



МЧС РОССИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ  
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ

«УРАЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ ГОСУДАРСТВЕННОЙ ПРОТИВОПОЖАРНОЙ  
СЛУЖБЫ МИНИСТЕРСТВА РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО ДЕЛАМ  
ГРАЖДАНСКОЙ ОБОРОНЫ, ЧРЕЗВЫЧАЙНЫМ СИТУАЦИЯМ И  
ЛИКВИДАЦИИ ПОСЛЕДСТВИЙ СТИХИЙНЫХ БЕДСТВИЙ»

## **СПЕЦ. ГЛАВЫ ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ**

**Методические указания к лабораторным работам  
специальность 40.05.03  
СУДЕБНАЯ ЭКСПЕРТИЗА**

**Екатеринбург**

**2022**

Спец. главы органической химии [Электронный ресурс] : методические указания к лабораторным работам. Специальность 40.05.03 Судебная экспертиза. / сост. М.Л. Кондратьева – Екатеринбург: Уральский институт ГПС МЧС России, 2022. – 47 с.

*Авторы-составители:* Кондратьева М.Л., старший преподаватель кафедры химии и процессов горения Уральского института ГПС МЧС России, к. х. н., доцент.

Методические указания к лабораторным работам разработаны для студентов 1 курса в соответствии с рабочей учебной программой по дисциплине «Спец. главы органической химии» (специальность 40.05.03 Судебная экспертиза). Пособие содержит инструкцию по технике безопасности при работе в лаборатории, руководство по выполнению лабораторных работ и оформлению отчетов.

©ФГБОУ « Уральский институт ГПС МЧС России, 2022

## ОГЛАВЛЕНИЕ

<b>ПРАВИЛА РАБОТЫ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ .....</b>	<b>4</b>
<b>ХИМИЧЕСКАЯ ПОСУДА .....</b>	<b>8</b>
<b>ХИМИЧЕСКИЕ РЕАКТИВЫ, ИХ ХРАНЕНИЕ .....</b>	<b>8</b>
<b>ВЕСЫ И ВЗВЕШИВАНИЕ .....</b>	<b>9</b>
<b>ИЗМЕРЕНИЕ ОБЪЕМА ЖИДКИХ РЕАКТИВОВ .....</b>	<b>9</b>
<b>НАГРЕВАНИЕ.....</b>	<b>10</b>
<b>ОТДЕЛЕНИЕ ТВЕРДЫХ КОМПОНЕНТОВ ОТ ЖИДКИХ.....</b>	<b>12</b>
<b>ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ.....</b>	<b>12</b>
<b>РАСТВОРЕНИЕ ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВ .....</b>	<b>13</b>
<b>ОХЛАЖДЕНИЕ.....</b>	<b>13</b>
<b>ПРАВИЛА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА .....</b>	<b>13</b>
<b>Лабораторная работа 1 Физико-химические свойства органических веществ.....</b>	<b>14</b>
<b>Лабораторная работа 2 Реакции органических соединений .....</b>	<b>19</b>
<b>Лабораторная работа 3 Выделение йода методом экстракции .....</b>	<b>26</b>
<b>Лабораторная работа 4 Хроматографический метод анализа .....</b>	<b>28</b>
<b>Лабораторная работа 5 Очистка твердых органических соединений методом перекристаллизации.....</b>	<b>36</b>
<b>Лабораторная работа 6. Разделение жидкостей методом перегонки. ....</b>	<b>40</b>

## **ПРАВИЛА РАБОТЫ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ**

Все химические вещества в той или иной степени ядовиты, многие из них огнеопасны и взрывоопасны, поэтому при работе в лаборатории следует соблюдать следующие правила:

1. В химической лаборатории нельзя находиться в верхней одежде. Обучающиеся должны работать в халатах, волосы должны быть убраны.
2. Во время работы в лаборатории соблюдать чистоту, тишину и порядок, не отвлекать и не мешать выполнять работу другим обучающимся.
3. Рабочее место должно содержаться в чистоте и порядке, его не следует загромождать бумагами, посудой и реактивами. Запрещается класть на рабочие столы одежду, вещи, сумки и любые посторонние предметы. Нельзя загромождать проходы между рабочими столами.
4. Запрещается работать в лаборатории одному, приступать к работе следует только в присутствии преподавателя или лаборанта. Не допускается присутствие в лабораториях посторонних лиц во время проведения работ. Запрещается производить в лаборатории какие-либо работы, не связанные с профессиональной деятельностью.
5. В лаборатории запрещается принимать и хранить пищу, пить, курить. Категорически запрещается пробовать химические реактивы на вкус. Запах соединений определяют, осторожно направляя его пары легким движением руки. Нельзя подносить сосуд к носу и делать глубокий вдох.
6. Необходимо следить, чтобы химические реактивы не попали на одежду, кожу. Во время работы нельзя подносить руки к лицу, глазам, волосам.
7. Запрещается пользоваться реактивами без этикеток или с сомнительными надписями на них. Большинство химических веществ в той или иной мере токсичны. Меры предосторожности при работе с ними направлены на предотвращение случаев проникновения их в организм через рот, лёгкие или кожу.

В производственной санитарии химические вещества характеризуют значениями предельно допустимых концентраций (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны, т. е. такими концентрациями, которые при ежедневной работе не могут вызвать заболеваний или отклонений в состоянии здоровья.

