



Учреждение образования
«Белорусская государственная
орденов Октябрьской Революции
и Трудового Красного Знамени
сельскохозяйственная академия»



Кафедра биологии растений и химии

ХИМИЯ

Лабораторный практикум

Лабораторная работа

**Углеводороды.
Основные методы очистки
органических веществ**



Учреждение образования
«Белорусская государственная
орденов Октябрьской Революции
и Трудового Красного Знамени
сельскохозяйственная академия»



Лабораторная работа

Основные методы очистки органических веществ

Цель работы: изучить основные методы очистки органических веществ соединений.

Разделение твердых смесей и очистка твердых веществ

Выбор метода разделения и очистки твердых смесей органических веществ, прежде всего, определяется свойствами веществ, подвергаемых разделению или очистке, степенью требуемой чистоты, химическим характером примесей, а также рациональностью самого метода. Органические соединения обладают самой различной растворимостью. Это свойство используется при очистке и разделении органических веществ перекристаллизацией твердых веществ, в частности, дробной перекристаллизацией, а также экстракцией. Кроме того, разделение и очистка твердых веществ могут быть осуществлены с помощью возгонки и различных видов перегонки простой, вакуумной и перегонки с водяным паром. Если смесь состоит из весьма близких по химическому строению веществ, то для их разделения используют распределительную и адсорбционную хроматографию.

Перекристаллизация

Процесс перекристаллизации является одним из важнейших и общепринятых методов очистки твердых органических веществ. Его используют как в лабораторных, так и в промышленных условиях. Сущность метода заключается в том, что твердое вещество, которое нужно перекристаллизовать, растворяют при нагревании в соответствующем растворителе. Вещества растворяют в колбе с обратным холодильником. Растворитель берут в количестве, достаточном для полного растворения вещества, подвергаемого перекристаллизации при нагревании (нерастворимые примеси остаются в растворе). От правильного выбора растворителя зависит успешное проведение процесса перекристаллизации. Растворитель должен отвечать ряду требований: 1) вещество, взятое для перекристаллизации, должно растворяться в данном растворителе при нагревании значительно лучше, чем на холоду, и не должно реагировать с ним; 2) растворитель не должен растворять примеси, которые необходимо отфильтровывать, или должен растворять их настолько хорошо, чтобы при охлаждении раствора они не выпадали вместе с основным продуктом в осадок, а оставались в маточном растворе; 3) температура кипения растворителя должна быть ниже температуры плавления перекристаллизуемого вещества примерно на 8-12 °С, так как в противном случае вещество, охлаждаясь при кристаллизации, захватывает с собой как примеси, так и растворитель, еще более загрязняя этим кристаллы.

Сведения о растворимости органических соединений берут из справочников или подбирают растворитель экспериментальным путем на основании пробирочных опытов. Для этого в ряд пронумерованных пробирок помещают одинаковое количе-



Учреждение образования
«Белорусская государственная
орденов Октябрьской Революции
и Трудового Красного Знамени
сельскохозяйственная академия»



ство растертого в порошок вещества и доливают по 1 мл различных растворителей. Затем пробирки закрывают пробками со вставленными стеклянными трубками, выполняющими роль воздушных холодильников, нагревают до кипения и отмечают, в какой пробирке вещество растворилось полностью. После охлаждения растворов определяют, в какой из пробирок выпало наибольшее количество кристаллов. Их отфильтровывают, сушат и взвешивают. Этот растворитель и берут для работы. Иногда при выборе растворителя пользуются эмпирическим правилом «подобное растворяет подобное», т. е. вещества хорошо растворяются в таких растворителях, строение молекул которых химически подобно строению молекул этих веществ. Например, низшие спирты, низшие карбоновые кислоты, алифатические и ароматические оксикислоты, простейшие сахара и другие вещества, которые содержат гидроксильную группу, в большинстве случаев хорошо растворяются в воде и спиртах. Петролейный эфир, бензин, бензол - хорошие растворители для высших углеводородов. Карбоновые кислоты хорошо кристаллизуются из ледяной уксусной кислоты.

