Обычно он состоит из перегонной круглодонной колбы, насадки Вюрца или Кляйзена с термометром, прямого холодильника, алонжа и приемника. Необходимо отметить, что в качестве перегонной колбы следует использовать сосуды, имеющие значительный радиус кривизны (круглодонные, каплевидные, грушевидные и другие). В противном случае при нагревании колба может лопнуть. В то же время в качестве приемника

при перегонке под обычным давлением допускается использование любых колб: плоскодонных, круглодонных и др.

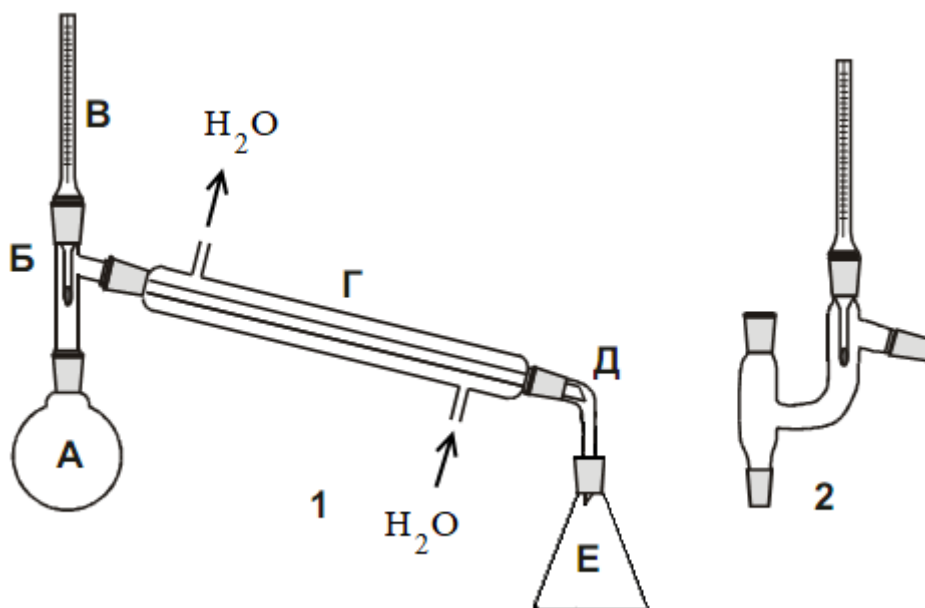


Рис. 2.9. Прибор для простой перегонки: 1) А - круглодонная колба с веществом; Б - насадка Вюрца; В - термометр; Г - прямой холодильник Либиха; Д - алонж; Е - приемник; 2) насадка Кляйзена с термометром

Для конденсации паров жидкости при перегонке используют холодильники представленные на рис. 2.10.

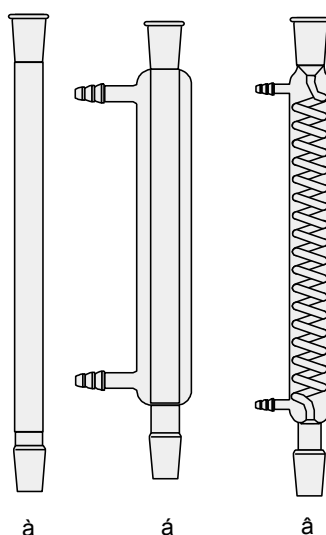


Рис. 2.10. Холодильники для перегонки жидкостей: а – воздушный; б – прямой (холодильник Либиха); в – змеевиковый

При перегонке жидкостей, кипящих до 120-130 °С, наиболее часто применяют холодильник с водяной рубашкой – холодильник Либиха (рис. 2.10, б). При перегонке веществ, температура кипения которых выше 120-130 °С, пользуются воздушным холодильником (рис. 2.10, а). Для

перегонки низкокипящих веществ используют змеевиковый холодильник (рис. 2.10, в).

Все стеклянные части прибора имеют в местах стыкования стандартные конусные участки матового стекла, так называемые «шлифы». При сборке прибора шлифы обрабатывают специальной смазкой и слегка притирают друг к другу (нельзя прилагать большие усилия!). При этом шлифы становятся прозрачными на просвет. Прозрачность шлифов свидетельствует о правильной сборке прибора.

Нагревание осуществляют с помощью электроплитки или колбонагревателя. Для более равномерного нагревания перегоняемой жидкости часто используют бани – сосуды, заполненные водой или высококипящими жидкостями (например, силиконовым маслом), в которые помещают перегонную колбу.

Перед перегонкой для обеспечения равномерного кипения в жидкость помещают запаянные с одного конца стеклянные капилляры или несколько кусочков пористого фарфора, выполняющих роль «кипелок», которые выделяют при нагревании воздух и тем самым перемешивают жидкость. Следует обращать внимание на то, чтобы шарик термометра полностью омывался парами, то есть находился несколько ниже отводной трубки насадки.

Количество жидкости в перегонной колбе не должно превышать $\frac{2}{3}$ общего объема колбы.

