



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



Учреждение образования

«



Кафедра биологии растений и химии

ХИМИЯ

Лабораторный практикум

**Лабораторная работа
Основные методы разделения и очистки
органических веществ**



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



Лабораторная работа

Основные методы разделения и очистки органических веществ

Цель работы: изучить основные методы разделения и очистки органических веществ соединений.

Продукт, выделенный из реакционной смеси, как правило, содержит примеси и обычно называется *сыром продуктом*. В качестве примесей могут присутствовать остатки исходных веществ и растворителя, в котором производился синтез, побочные продукты, возникающие в ходе синтеза, а иногда и примеси, содержащиеся в исходных веществах. Поэтому сырые продукты подвергаются очистке различными методами. В основном методы очистки зависят от физических и химических свойств, как основного вещества, так и примесей. Правильный выбор метода очистки обеспечивает минимальные потери вещества и времени. В лабораториях органического синтеза постоянно приходится иметь дело с разделением суспензий, очисткой твердых веществ, выделением веществ из растворов, применением различных видов перегонных аппаратов для жидких веществ, методом экстрагирования как твердых, так и жидких веществ, а также очисткой газов пропусканием через промывные склянки, наполненные соответствующими жидкостями.

Метод разделения суспензий

В большинстве случаев находящиеся в осадке органические вещества отделяют от маточных растворов фильтрованием. Часто для этого применяют также центрифугирование. Поскольку эта операция протекает быстро, с минимальными потерями веществ, ею удобно пользоваться, когда требуется отделить небольшие количества веществ. Органические вещества хорошо растворимы в обычных органических растворителях. Следовательно, отделение осадка на фильтре от маточного раствора должно производиться минимальным количеством промывной жидкости. Для более полного отделения осадка от маточного раствора и ускорения фильтрования в лабораторных условиях применяют отсасывание. Фильтр или нутч-фильтр состоит из воронки Бюхнера, представляющей собой цилиндрическую воронку с ситчатым дном, и конической толстостенной колбы Бунзена, применяемой для работы под вакуумом (рис.1). На дно воронки Бюхнера кладут вырезанную по размерам дна фильтровальную бумагу, затем колбу подключают к водоструйному вакуум-насосу. Обычно между вакуум-насосом и колбой Бунзена помещают склянку Вульфа или Дрекслея, чтобы предотвратить засасывание воды в колбу, если в процессе фильтрования уменьшится напор воды. Перед началом работы фильтровальную бумагу, находящуюся на дне воронки, смачивают растворителем, включают вакуум-насос (при этом бумага присасывается ко дну воронки) и приступают к фильтрованию. На нутч-фильтре фильтруют только холодные суспензии, не требующие нагревания.

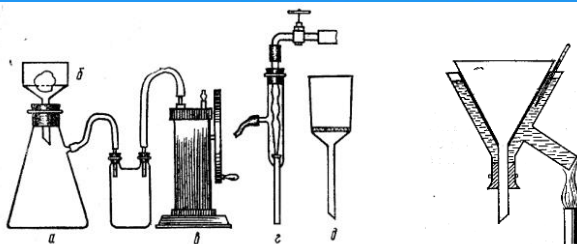


Рис. 1. Прибор для фильтрации в вакууме и металлическая воронка для горячего фильтрования: а) колба Бунзена; б) воронка Бюхнера; в) насос Комовского; г) водоструйный насос; д) воронка Шотта

Собранный на фильтре осадок тщательно отжимают стеклянной палочкой с «пяткой» до тех пор, пока не перестанет капать маточный раствор. Это делается для того, чтобы предотвратить образование трещин в осадке. После этого осадок промывают растворителем, из которого выделяли продукт, или каким-либо другим растворителем, в котором этот осадок нерастворим. Обычно промывают осадок небольшими порциями растворителя. Вначале колбу Бунзена соединяют с атмосферой и пропитывают осадок на фильтре жидкостью для промывания. После этого в колбе создают вакуум и тщательно отсасывают промывную жидкость. Операцию повторяют несколько раз, затем осадок снимают с фильтра и сушат.