Сведения о ПДК некоторых химических веществ приведены в таблице 1. Однако, опасность многих органических соединений определяется не только и не столько величиной ПДК их паров, но и другими признаками, такими, как летальная доза при попадании в желудочно-кишечный тракт и кровеносную систему, кожно-нарывное действие и т. п.

По степени опасности для человеческого организма химические вещества подразделяют на четыре класса опасности: (самый опасный – 1-й класс, наименее опасный – 4-й класс). Все работы с ядовитыми и сильнодействующими веществами 1 и 2 класса опасности производят в вытяжном шкафу.

Перед работой с токсичными веществами необходимо ознакомиться со свойствами исследуемых веществ и с правилами оказания первой медицинской помощи при отравлениях. При работе с химическими веществами, используемыми при выполнении лабораторных опытов, необходимо соблюдать все меры предосторожности.

При случайном попадании токсичного вещества внутрь рекомендуется вызвать рвоту, давая пострадавшему большое количество тёплой воды с несколькими каплями нашатырного спирта. При первых симптомах отравления следует поставить в известность преподавателя, обратиться к врачу или вызвать «скорую помощь».

Таблица 1.

Предельно допустимые концентрации и класс опасности некоторых органических веществ.

Вещество	ПДК, мг/м <sup>3</sup>	Класс опаснос ти	Вещество	ПДК, мг/м <sup>3</sup>	Класс опаснос ти
Анилин	0,1	2	Нафталин	20	4
Ацетальдегид	5	3	Пропанол	10	3
Ацетон	200	4	Скипидар	100	4
Бензальдегид	5	3	Тетрахлорметан	20	2
Бензилхлорид	0,5	1	Толуол	50	3
Бензол	5	2	Триметиламин	5	2
Бутанол	5	3	Уксусная кислота	5	3
Диметиламин	1	2	Фенол	0,3	2
Диоксан	2	3	Формальдегид	0,5	2
Дихлорэтан	10	2	Хлорбензол	3	3
Диэтиловый эфир	300	4	Этанол	1000	4
Метанол	5	3	Бромэтан	5	3
Муравьиная кислота	1	2	Этилацетат	200	4

8. Органические растворители, особенно легковоспламеняющиеся жидкости (ЛВЖ), – один из главных источников опасности при работе в лаборатории, так как они легко воспламеняются, быстро горят и такие возгорания трудно ликвидировать.

Пары многих органических жидкостей образуют с воздухом взрывоопасные смеси. При работе с ЛВЖ необходимо выполнять следующие правила:

- Нельзя держать эти жидкости вблизи огня, в тёплом месте или вблизи нагревательных приборов.

- Нельзя нагревать такие вещества на открытом огне, на сетке, вблизи огня или в открытых сосудах; для этой цели следует пользоваться водяной баней с обратным водяным холодильником.
- Нельзя хранить ЛВЖ в тонкостенной посуде с плотно закрытой пробкой.
- Нельзя держать на рабочем месте большие количества таких веществ. ЛВЖ должны находиться на вашем рабочем месте только в минимальном количестве, необходимом для выполнения работы.
- Работу с ЛВЖ надо проводить только в вытяжном шкафу, нельзя допускать контакта их паров с открытым пламенем, электропроводкой, электроприборами и другими возможными источниками возгорания. Перегонку ЛВЖ необходимо проводить на специальном лабораторном столе, пользуясь водяной баней с обратным водяным холодильником. При работе с диэтиловым эфиром водяную баню следует нагревать вдали от места перегонки.
- Нельзя проводить перегонку досуха, так как многие вещества образуют взрывоопасные пероксиды.
- Нельзя использовать для нагревания жидкостей стеклянную посуду с трещинами. В процессе нагревания трещина может увеличиться и стеклянный сосуд лопнет. Это приведет к попаданию растворителя на нагретую поверхность и может спровоцировать пожар.
- До начала нагревания для равномерного кипения в нагреваемую жидкость следует положить «кипелки». Запрещается класть «кипелки» в нагретую до кипения жидкость, так как при этом может произойти бурное вскипание, выброс жидкости из прибора. Это может привести к возгоранию или ожогам у работающих.
- Если в лаборатории пролито значительное количество легковоспламеняющейся жидкости, необходимо погасить все горелки и электронагревательные приборы, открыть окна и засыпать пролитую жидкость песком. После полного впитывания жидкости массу собирают пластмассовым совком в ведро и выносят в безопасное место для сжигания.
- Категорически запрещается работать с веществами, в которых обнаружены пероксиды. Растворители, способные при хранении образовывать пероксиды, нельзя перегонять досуха, даже если в них пероксиды не были обнаружены.

9. Обо всех внештатных ситуациях необходимо немедленно сообщить преподавателю или лаборанту!

### **Первая помощь при ожогах и отравлениях.**

1. При термических ожогах 1-ой степени кожу следует промыть холодной водой, обработать дезинфицирующим средством, а затем смазать мазью от ожогов. В случае ожогов 2-ой или 3-ей степени следует промыть кожу холодной водой и обратиться к преподавателю.

2. При ожогах кислотами или щелочами обожженное место следует промыть большим количеством воды, затем при ожогах кислотами - 3%-ным раствором соды, а при ожогах щелочами - 1%-ным раствором борной кислоты.
3. При попадании на кожу разъедающих органических веществ или брома необходимо смыть вещество этиловым спиртом.
4. При попадании реактивов в глаза следует промыть их струей воды и обратиться к врачу.
5. При отравлении газами надо обеспечить пострадавшему приток свежего воздуха.