Лабораторная работа № 4

Очистка этилового спирта с помощью простой перегонки

В круглодонную колбу на 50-100 мл помещают 20-30 мл этилового спирта (т. кип. 78 °С), загрязнённого красителем, и кипяtilьный камешек. Собирают установку для простой перегонки (рис. 2.9). Сначала на штатив устанавливают электроплитку. Затем зажимают в зажиме штатива перегонную колбу таким образом, чтобы ее дно не доходило до плитки

примерно на 1.5 см. В колбу вставляют насадку Вюрца и присоединяют к ней холодильник. Эту операцию лучше проделывать вдвоем. В то время как первый студент присоединяет холодильник к насадке Вюрца и удерживает его на весу, второй подгоняет трехрогий зажим штатива к холодильнику. Затем в насадку Вюрца вставляют термометр. К холодильнику присоединяют аллонж и под него подставляют приемник – плоскодонную колбу. Осторожно нагревают жидкость в перегонном сосуде, при этом следят за равномерностью кипения, за показаниями термометра и за поступлением отгона в приемник. Отмечают и записывают температуру, при которой в приемник падает первая капля отгона. Скорость перегонки поддерживают, регулируя нагрев, на уровне примерно 1-2 капель дистиллята в секунду. На конце термометра в ходе перегонки всегда должна быть капля, так как ее исчезновение может свидетельствовать о перегревании жидкости.

Если столбик термометра после отгонки первой капли устанавливается на уровне, близком к ожидаемой температуре кипения, то почти весь отгон обычно собирают в первый приемник. При значительном количестве примесей с температурой ниже необходимой их собирают в первый приемник. Главную часть отгона, кипящую в узких температурных пределах (в данном случае при 78-80 °C), собирают во второй приемник.

После окончания перегонки измеряют объем и массу перегнанного спирта, а также его показатель преломления, который должен иметь значение n_D^{20} 1,3611.

Определение показателя преломления

Определение показателя преломления проводится с помощью рефрактометра типа ИРФ-454 (рис. 2.11).

Работу на рефрактометре проводят в следующем порядке:

1. Рефрактометр устанавливают так, чтобы свет падал на окно осветительной призмы (при открытой заслонке 14). Источником света может служить электролампа или дневной свет.

2. На чистую полированную поверхность измерительной призмы стеклянной палочкой или пипеткой, не касаясь поверхности, наносят несколько капель жидкости.

3. Опускают осветительную призму и прижимают ее крючком 4.

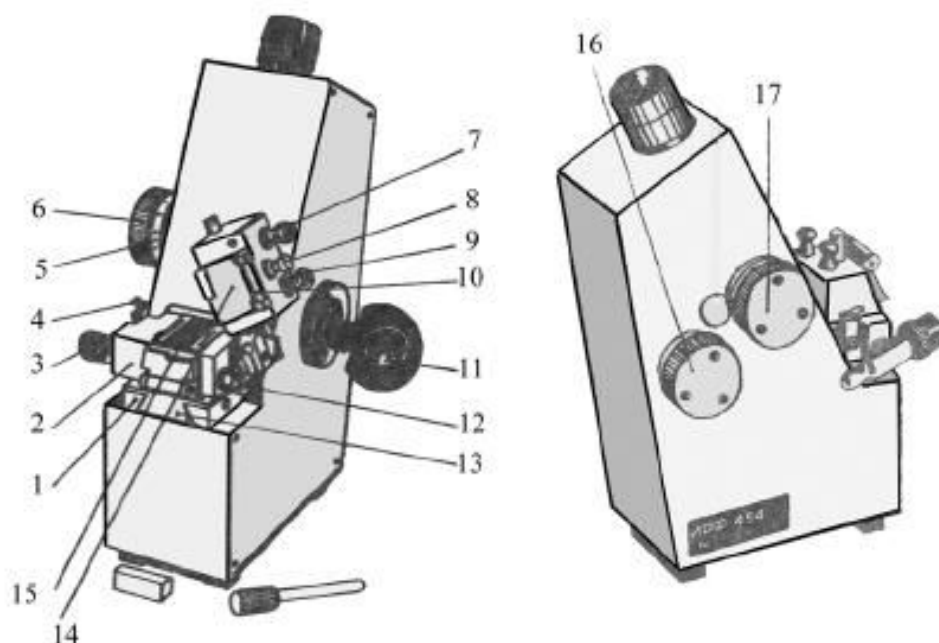


Рис. 2.11. Рефрактометр ИРФ 454: 1 – направляющая; 2 – блок рефрактометрический; 3 – штуцер; 4 – крючок; 5 – шкала; 6 – нониус; 7 – штуцер; 8 – рукоятка; 9 – штуцер; 10 – шарнир; 11 – зеркало; 12 – штуцер; 13 – направляющая; 14 – заслонка; 15 – зеркало; 16, 17- маховики

4. Устанавливают окуляр на отчетливую видимость перекрестия, поворотом зеркала 11 добиваются наилучшей освещенности шкалы.

5. Вращением маховика 16 вводят границу светотени в поле зрения окуляра. Вращают маховик 17 до исчезновения радужной окраски граничной линии.