Кроме того, в лабораторной практике для отделения твердой фазы от жидкой часто пользуются обычной стеклянной воронкой с вложенным в нее бумажным фильтром (край фильтра не должен доходить до края воронки на 3 – 5 мм). Перед фильтрованием фильтр в воронке смачивают тем растворителем, который служил для приготовления раствора. Уровень жидкости в воронке во время фильтрования должен быть ниже края бумаги. Фильтрование значительно ускоряется при использовании складчатого фильтра, так как фильтрующая поверхность у него больше. При фильтровании горячих растворов пользуются специальной металлической воронкой, служащей обогревательным кожухом, чтобы предотвратить охлаждение раствора, что может привести к кристаллизации вещества.

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



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



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 количество 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.



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



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.

Очищенное вещество высушивают, взвешивают, вычисляют выход в процентах и определяют температуру плавления. При хорошей очистке продукта температура плавления колеблется в пределах 1-2° С. 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.

Возгонка (сублимация)

Известно, что с повышением температуры упругость пара твердых веществ, как и жидкостей, увеличивается. Имеется ряд веществ (нафталин, бензойная кислота, хинин и др.), упругость паров, которых в твердом состоянии очень высокая, вслед-



ствие чего их можно не расплавляя, перевести в пар, а последний (минуя жидкую фазу) сконденсировать в твердое вещество. Этот процесс называют возгонкой, или сублимацией. Возгонка применяется для очистки органических веществ в том случае, когда возгоняется лишь основной продукт, а примеси, имея меньшую упругость паров, не испаряются. Для очистки вещества возгонкой используют фарфоровую чашку, которую закрывают широким концом воронки, причем диаметр воронки должен быть несколько меньше диаметра чашки (рис. 2).

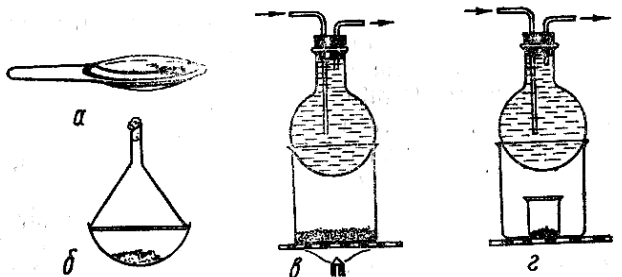


Рис. 2. Приборы для сублимации: а) прибор для сублимации небольших количеств вещества; б) прибор из фарфоровой испарительной чашки и химической воронки; в, г) приборы из химических (или фарфоровых) стаканов и круглодонных колб

Узкий конец воронки закрывают ватным тампоном. Чтобы возгон не попадал обратно в чашку, ее накрывают листком фильтровальной бумаги с несколькими отверстиями (отверстия пробивают иглой). Вещество для возгонки предварительно должно быть мелко раздроблено. Для возгонки можно воспользоваться приборами, состоящими из стаканов и колб-холодильников.



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. Лабораторный практикум: учеб. пособие/А. Р. Цыганов, О. В. Поддубная, И. В. Ковалева, Т. В. Булак.–Минск: ИВЦ Минфина, 2015. – 320 с.
10. Угай Я. А. Общая и неорганическая химия: Учебник для вузов/ Я. А. Угай. 4-е изд. – М.: Высш. шк., 2004. – 440 с.
11. 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
12. Хмельницкий, Р. А. Физическая и коллоидная химия: Учебник для вузов/ Р. А. Хмельницкий. – М.: Высш. шк., 1988.
13. Цитович, Н. К. Курс аналитической химии: Учебник для вузов/ Н. К. Цитович. – М.: Высш. шк., 1987. – 403 с.
14. Цыганов, А. Р. Сборник задач и упражнений по химии: Учеб. пособие / А. Р. Цыганов, О. В. Поддубная. – Минск: ИВЦ Минфина, 2013. – 236 с.
15. 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

Мохова Елена Владимировна

Шагитова Марина Николаевна