### **Правила безопасности при возникновении пожара:**

1. При возникновении пожара в лаборатории следует тотчас выключить вентиляцию и все нагревательные приборы, удалить с участка загорания все горючие вещества.
2. При загорании электрических проводов нужно немедленно выключить ток и тушить загоревшиеся провода песком или сухими огнетушителями (применение воды и пенных огнетушителей недопустимо), известив одновременно дежурного электрика.
3. В случае вспышки горючей жидкости в пробирке следует закрыть чем-либо отверстие сосуда. При разливе горячей жидкости, место разлива надо засыпать песком, накрыть асбестовым одеялом или воспользоваться огнетушителем. При возникновении пожара надо сразу отключить вентиляцию и электроэнергию.
4. Для тушения ЛВЖ используют противопожарные одеяла, песок, порошковые составы, пенные и углекислотные огнетушители. При воспламенении ЛВЖ в каком-либо сосуде его накрывают асбестовым одеялом, чтобы перекрыть доступ воздуха к горячей жидкости. Растворимые в воде ЛВЖ (спирт, ацетон и т.п.) можно тушить водой.
5. При загорании одежды на человеке нужно немедленно закутать его в огнестойкую накидку, одеяло. Пострадавший не должен бегать, метаться, так как это способствует горению.
6. Пожары, вызванные возгоранием щелочных металлов, нельзя тушить ни водой, ни углекислотными огнетушителями. Для тушения используют сухой кварцевый песок, мелкую поваренную соль или кальцинированную соду.

## **ХИМИЧЕСКАЯ ПОСУДА**

Вся посуда по назначению делится на несколько групп:

- общего пользования (используется для выполнения нескольких химических операций): пробирки, стаканы, плоскодонные, конические и круглодонные колбы, колбы Вюрца (круглодонные с газоотводной трубкой), кристаллизаторы, воронки, часовые стекла, бюксы;
- мерная посуда: цилиндры, мензурки, пипетки Мора и градуированные пипетки, мерные колбы;
- посуда специального назначения: осушительные склянки (Тищенко, Вульфа, Дрекслея), аппарат Киппа, установка для фильтрования под вакуумом, которая состоит из колбы Бунзена, воронки Бюхнера, склянки-ловушки и водоструйного насоса;
- посуда из фарфора и других материалов: шпатели, ступки, выпарительные чашки, тигли и лодочки.

## **ХИМИЧЕСКИЕ РЕАКТИВЫ, ИХ ХРАНЕНИЕ**

Реактивы - это индивидуальные вещества, их растворы или смеси строго регламентированного состава, предназначенные для лабораторных работ, научных исследований и химического анализа. Химические реактивы могут использоваться в твердом, жидком и газообразном состояниях (в виде паров).

Твердые реактивы хранят в стеклянных и полиэтиленовых банках, а жидкие - в склянках. В зависимости от свойств веществ банки и склянки закрывают стеклянными, полиэтиленовыми, резиновыми и корковыми пробками. Гигроскопичные вещества хранят в бюксах, эксикаторах, запаянных ампулах, склянках с хлоркальциевыми трубками и банках с притертыми пробками. Пробки банок можно заливать парафином. Реактивы, изменяющиеся под действием света, хранят только в темных склянках.

Газы в больших количествах хранят в баллонах, в небольших - в газовых бюретках и газометрах.

## **Правила работы с реактивами**

1. Оберегать реактивы от загрязнения. Не сливать излишки растворов и не сыпать твердые вещества обратно в сосуд, из которого они взяты. Не путать пробки разных склянок! После употребления реактива склянку тотчас закрыть пробкой и поставить на место.
2. На всех склянках с реактивами всегда должны быть этикетки с названием вещества или химической формулой и указанием его качества. Для растворов должна быть указана концентрация.
3. При работе с горючими газами следует соблюдать особую осторожность. В лаборатории газовые баллоны устанавливаются в стойке в вертикальном положении, штуцер и редуктор направляются в ту сторону, где нет людей.
4. Твердые вещества брать при помощи стеклянных, фарфоровых, пластмассовых шпателей, лопаточек, а жидкие - с помощью пипетки. Реактивы брать в возможно малых количествах.



5. При отборе реактива склянку брать этикеткой в ладонь и последнюю каплю снимать о край сосуда, в который отливают.
6. Концентрированные кислоты и щелочи следует хранить в вытяжном шкафу. При разбавлении кислот следует осторожно, небольшими порциями, при перемешивании приливать кислоту к воде, а не наоборот. Концентрированные кислоты, ангидриды и галогенангидриды кислот, аммиак и амины переливать только через воронку и под тягой.
8. При растворении в воде концентрированной серной кислоты, при изготовлении хромовой смеси, при смешивании концентрированных серной и азотной кислот, при приготовлении концентрированных растворов щелочей пользоваться только тонкостенной химической посудой из термостойкого стекла (сильное нагревание!). По той же причине не вливать горячие жидкости в толстостенную посуду и приборы.
9. Химические реактивы категорически запрещается выбрасывать в раковину. Содержимое пробирок после лабораторной работы сливают в специально отведенные емкости.

## **ВЕСЫ И ВЗВЕШИВАНИЕ**

В химических лабораториях применяют технохимические, аптечные и аналитические весы.