6. Маховиком 16 наводят границу светотени точно на перекрестие и по шкале снимают отсчет. Индексом для отсчета служит неподвижный вертикальный штрих призмы 10. Цена деления шкалы $5 \cdot 10^{-4}$. Целые, десятые, сотые и тысячные доли отсчитывают по шкале, десятитысячные доли оценивают на глаз.

2.4.2. Фракционная разгонка

Фракционная разгонка или ректификация – это способ разделения или очистки жидкостей с достаточно близкими температурами кипения путем перегонки с применением ректификационных колонок. В колонках поднимающиеся пары входят в контакт со стекающей навстречу им жидкостью (флегмой), образующейся в результате частичной конденсации паров. При этом часть паров, содержащих высококипящий компонент, конденсируется и переходит во флегму, и наоборот – из флегмы в паровую фазу переходит легкокипящий компонент. В результате многократного повторения процессов испарения и конденсации пары обогащаются легкокипящим компонентом, а высококипящий компонент стекает вместе с флегмой в перегонную колбу.

На эффективных колонках, используемых в промышленности или в научных исследованиях, можно разделить жидкости, различающиеся по температуре кипения менее чем на 1 °С. Обычные лабораторные колонки позволяют разделять жидкости, температура кипения которых различается не более чем на 10 °С. В более простых случаях, когда требуется разделить вещества с разницей температур кипения, равной 30 °С, вместо колонок применяют шариковые или елочные дефлегматоры (рис. 2.12).

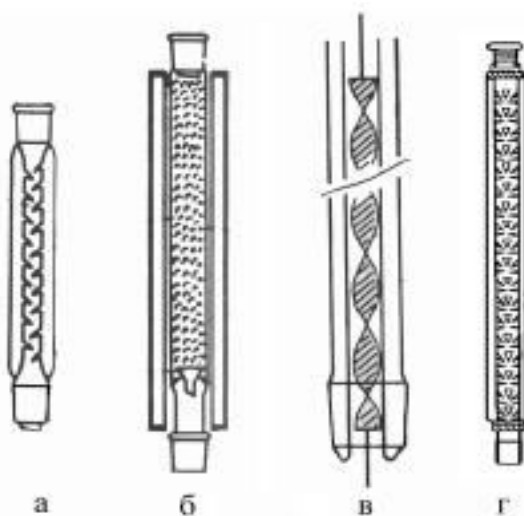


Рис. 2.12. Дефлегматоры: а – колонка Вигре; б – с насадкой; в – с вращающейся лентой; г – елочный

Последние представляют собой полые стеклянные трубки с елочной наколкой типа «звезда», увеличивающей площадь соприкосновения флегмы с паровой фазой.

Лабораторная работа № 5

Фракционная разгонка смеси ацетон-толуол

В работе необходимо определить состав смеси двух жидких веществ: ацетона (т. кип. 56,2 °С) и толуола (т. кип. 110,6 °С). Разделение этой смеси проводят методом фракционной перегонки, так как разница температур кипения ацетона и толуола составляет 44,4 °С. Для выполнения работы используют прибор, изображенный на рис. 2.13.

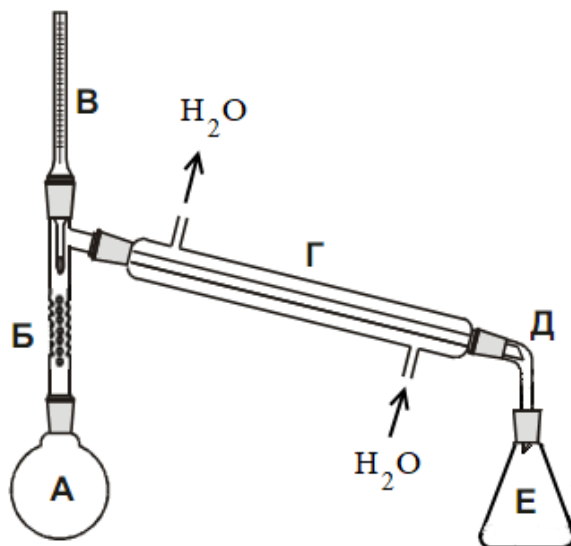


Рис. 2.13. Установка для ректификации: А – перегонная колба; Б – дефлегматор с насадкой Вюрца; В – термометр; Г – холодильник Либиха; Д – алонж; Е – приемная колба

Для сборки прибора сначала на штатив устанавливают электроплитку, помещают на нее ёмкость для водяной бани. Затем укрепляют в зажиме штатива перегонную колбу таким образом, чтобы ее дно не доходило до дна водяной бани примерно на 1.5 см. В перегонную колбу помещают несколько «кипелок», вставляют в неё дефлегматор, а в дефлегматор – насадку Вюрца, к которой присоединяют холодильник. Эту операцию лучше проделывать вдвоем. В то время как первый студент присоединяет холодильник к насадке

Вюрца и удерживает его на весу, второй подгоняет трехрогий зажим штатива к холодильнику. К холодильнику присоединяют аллонж и под него подставляют приемник – плоскодонную колбу. В работе используется три приемника, все они должны быть предварительно взвешены.