Горячий раствор, насыщенный кристаллизуемым веществом, фильтруют от нерастворенных примесей, полученный фильтрат охлаждают. Выпавший осадок фильтруют, промывают на фильтре и сушат. Для более полного выпадения осадка раствор охлаждают на бане с ледяной водой или накрывают раствор часовым стеклом и дают ему возможность медленно охлаждаться. При медленной кристаллизации образуются большие кристаллы, которые захватывают из раствора значительное количество примесей и поэтому более загрязнены, чем кристаллы, образующиеся при средней скорости кристаллизации. Некоторые органические вещества способны образовывать пересыщенные растворы. Чтобы вызвать кристаллизацию вещества из такого раствора, вносят в раствор «затравку»- кристаллики выделяемого вещества - или вызывают кристаллизацию, потирая стеклянной палочкой о стенки сосуда. Иногда при растворении органических соединений, содержащих примеси красящих веществ, раствор получается окрашенным. Примеси окрашенных веществ, как правило, затрудняют кристаллизацию основного продукта.

Обычно полярные растворители обесцвечивают активированным углем, добавляя его к горячему раствору в количестве $\frac{1}{20}-\frac{1}{50}$ от массы кристаллизуемого раствора. Температура подогретого раствора при добавлении угля должна быть значительно ниже температуры кипения раствора, так как в противном случае добавление активированного угля может вызвать бурное кипение и выброс жидкости. Затем раствор тщательно перемешивают, кипятят в течение 10-15 мин и в горячем виде фильтруют. Если раствор полностью не обесцветился, то процесс обработки активированным углем повторяют. При нагревании некоторые соединения могут легко окисляться за счет кислорода, адсорбированного углем. Растворы неионизированных растворителей (бензола, гексана, хлороформа, дихлорэтана, четыреххлористого углерода) обесцвечивают оксидом алюминия. Их фильтруют через слой оксида алюминия, помещенного на фильтр в воронку Бюхнера или на стеклянный фильтр.



Учреждение образования
«Белорусская государственная
орденов Октябрьской Революции
и Трудового Красного Знамени
сельскохозяйственная академия»



Очищенное вещество высушивают, взвешивают, вычисляют выход в процентах и определяют температуру плавления. При хорошей очистке продукта температура плавления колеблется в пределах $1-2^{\circ}\text{C}$. Если интервал температур шире, то это свидетельствует о том, что вещество недостаточно очищено и требует перекристаллизации.

Когда температура плавления полученного вещества известна, ее сравнивают с найденной из опыта. Совпадение значений этих температур указывает на то, что вещество очищено хорошо. Если температура плавления вещества будет ниже по сравнению с указанной в справочнике, то вещество снова подвергают перекристаллизации.



Учреждение образования
«Белорусская государственная
орденов Октябрьской Революции
и Трудового Красного Знамени
сельскохозяйственная академия»