Технохимические и аптечные весы позволяют определить массу с точностью до 0,01 г, а аналитические - до 0,0001 г. К весам прилагается комплект гирь, называемый разновесом. Гири из разновеса берут пинцетом. При взвешивании предмета его кладут на левую чашку, а гири - на правую.

Технохимические весы имеют приспособление, называемое арретиром, которое поддерживает чашки весов в нерабочем состоянии. Чтобы привести весы в рабочее положение, нужно опустить арретир. Снимать и класть предметы и разновесы следует при опущенном (нерабочем состоянии) арретире. Взвешивание можно считать законченным, если отклонение стрелки весов влево и вправо от средней черты станет одинаковым. После взвешивания сразу же вернуть гири в разновес.

**При взвешивании следует соблюдать следующие правила:**

1. Не ставить на чашки весов горячие, мокрые предметы. При работе с жидкостями не допускать попадания жидкости на весы и разновесы.
2. Не класть взвешиваемое вещество прямо на чашку весов, а только в специальную посуду (часовое стекло или бюкс) или на фильтровальную бумагу.
3. Брать гири только пинцетом и не пользоваться ими из другого разновеса.
4. После взвешивания ничего не оставлять на весах.

## **ИЗМЕРЕНИЕ ОБЪЕМА ЖИДКИХ РЕАКТИВОВ**

Измерение объема жидких реактивов производят с помощью мерной посуды.

Цилиндры, мензурки и мерные стаканы используются в тех случаях, когда нужно относительно грубо измерить объем



жидкости.

Бюретки позволяют точно измерять объем вытекающей жидкости или выделяющегося газа. Точность измерения объема 0,1%. Объем жидкости в градуированной посуде определяется для прозрачных жидкостей по нижнему мениску, для непрозрачных – по верхнему мениску.

Мерные колбы применяют для приготовления растворов нужных концентраций или разбавления растворов в то или иное число раз. Точность измерения объема 0,12%.

Для отбора точных объемов пользуются градуированными и неградуированными пипетками (пипетками Мора). Градуированную пипетку можно использовать для отмеривания всего объема или части его.

Реактивы в пипетку набирают с помощью резиновой груши или дозатора. Лишнее количество реактивов нельзя выливать обратно в склянку.

## НАГРЕВАНИЕ

В лаборатории часто приходится использовать нагревание при проведении химических реакций; при прокаливании, обезвоживании, расплавлении твердых веществ; для упаривания и кипячения растворов.

Для нагревания применяются различные приборы: электрические плитки, сушильные шкафы, электропечи (муфели), спиртовки, бани. В зависимости от свойств веществ и цели нагревания применяют различные способы.

1. При кратковременном нагревании веществ в пробирках, в фарфоровых и металлических тиглях пользуются непосредственно открытым огнем. Нагревание производят в верхней зоне пламени, закрепляя пробирку в держателе. Для предотвращения выброса жидкости из пробирки при нагревании ее держат под углом. Отверстие пробирки при нагревании должно быть направлено в сторону от всех работающих. (Рис. 1). Жидкости в стеклянной термостойкой и фарфоровой посуде нагревают на спиртовках через асбестовую сетку. Для нагревания реакционных смесей на спиртовках разрешается использовать только тонкостенные сосуды. Пробирки,

используемые для нагревания должны быть чистыми, сухими и целыми. Пробирка не должна быть наполнена содержимым более чем на треть.



Рис. 1. Нагревание жидкости в пробирке на спиртовке.

2. Перед зажиганием спиртовки следует убедиться, что она исправна, фитиль вытасчен на нужную высоту, а горловина и держатель фитиля сухие. Если спиртом смочен держатель фитиля и горловина спиртовки, при зажигании может произойти взрыв паров внутри. Спиртовку можно зажигать только спичками, запрещается зажигать одну спиртовку от другой. Гасить спиртовку можно только одним способом – накрывать пламя фитиля колпачком. Нельзя задуть пламя, так как при этом может произойти небольшой взрыв смеси паров спирта с воздухом и горящий спирт попадет на кожу. Горящую спиртовку нельзя наклонять, перемещать, ходить с ней по аудитории во избежание разлива и загорания спирта.

3. Если необходимо длительное нагревание при высокой температуре (прокаливание, плавление и т. д.) используют электроплитки (температура до  $300^{\circ}$ ) и электропечи (температура  $300 - 1000^{\circ}$ ). Вещества для прокаливания помещают в фарфоровые или металлические тигли или лодочки.

4. Если нагревание растворов (упаривание) должно проводиться в определенном узком интервале температур, применяют бани (водяные, песчаные или глицериновые), которые заполняются жидкостью (песком) на  $2/3$  объема. Нагревание проводится парами кипящей воды; если вместо воды используется глицерин или масло, нагревание проводится самой жидкостью. Песчаная баня служит для длительного нагревания. С помощью бань можно поддерживать температуру до  $300^{\circ}$ .