Затем с помощью воронки через верхний тубус насадки Вюрца в прибор заливают разделяемую смесь (при этом надо следить, чтобы разделяемая смесь не попала в боковой отвод насадки Вюрца). Вставляют в верхний тубус насадки Вюрца термометр. Заливают в водяную баню воду и включают нагрев. В рубашку холодильника пускают воду.

В начале перегонки температура медленно повышается до температуры кипения более легколетучего компонента разделяемой смеси (в данном случае – ацетона), при этом в приемник начинают поступать первые капли дистиллята. Отмечают температуру кипения первой фракции и продолжают собирать дистиллят, следя за показаниями термометра. Следует помнить, что скорость фракционной перегонки во многом определяет качество фракционирования. Превышение оптимальной скорости приводит к нарушению равновесия между флегмой и парами, и дефлегматор оказывается практически бесполезным. Кроме того, слишком высокая скорость испарения обычно вызывает «захлебывание» дефлегматора. При этом флегма не стекает спокойно вниз по дефлегматору, а испаряется и попадает в приемник.

Когда большая часть легколетучего компонента (ацетона) перегонится при температуре около 56 °С, а температура паров начнет подниматься выше, собирают промежуточную фракцию в другой приемник. В зависимости от природы жидкостей и скорости перегонки в некоторых случаях может наблюдаться понижение температуры, в это время дистиллят в приемник не поступает, затем наблюдается скачкообразный рост температуры. С момента прекращения быстрого роста температуры до конца перегонки (постоянная температура – около 110 °С) собирают вторую основную фракцию (толуол). Перегонку прекращают, когда в перегонной

колбе остаётся 1-2 % жидкости. Взвешивают три полученные фракции: ацетон (первая), смесь ацетона и толуола (вторая, промежуточная) и толуол (третья). Складывают вес всех фракций, а затем высчитывают процентное содержание каждой из них. Степень чистоты ацетона и толуола определяют по показателю преломления сравнением со справочными данными (n_D^{20} ацетона – 1,3588, n_D^{20} толуола – 1,4969). Результаты представляют в отчете.

В общем случае, если в результате фракционной разгонки физические константы полученных основных фракций сильно отличаются от справочных значений, надо провести повторную ректификацию отдельных порций, собирая дистиллят в более узком температурном интервале.

2.4.3. Перегонка в вакууме

Некоторые органические вещества нельзя перегонять при атмосферном давлении, так как при этом они частично или полностью разлагаются. Другие имеют слишком высокую температуру кипения, затрудняющую перегонку. В подобных случаях следует проводить перегонку при пониженном давлении, так как в вакууме давление пара становится равным внешнему давлению при более низкой температуре.

Для приблизительной оценки температуры кипения при пониженном давлении можно использовать следующее эмпирическое правило: при уменьшении внешнего давления вдвое температура кипения понижается примерно на 15 °С. Так, вещество с температурой кипения 200 °С при давлении 760 мм рт. ст. можно будет перегнать при температуре около 185 °С и давлении 380 мм рт. ст. Чтобы составить представление о соответствии наблюдаемой температуры кипения перегоняемого при любом остаточном давлении вещества литературным данным, можно использовать номограмму, представленную на рис. 2.14.