ЛИТЕРАТУРА

Основная

1. Ахметов, Н. С. Общая и неорганическая химия: Учебник для вузов/ Н. С. Ахметов. – М.: Высш. шк., 2006. – 743. .
2. Барковский, Е. В. Аналитическая химия: Учеб. пособие/ Е. В. Барковский. – Мн.: Высш. шк., 2004. – 351 с.
3. Барковский, Е. В. Введение в химию биогенных элементов и химический анализ: Учеб. пос./ Е. В. Барковский, С. В. Ткачев и др. – М.: Высш. шк., 1997. –126 с.
4. Болдырев, А. И. Физическая и коллоидная химия. – М.: Высш. шк., 1983.
5. Гольбрайх, З. Е. Сборник задач и упражнений по химии: Учеб. пособие/ З. Е. Гольбрайх.–М.:ООО «Издательство Астрель»,2004.–383с
6. Грандберг, И.И. Органическая химия: Учеб. для студ. вузов обучающихся на агрономических специальностях/ И. И. Грандберг. – М.: Дрофа, 2004. –672 с.
7. Князев Д. А. Неорганическая химия: Учебник для вузов/ Д. А. Князев, С. Н. Смарилин. – М.: Высш. шк., 1990. – 430 с.
8. Руководство к изучению курса “Общая и неорганическая химия”: Пособие для студентов нехимических специальностей / И. Е. Шиманович [и др.]; под ред. И.Е. Шимановича. – 3-е изд. – Минск: РИВШ, 2008. – 112 с.
9. Химия. Курс лекций: учебно-методическое пособие / О. В. Поддубная [и др.]. – Горки : БГСХА, 2024. – 383 с.
10. Химия. Лабораторный практикум: учеб. пособие/А. Р. Цыганов, О. В. Поддубная, И. В. Ковалева, Т. В. Булак.–Минск: ИВЦ Минфина, 2015. – 320 с.
11. Угай Я. А. Общая и неорганическая химия: Учебник для вузов/ Я. А. Угай. 4-е изд. – М.: Высш. шк., 2004. – 440 с.
12. Химия: учебно-методический комплекс: Учебно-методическое пособие / О. В. Поддубная, И.В. Ковалева и др. – Горки: БГСХА, 2011. – 452 с. ISBN 978-985-467-359-2
13. Хмельницкий, Р. А. Физическая и коллоидная химия: Учебник для вузов/ Р. А. Хмельницкий. – М.: Высш. шк., 1988.
14. Цитович, Н. К. Курс аналитической химии: Учебник для вузов/ Н. К. Цитович. – М.: Высш. шк., 1987. – 397 с.
15. Цыганов, А. Р. Сборник задач и упражнений по химии: Учеб. пособие / А. Р. Цыганов, О. В. Поддубная. – Минск: ИВЦ Минфина, 2013. – 236 с.
16. Щербина, А.Э. Органическая химия. Задачи и упражнения: Учеб. пособие / А.Э. Щербина, Л.Г. Матусевич, И.В. Сенько. – Минск : Новое знание, 2007. – 304 с.

Дополнительная

1. Белясова, Н.А. Биохимия и молекулярная биология: Учеб. пособие/ Н.А. Белясова. – Минск: Книжный дом, 2004. – 416 с.
2. Введение в лабораторный практикум по неорганической химии: Учеб. пособие / В.В. Свиридов, Г.А.Попкович и др. – Мн : Высш. шк., 2003. – 96 с.
3. Дорохова, Е. Н. Аналитическая химия. Физико-химические методы анализа: Учебник для почвенно-агрохимических специальностей / Е. Н. Дорохова, Г. В. Прохорова. – М.: Высш. шк., 1991. – 354 с.
4. Жарский, И. М. Теоретические основы химии: сборник задач: Учеб. пособие. – Минск.: Аверсев, 2004. – 397 с.
5. Практикум по общей и биоорганической химии: Учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений / под ред. В. А. Попкова. – 3-е изд. – М.: Изд. центр «Академия», 2008. – 240 с.
6. Слесарев, В. И. Химия: основы химии живого: Учебник для вузов / В. И. Слесарев. – СПб: Химиздат, 2001. – 784 с.
7. Степин, Б. Д. Неорганическая химия: Учебник для вузов/ Б. Д. Степин, А.А. Цветков. – М.: Высш. шк., 1994. – 608 с.

Справочники:

1. Краткий химический справочник. – М.: Химия, 1977.
2. Кольман, Я. Наглядная биохимия: Пер. с нем/ Я.Кольман, К.Г. Рем. – М.: Мир, 2000. – 469 с.
3. Лидин, Р.А. Химические свойства неорганических веществ/ Под ред. Р.А. Лидина. – 5-е изд., стер. – М.: КолосС, 2008, – 480 с.



Учреждение образования
«Белорусская государственная
орденов Октябрьской Революции
и Трудового Красного Знамени
сельскохозяйственная академия»



Составители
Поддубная Ольга Владимировна
Ковалева Ирина Владимировна