5. Высушивание - нагревание для удаления гигроскопической влаги при температуре до  $110^{\circ}$  - осуществляют в сушильном шкафу. Гигроскопические и разлагающиеся при нагревании вещества сушат в эксикаторах

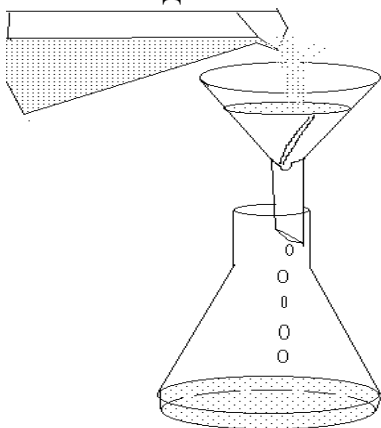
водоотнимающими веществами. Высушивание закончено, если кристаллы сыпаются с палочки при легком постукивании.

6. Нельзя нагревать закупоренные сосуды или аппараты.

7. Запрещается использовать неисправные электронагревательные приборы, оставлять включенные нагревательные приборы без присмотра.

## **ОТДЕЛЕНИЕ ТВЕРДЫХ КОМПОНЕНТОВ ОТ ЖИДКИХ**

Для отделения твердых компонентов от жидких применяется фильтрование и декантация. Фильтрование - это процесс отделения жидкости от твердого вещества через фильтрующий материал с одновременным задерживанием на его поверхности осадка.



Когда целью фильтрования является выделение твердого осадка, используют гладкий фильтр. Если нужно получить чистую жидкость, применяют складчатый фильтр. Для отделения мелкокристаллического осадка и для ускорения фильтрации пользуются фильтрованием под вакуумом или фильтрованием с отсасыванием. Для отделения тяжелого осадка применяют декантацию - сливание жидкости с осадка.

Если требуется отфильтровать горячий раствор, применяют специальную воронку с электрическим подогревом. Это металлическая воронка, между двойными стенками которой вмонтирован нагревательный элемент. В эту воронку вставляют обычную стеклянную воронку и подогревают.

## **ИЗМЕЛЬЧЕНИЕ**

Для измельчения твердых веществ чаще всего применяют различные ступки: фарфоровые, металлические, агатовые. Металлические ступки используют для грубого измельчения, фарфоровые - для более тонкого, а агатовые - для материалов с высокой твердостью.

Очень крупные куски сначала измельчают молотком. Куски веществ величиной с грецкий орех можно измельчить в ступке, в которую помещают вещество на  $1/4$  высоты. Растирают осторожно, чтобы вещество не выбрасывалось из ступки. Размер ступки необходимо выбирать в соответствии с количеством вещества. Ступки нельзя использовать для нагревания.

Измельчение едких щелочей, йода и других агрессивных веществ производится в вытяжном шкафу.

## **РАСТВОРЕНИЕ ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВ**

Приготовление растворов - одна из важнейших операций в неорганическом синтезе. При выполнении ее необходимо соблюдать следующие правила.

1. Растворы следует готовить на дистиллированной воде.
2. Обычно растворение проводят в стеклянном или фарфоровом стаканах, колбах Эрленмейера (конических), склянках. Для приготовления растворов известной концентрации пользуются мерными колбами. Если вещество растворяется с большим выделением тепла, то раствор готовят в тонкостенной фарфоровой или термостойкой стеклянной посуде. Емкость сосуда, где будет готовиться раствор, должна быть немного больше заданного объема. Каждую склянку с раствором нужно снабжать этикеткой или надписью.
3. В сосуд наливают немного растворителя, а затем всыпают вещество, перемешивают и доливают растворитель.
4. Для увеличения скорости растворения используют измельчение растворяемого вещества, перемешивание и нагревание раствора с осадком.

## **ОХЛАЖДЕНИЕ**

Для охлаждения веществ после прокаливания или сплавления в атмосфере сухого воздуха используют эксикаторы.

Охлаждение с целью выкристаллизации твердого вещества производят проточной водой, льдом, охлаждающей смесью. Лед (снег) в виде кусочков размером с горошину смешивают с водой до кашицеобразной массы. Для более низких температур лед смешивают с хлоридом натрия: на 1 часть льда 0,3 части хлорида натрия ( $T = -21^{\circ}\text{C}$ ) или 1 часть льда и 1,43 части пяти водного хлорида кальция.

## **ПРАВИЛА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА**

### **1. Теоретическая часть**

- 1.1 Сформулировать цель работы.
- 1.2. Продумать, какие понятия, законы, правила, гипотезы необходимо использовать для достижения поставленной цели. В учебной литературе найти ответы на эти вопросы.
- 1.3. На основании проведенного теоретического анализа спланировать выполнение эксперимента. Определить:
  - какие реакции нужно осуществить;
  - какие физические величины при этом нужно измерить;

- какие реактивы, посуду, оборудование необходимо использовать, какую установку (прибор) следует собрать (зарисовать схему);
- в какой последовательности будут выполнены все необходимые действия; какие меры предосторожности следует соблюдать;
- в какой форме производить запись наблюдений, измерений (предпочтительно это делать в виде таблицы).

## **Лабораторная работа 1 Физико-химические свойства органических веществ**

**Предварительные исследования образца.** Анализ начинают с описания внешнего вида вещества. При этом отмечают его однородность и цвет. Для твердых веществ определяют температуру плавления. Если интервал составляет более 3<sup>0</sup>С, то необходимо вещество перекристаллизовать. Для жидких веществ – определить показатель преломления или температуру кипения.

### **Опыт 1. Измерение температуры кипения**

В тигель налейте 3мл исследуемой жидкости. Тигель с жидкостью поставьте на электрическую плитку. Включите плитку. В жидкость опустите термометр, так чтобы он не касался стенок сосуда. Когда жидкость нагреется и закипит (появятся пузырьки) отметьте температуру, выключите прибор. Занесите полученные данные в таблицу, сравните со справочными данными.