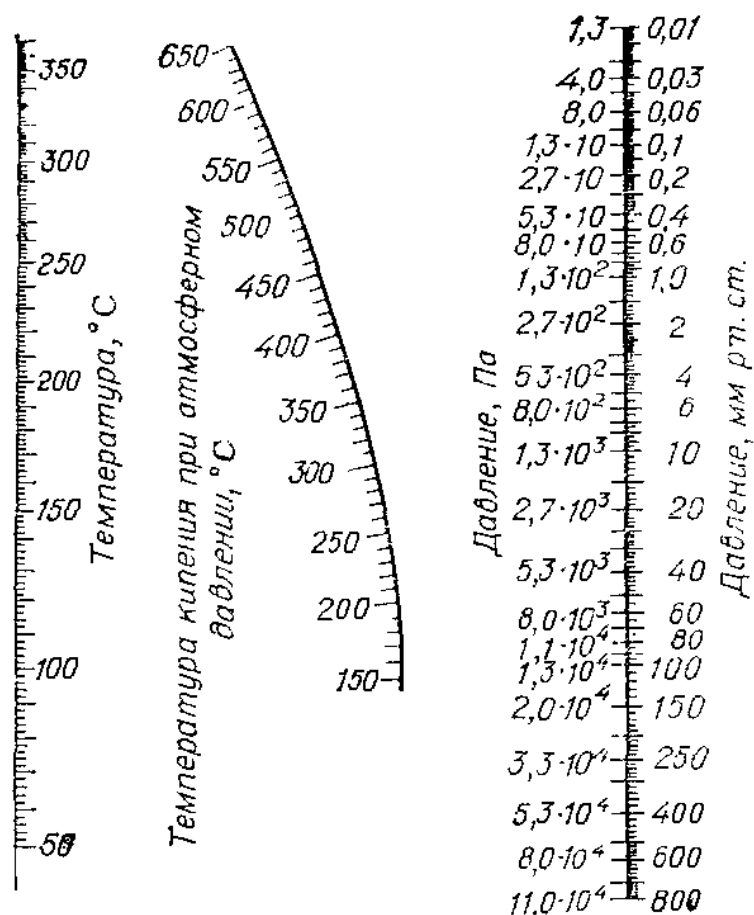


Рис. 2.14. Номограмма: давление – температура кипения жидкости

Для этого надо наложить на рисунок короткую линейку так, чтобы она пересекла правую шкалу в точке, соответствующей наблюдаемому при перегонке давлению, а среднюю шкалу – в точке, соответствующей температуре кипения перегоняемой жидкости при атмосферном давлении. Тогда точка пересечения этой линейки с левой шкалой будет примерно соответствовать температуре кипения жидкости при достигнутом в приборе вакууме.

Установка для вакуумной перегонки (рис. 2.15) имеет несколько важных отличий от установки для перегонки при атмосферном давлении (рис. 2.9). Перегонные колбы снабжают двугорлой насадкой Кляйзена, одно горло которой предназначено для термометра, а другое – для капилляра, через который пропускают воздух или инертный газ, когда система находится под вакуумом. Капилляр необходим, чтобы добиться

равномерного кипения жидкости, без толчков и перебросов. Количество воздуха, поступающего в колбу через капилляр, можно регулировать при помощи зажима на куске шланга, насаженном на верхний конец капилляра. В шланг должен быть вставлен кусочек тонкой проволоки, который препятствует его слипанию при вакуумировании системы и обеспечивает таким образом бесперебойное поступление воздуха в колбу. При выборе холодильника руководствуются теми же соображениями, что и при перегонке при атмосферном давлении. Для того чтобы в процессе вакуум-перегонки можно было отбирать отдельные фракции, используют разные модификации алонжей. Перегонные колбы, а также колбы, служащие для сбора дистиллята, должны быть только круглодонными или грушевидными. Нельзя применять плоскодонные колбы при сборке вакуумной установки, они не выдерживают внешнего давления.

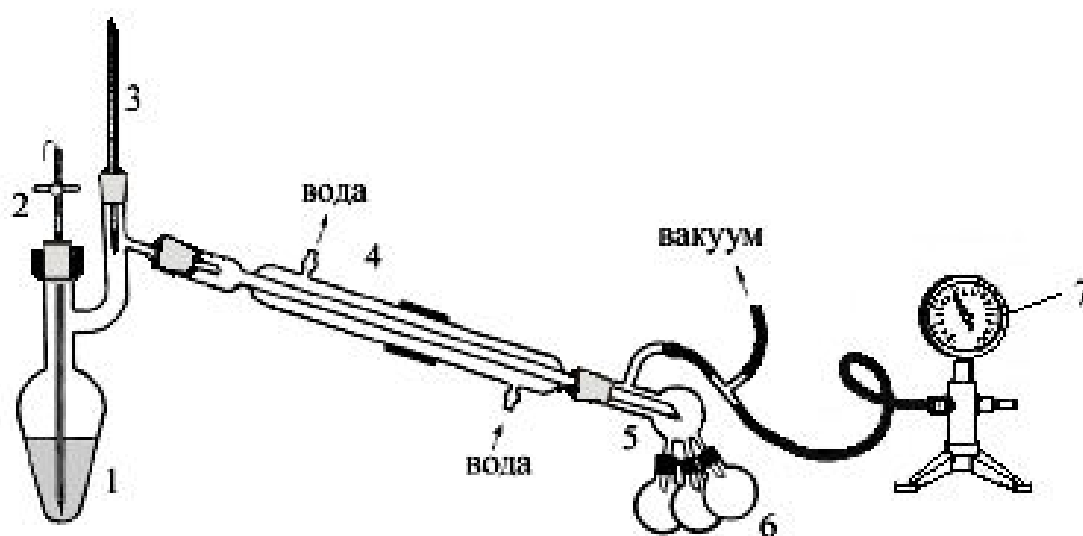


Рис. 2.15. Установка для вакуумной перегонки: 1 – грушевидная колба Кляйзена; 2 – капилляр и шланг с зажимом и проволокой; 3 – термометр; 4 – холодильник; 5 – алонж «паук»; 6 – приемники дистиллята; 7 – манометр

При перегонке в вакууме предпочтительнее использовать специальные цельнопаяные системы, в которых колбы Кляйзена или Фаворского составляют единое целое с холодильником (рис. 2.16).