#### **НАБЛЮДЕНИЯ**

Название Формула	Температура °С наблюдения	Температура °С Справочные данные

### **Опыт 2. Исследование способности вещества к воспламенению** (выполнять в вытяжном шкафу!)

В тигель налейте 2мл исследуемой жидкости. Поднесите зажжённую лучину к поверхности жидкости, через некоторое время отметьте загорелось ли вещество. Тигель с воспламенившимся веществом накрыть металлической пластинкой и потушить пламя.

На основании наблюдений за характером горения вещества делают предположительное заключение о принадлежности его к какому-то классу соединений.

Если вещество сгорает коптящим пламенем с выделением сажи, то это указывает на присутствие ароматических или ацетиленовых соединений. Алифатические углеводороды горят светящимся пламенем с небольшим образованием сажи.

Вещества, содержащие кислород, горят голубоватым слабо светящимся пламенем. Несгораемый остаток, оставшийся на крышке тигля, свидетельствует о присутствии в веществе металла.

Занесите полученные данные в таблицу

### НАБЛЮДЕНИЯ

Название Формула	Наблюдения (Воспламенилось или нет, цвет пламени)

### Опыт 3. Определение растворимости вещества

Исследование растворимости вещества в растворителях помогает определить наличие функциональных групп в образце. В пробирку помещают 2-3 капли жидкости или 0,1-0,5 г твердого вещества и постепенно прибавляют по каплям 0,3 мл растворителя, энергично взбалтывая. Растворение должно продолжаться не более 2-3 минут. Если вещество плохо растворяется при комнатной температуре, смесь осторожно нагревают до кипения.

В разбавленной соляной кислоте растворяются вещества основного характера (например, амины), в растворе гидрокарбоната – вещества сильнокислотные (карбоновые и сульфокислоты); а в щелочах – вещества кислого характера (кислоты, фенолы, меркаптаны).

В концентрированной серной кислоте растворение часто сопровождается разогреванием, изменением цвета раствора, что связано с химической реакцией между кислотой и веществом. Так реагируют многие кислородсодержащие вещества (эфиры, спирты). Серную кислоту наливают в пробирку (2-3 мл), а затем постепенно прибавляют исследуемое вещество, наблюдая за происходящими изменениями. Все наблюдения по растворимости вещества вносят в таблицу:

Название Формула	Т °С	Вода	Растворы 5%-ные			H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (конц.)	Бензол	Диэтил. эфир
			NaOH	HCl	NaHCO <sub>3</sub>			


#### Опыт 4. Определение наличия галогенов в составе вещества (проба Бейльштейна)

Галогены определяют реакцией Бейльштейна. При прокаливании в пламени горелки медной проволоки, на которой находится органическое вещество, содержащее галоген, пламя окрашивается в интенсивно зеленый цвет.

Медную проволоку длиной 10 см с петлей на конце прокаливают на пламени горелки до прекращения окрашивания пламени. Остывшую петлю, покрытую черным налетом оксида меди (II), опускают в пробирку с 1-2 каплями испытуемого вещества, например хлороформа, и вновь вносят в пламя горелки. Немедленно появляется характерная ярко-зеленая окраска пламени.

При прокаливании оксид меди (II) окисляет углерод и водород органического вещества в CO<sub>2</sub> и H<sub>2</sub>O, медь же образует с галогеном летучие соединения, которые и окрашивают пламя горелки в зеленый цвет.

Химизм процесса:  $2\text{CHCl}_3 + 5\text{CuO} = \text{CuCl}_2 + 4\text{CuCl} + 2\text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$

Этот способ качественного обнаружения галогена в органическом веществе был предложен в 1872 г. русским академиком Ф.Ф. Бейльштейном. Эта проба очень чувствительная, и положительный ее результат может быть обусловлен наличием в исследуемом веществе лишь следов примесей, содержащих галоген. Этим путем легко обнаруживается, например, хлор в слюне.

Фтор пробой Бейльштейна не обнаруживается, так как фторид меди не летуч.

#### НАБЛЮДЕНИЯ

Название Формула	Наблюдения (Цвет пламени)



## Опыт 5. Исследование взаимодействия органических веществ с бромом и другими сильными окислителями

Главной аналитической характеристикой **насыщенных углеводов** является их химическая инертность – отсутствие положительных реакций с такими реагентами как раствор брома, раствор перманганата калия и др.

**Ненасыщенные углеводороды**, содержащие двойные или тройные связи, легко присоединяют бром, в результате чего наблюдается обесцвечивание реакционной смеси.

К раствору 0,2 г (или 1 мл) вещества в 2-3 мл хлороформа добавляют по каплям при встряхивании 5 %-ный раствор брома в хлороформа. Мгновенное исчезновение окраски свидетельствует о наличии кратной связи в веществе. Но раствор брома также обесцвечивается соединениями, содержащими подвижный водород (фенолы, ароматические амины). Однако при этом происходит реакция замещения с выделением бромоводорода, присутствие которого легко можно обнаружить с помощью влажной индикаторной бумажки. Кроме того, бром является активным окислителем и легко окисляющиеся органические соединения (например, альдегиды) также дают положительную пробу.