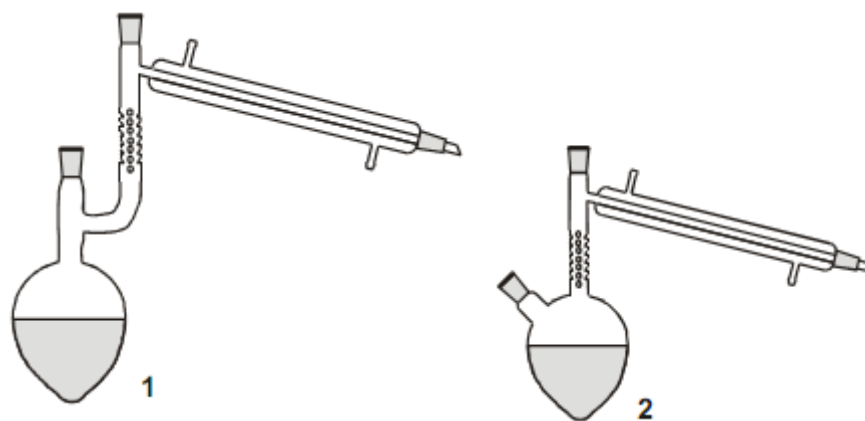


Рис. 2.16. Цельнопаяные перегонные системы с колбой Кляйзена (1) и колбой Фаворского (2) для перегонки в вакууме

2.4.4. Перегонка с водяным паром

Перегонка с водяным паром – один из распространенных методов выделения и очистки органических веществ. Этот метод широко используется не только в лабораторной практике, но и в промышленности. Перегонка с паром применима к веществам, которые практически не смешиваются и не взаимодействуют с водой.

Перегонку с паром используют в различных целях:

- для выделения из смесей и очистки веществ, которые кипят при очень высокой температуре или вообще не перегоняются без разложения;
- для очистки веществ, загрязненных большим количеством смолистых нелетучих примесей;
- для отделения высококипящих растворителей от нелетучих с паром твердых веществ (например, нитробензол с температурой кипения 210 °С можно легко отогнать с водяным паром при 99 °С);
- для выделения малорастворимых в воде веществ, имеющих при температуре около 100 °С заметное давление пара.

Перегонка с паром основана на тех же физико-химических принципах, что и простая перегонка. С повышением температуры давление паров воды, и не смешивающегося с водой вещества возрастает (практически независимо). Кипение начинается, когда сумма парциальных давлений

насыщенного пара компонентов становится равной атмосферному давлению, так как согласно закону Дальтона суммарное давление пара P равно сумме парциальных давлений паров перегоняемого вещества A и воды B :

$$P = p_A + p_B.$$

Иными словами, точка кипения смеси воды и летучего вещества обычно ниже $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ (не следует забывать о том, что водные растворы нелетучих веществ всегда кипят выше, чем чистая вода).

Прибор для перегонки с водяным паром состоит из парообразователя, перегонной колбы, длинного эффективного холодильника и приемника (рис. 2.17).

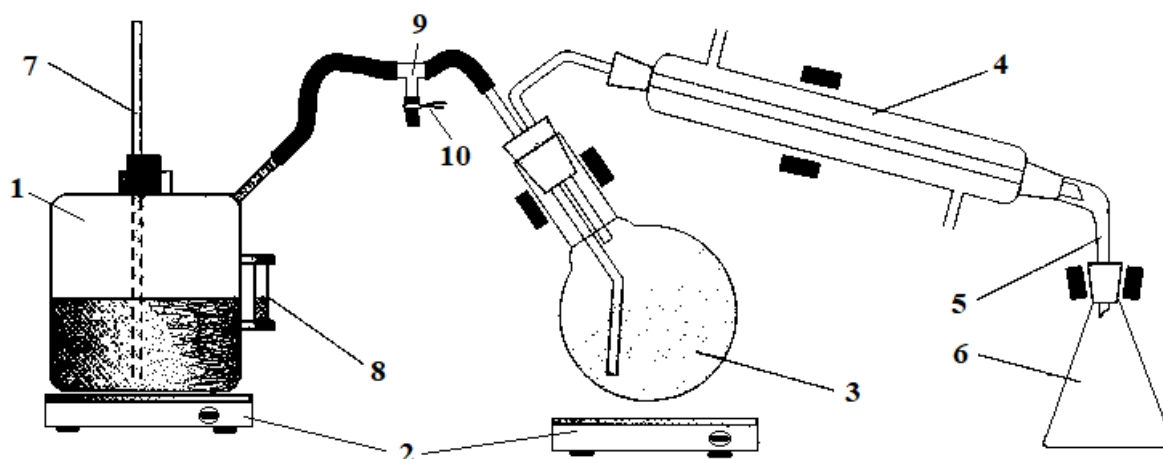


Рис. 2.17. Прибор для перегонки с паром: 1 – парообразователь; 2 – электроплитки; 3 - перегонная колба; 4 – холодильник; 5 – алонж; 6 – приемник; 7 - предохранительная трубка; 8 - показатель уровня жидкости в парообразователе; 9 - стеклянный тройник; 10 – зажим

Парообразователь представляет собой металлический сосуд (его можно заменить обычной круглодонной колбой емкостью 1.5 - 2 л), имеющий предохранительную и водомерную трубки. Предохранительная трубка доходит почти до дна парообразователя, и резкое повышение давления в парообразователе из-за сильного нагревания компенсируется поднятием воды по предохранительной трубке. Парообразователь соединен с перегонной колбой при помощи резиновой трубки. В качестве перегонной можно применять колбу Вюрца или обычную круглодонную колбу. Трубка,