**Проба с перманганатом калия.** В слабощелочной среде при действии перманганата калия происходит окисление вещества с разрывом кратной связи, раствор при этом обесцвечивается, и образуется хлопьевидный осадок оксида марганца (IV).

К 0,2 г (или 1 мл) вещества, растворенного в воде или ацетоне, добавляют по каплям при встряхивании 1 %-ный раствор перманганата калия. Происходит быстрое исчезновение малиновой окраски и появляется бурный осадок. Однако перманганат калия окисляет вещества других классов – альдегиды, многоатомные спирты, ароматические амины. При этом также обеспечиваются растворы, но окисление протекает большей частью значительно медленнее.

### Опыт 5.1. Взаимодействие с бромом

К 1 мл исследуемого вещества приливают 1 мл раствор брома и взбалтывают, не закрывая пробирку.

#### Наблюдения

Название Формула	Наблюдения

Запишите уравнения реакций (там где они наблюдались)

---

---

---

---

---

### Опыт 5.2 Взаимодействие с перманганатом калия

К исследуемому веществу приливают небольшое количество перманганата калия и взбалтывают.

#### Наблюдения

Название Формула	Наблюдения

Запишите уравнения реакций (там где они наблюдались)

---

---

---

---

---

### Опыт 5.3 Взаимодействие с концентрированной серной кислотой

К 0.5-1 мл исследуемого вещества приливают 0.5 мл концентрированной серной кислоты. Содержимое пробирки энергично встряхивают.

#### Наблюдения

Название Формула	Наблюдения

Запишите уравнения реакций (там где они наблюдались)

---

---

---

---

---

### Опыт 6. Получение и свойства этилена

В круглодонную колбу, укрепленную в штативе, наливают 1 мл этилового спирта и осторожно приливают 3 мл концентрированной серной кислоты, закрывают колбу пробкой с газоотводной трубкой. Содержимое колбы осторожно нагревают. Выждав некоторое время, пропускают этилен в пробирку с раствором брома, а затем - в водный раствор перманганата калия. У конца газоотводной трубки подожгите выделяющийся газ.

### Наблюдения

Изменения окраски раствора  $\text{KMnO}_4$

\_\_\_\_\_ (наблюдаются, не наблюдаются)

Изменения окраски бромной воды

\_\_\_\_\_ (происходит, не происходит)

Выделяющийся газ горит \_\_\_\_\_ пламенем.

### Обработка результатов

В лаборатории этилен получают:

С перманганатом калия этилен взаимодействует по уравнению реакции:

С бромом этилен взаимодействует по уравнению реакции:

Взаимодействие этилена с кислородом выражается уравнением:

### Вывод

Этилен \_\_\_\_\_ в реакции присоединения и окисления, что \_\_\_\_\_ (вступает или не вступает) подтверждается

## Лабораторная работа 2 Реакции органических соединений

### Опыт 1. Свойства спиртов

#### Опыт 1.1 Растворимость спиртов в воде.

В четыре пробирки налейте по 2-3 мл воды и в каждую прибавьте по 1 мл следующих веществ: в первую - этиловый, во вторую – изопропиловый, в третью - бутиловый, в четвертую – амиловый спирты. Сделайте вывод о растворимости спиртов.

Объясните причину их различной растворимости. Испытайте растворы спиртов на фенолфталеин и лакмус. Почему не изменяется цвет индикаторов?

#### Наблюдения

Название спирта	Формула	Наблюдения

Объясните причину их различной растворимости. Испытайте растворы спиртов на фенолфталеин и лакмус. Почему не изменяется цвет индикаторов?

#### Опыт 1.2 Реакция спиртов с соляной кислотой

К 1 мл исследуемого вещества приливают 3 мл конц. соляной кислоты. Смесь сильно встряхивают и оставляют стоять на 3-5 мин. Третичные спирты при этом образуют нерастворимый в кислоте галоидный алкил. Первичные и вторичные спирты в этих условиях заметно не реагируют. Эта реакция позволяет отличить третичные спирты от вторичных.

Название спирта	Формула	Наблюдения

Что наблюдается? Как объяснить происходящее явление? Каков цвет раствора? Составьте уравнения реакций.

#### Опыт 1.3 Многоатомные спирты. Реакция с гидроксидом меди (II).

В двух-, трех- и многоатомных спиртах, содержащих 1,2-диольный фрагмент, в отличие от одноатомных спиртов растворяется свежеприготовленный гидроксид меди (II), с образованием темно-синего раствора комплексных солей соответствующих производных (гликолятов, глицератов).

В пробирку наливают несколько капель (0,3-0,5 мл) 3 %-ного раствора сульфата меди, а затем 1 мл 10 %-ного раствора NaOH. Выпадает студенистый голубой осадок гидроксида меди (II). Растворение осадка при добавлении 1 мл исследуемого вещества и изменение цвета раствора до темно-синего

подтверждает присутствие многоатомного спирта с гидроксильными группами, расположенными у соседних атомов углерода.

Название спирта	Формула	Наблюдения

Что наблюдается? Как объяснить происходящее явление? Каков цвет раствора? Составьте уравнения реакций.

#### Опыт 1.4 Фенолы. Реакция с хлоридом железа (III).

Фенолы дают с хлоридом железа(III) интенсивно окрашенные комплексные соли. Обычно появляется глубокая синяя или фиолетовая окраска, некоторые фенолы дают зеленое или красное окрашивание, оно ярче проявляется в воде или хлороформе и хуже в спирте.