по которой пар вводится в колбу, должна доходить почти до самого дна колбы. Необходимо не допускать переброса перегоняемой жидкости в приемник. Для этого перегонная колба должна иметь длинное горло и располагаться наклонно (рис. 2.17), чтобы брызги не попадали в пароотводную трубку, соединенную с холодильником. Колбу наполняют водой не более чем на $\frac{1}{3}$ ее объема. Между парообразователем и колбой иногда помещают стеклянный тройник. Его боковой отросток снабжен краном или резиновой трубкой с зажимом. Этот тройник выполняет роль водоотделителя (в начале перегонки конденсируется некоторое количество воды, которую необходимо слить) и, что важно, ***перед прекращением нагревания парообразователя кран или зажим тройника открывают, так как в противном случае жидкость из перегонной колбы 3 будет переброшена в парообразователь 1.*** При отсутствии тройника после прекращения нагревания парообразователя необходимо быстро отсоединить пароподводящий шланг от перегонной колбы. Делать это надо осторожно, обернув руку полотенцем во избежание ожога.

Лабораторная работа № 6

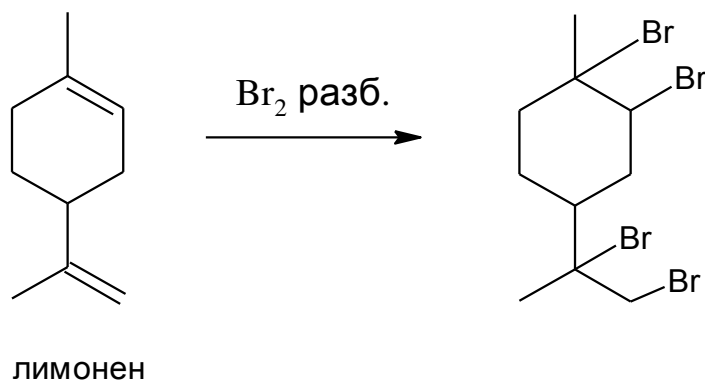
Перегонка с водяным паром терпенов из кожуры плодов цитрусовых

Измельчают лимонные или апельсиновые корки на кусочки размером 1 см^2 и помещают в круглодонную перегонную колбу на 500 мл, заполнив её не более чем на $\frac{1}{3}$ объема. Добавляют к коркам 50 мл воды и собирают установку, как показано на рис. 2.17. В перегонную колбу из парообразователя пропускают постоянный ток водяного пара, одновременно подогревая колбу с помощью электроплитки. Конденсат, образующийся в холодильнике, в виде слегка мутноватой жидкости с характерным запахом собирают в колбе - приёмнике в количестве не менее 20 мл. Из лимонной или апельсиновой кожуры с водяным паром отгоняется смесь «эфирных масел», основным компонентом которой является лимонен – циклический

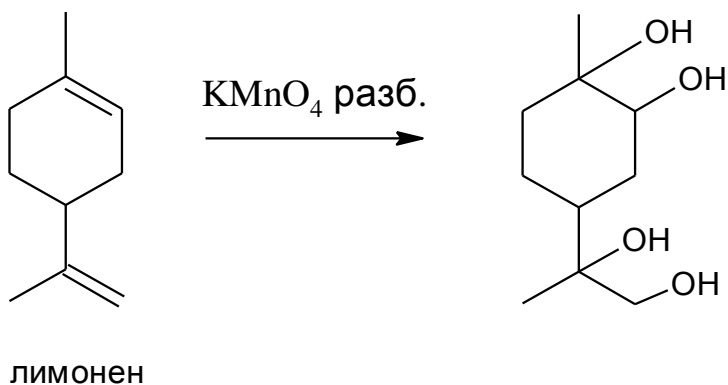
углеводород, содержащий две двойные связи $C=C$. Подтвердить это можно путем качественных реакций с бромной водой и перманганатом калия.

Конденсат разделяют на две части и выполняют пробы на ненасыщенность.

Проба с бромной водой. В пробирку помещают 2-3 мл бромной воды и 1-2 мл конденсата, встряхивают. Наблюдают обесцвечивание смеси за счет присоединения брома по связи $C=C$.



Проба с перманганатом калия в нейтральной среде. В пробирку помещают 2-3 мл 2%-ного раствора перманганата калия, добавляют 2-3 мл конденсата и встряхивают. Наблюдают обесцвечивание смеси за счет окисления лимонена.



Лабораторная работа № 7

Упаривание и концентрирование растворов на роторном испарителе

Наиболее эффективным прибором для упаривания и концентрирования растворов является роторный испаритель (рис. 2.18). В нем осуществляется упаривание жидкости в вакууме.

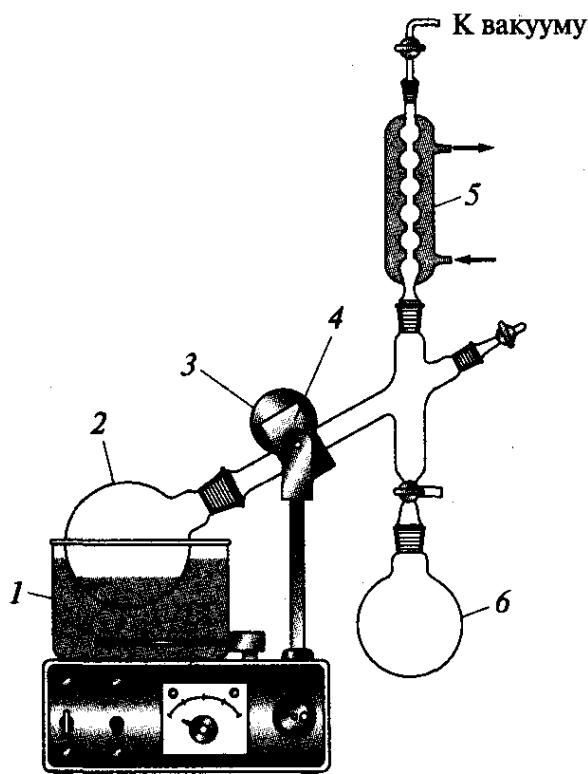


Рис. 2.18. Роторный испаритель: 1 – водяная баня с терморегулятором; 2 – вращающаяся колба с раствором; 3 – электромотор; 4 – привод; 5 – холодильник; 6 – приемник

Роторный испаритель через предохранительную склянку соединяют с водоструйным насосом. Необходимо строго соблюдать последовательность операций при включении и выключении прибора. Сперва пускают воду в холодильник 5 и включают водоструйный насос. Затем присоединяют к прибору испарительную колбу 2. Кран, соединяющий прибор с атмосферой, закрывают и включают мотор 3, вращающий испарительную колбу. Скорость вращения меняют с помощью регулятора. Колбу погружают в терморегулируемую водяную баню 1. При вращении колбы на ее стенках образуется тонкая пленка жидкости, что обеспечивает эффективное

испарение. Пары жидкости конденсируются в холодильнике и поступают в колбу-приемник 6. Выключают роторный испаритель в обратном порядке.

Ход работы

Раствор бетулина в 90%-ном изопропиловом спирте, полученный в результате экстракции коры березы, помещают в предварительно взвешенную испарительную колбу и осуществляют отгонку изопропилового спирта при температуре бани 20-30 °С до полного удаления спирта. Колбу 2 отсоединяют, взвешивают и определяют количество полученного вещества.

Библиографический список

1. Практикум по органической химии / В.И. Теренин [и др.]; под редакцией академика РАН Н.С. Зефирова. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2010. – 568 с.
2. Травень В.Ф. Практикум по органической химии: учебное пособие. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2014. – 595 с.
3. Дерябина Г.И. Практикум по органической химии. Часть I. Методы очистки и идентификации органических соединений: учебное пособие. – Самара: Универс-Групп, 2005. – 84 с.
4. Некрасов В.В. Руководство к малому практикуму по органической химии. – М.: Химия, 1975. – 328 с.

СОДЕРЖАНИЕ

1. ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ	
ОРГАНИЧЕСКОГО СИНТЕЗА	3
1.1. Техника безопасности при работе с органическими веществами	4
2. МЕТОДЫ ВЫДЕЛЕНИЯ И ОЧИСТКИ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ	7
2.1. Кристаллизация	7
Лабораторная работа № 1. Очистка бензойной кислоты, ацетанилида или коричной кислоты методом кристаллизации.....	15
2.2. Экстракция	16
Лабораторная работа № 2. Извлечение гидрохинона из водного раствора экстракцией.....	19
2.3. Возгонка (сублимация)	20
Лабораторная работа № 3. Очистка иода возгонкой. Очистка нафталина возгонкой	22
2.4. Перегонка	22
2.4.1. Простая перегонка.....	23
Лабораторная работа № 4. Очистка этилового спирта с помощью простой перегонки.....	25
2.4.2. Фракционная разгонка	28
Лабораторная работа № 5. Фракционная разгонка смеси ацетон-толуол	29
2.4.3. Перегонка в вакууме	31
2.4.4. Перегонка с водяным паром	34
Лабораторная работа № 6. Перегонка с водяным паром терпенов из кожуры плодов цитрусовых	36
Лабораторная работа № 7. Упаривание и концентрирование растворов на ротормном испарителе	38
Библиографический список.....	39

Тришин Юрий Георгиевич
Шафеева Мария Владимировна
Кудрявцева Алена Игоревна

МАЛЫЙ ПРАКТИКУМ ПО ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

ВЫДЕЛЕНИЕ И ОЧИСТКА ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

Учебное пособие

Редактор и корректор В.А. Басова
Техн. редактор Л.Я. Титова

Темплан 2018 г., поз. 29

Подп. к печати 08.05.2018. Формат 60x84/16. Бумага тип № 1.
Печать офсетная. Объем 2,5 печ.л.; 2,5 уч.-изд.л. Тираж 100 экз.
Изд. № 29. Цена «С». Заказ

Ризограф Высшей школы технологии и энергетики СПбГУПТД,
198095, СПб, ул. Ивана Черных, 4.