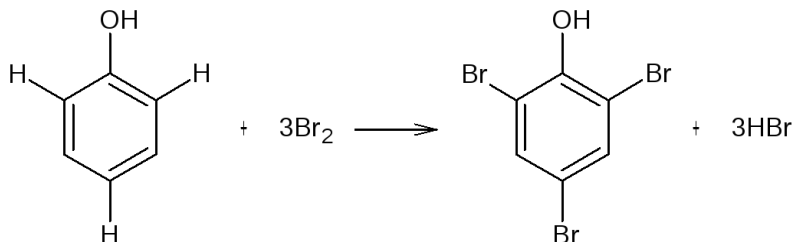
В пробирку помещают несколько кристаллов исследуемого вещества в 2 мл воды или хлороформа, затем добавляют при встряхивании 1-3 капли 3 %-ного раствора хлорида железа (III). В присутствии фенола появляется интенсивная фиолетовая или синяя окраска.

Название спирта	Формула	Наблюдения

Что наблюдается? Как объяснить происходящее явление? Каков цвет раствора? Составьте уравнения реакций.

#### Опыт 1.5 Реакция с бромной водой.

Фенолы со свободными орто- и пара- положениями в бензольном ядре легко обесцвечивают бромную воду, при этом получается осадок 2,4,6-трибромфенола.



Небольшое количество исследуемого вещества встряхивают с 1 мл воды, затем прибавляют по каплям бромную воду. Происходит быстрое обесцвечивание раствора и выпадение белого осадка.

Название спирта	Формула	Наблюдения

Что наблюдается? Как объяснить происходящее явление? Каков цвет раствора? Составьте уравнения реакций.

### Опыт 1.6 Образование йодоформа из спирта

В пробирке смешивают 0,5 мл этанола, 3–4 капли раствора йода в йодистом калии и столько же раствора щелочи. Смесь чуть подогревают (можно даже рукой), появляется белая взвесь со стойким характерным запахом йодоформа. Если взвесь исчезает, добавляют к еще теплomu раствору 2–3 капли раствора йода. Через несколько минут при охлаждении выпадают кристаллы. Аналогично проводят реакцию с пропанолом-1

Что наблюдается? Как объяснить происходящее явление? Каков цвет раствора? Составьте уравнения реакций.

### Опыт 1.7 Получение альдегидов.

Получение уксусного альдегида путем окисления этилового спирта. Налейте в пробирку 0,5–1 мл этилового спирта, накалите медную спираль в пламени горелки так, чтобы медь покрылась черным налетом окиси меди. Раскаленную спираль быстро опустите в пробирку со спиртом. Повторите эту операцию несколько раз. Обратите внимание на запах образующегося альдегида и на изменения, происходящие со спиралью.

Что наблюдается? Как объяснить происходящее явление? Каков цвет раствора? Составьте уравнения реакций.

## Опыт 2. Свойства карбонильных соединений

### Опыт 2.1 Окисление формальдегида гидроксидом меди (II) в щелочной среде

В пробирку помещают 10 капель 10%-ного раствора едкого натра и добавляют 4–5 капель 3%-ного раствора сульфата меди (II). К образовавшемуся голубому осадку гидроксида меди (II) прибавляют 8–10 капель 40%-ного раствора формальдегида. Затем смесь взбалтывают и нагревают до кипения. При нагревании цвет осадка меняется на желтый, а затем происходит образование на стенках пробирки красного налета оксида меди (I).

Что наблюдается? Как объяснить происходящее явление? Каков цвет раствора? Составьте уравнения реакций.

### Опыт 2.2 Карбоновые кислоты.

В три пробирки наливают по 1 мл раствора мыла и добавляют по 1 мл в одну водопроводную воду, в другую раствор хлористого кальция, в третью раствор азотнокислого свинца. Объясните наблюдаемые явления. Напишите уравнения реакций.

Что наблюдается? Как объяснить происходящее явление? Каков цвет раствора? Составьте уравнения реакций.

### **Опыт 2.3 Получение оксалата**

К 1 мл раствора щавелевой кислоты добавляют 1-2 капли 0,5 М раствора  $\text{CaCl}_2$ . Появляется белый нерастворимый осадок оксалата кальция. Напишите уравнение реакции образования оксалата.

Содержимое пробирки разлейте в две: в одну добавьте несколько капель  $\text{CH}_3\text{COOH}$  – осадок не растворяется. Почему ?

В другую несколько капель  $\text{HCl}$ , осадок полностью растворяется. Почему?

Обратите внимание на эту характерную особенность оксалата кальция. Напишите уравнение реакции.

Какой ощущается запах? После работы смесь слейте в специальную банку.

### **Опыт 2.4 Получение уксусной кислоты.**

Получение уксусной кислоты.

**В н и м а н и е!** Осторожно работайте с концентрированной серной кислотой!

В пробирку поместите 1 г ацетата натрия и прилейте 2-3 мл концентрированной серной кислоты. Закрепите пробирку в штативе и осторожно нагрейте ее. Определите по запаху присутствие паров уксусной кислоты. Поднесите смоченную водой лакмусовую бумажку к отверстию. Что происходит? Напишите уравнение реакции и сделайте вывод о наличии уксусной кислоты.

### **Опыт 2.5 Свойства уксусной кислоты.**

**а)** Налейте в пробирку (закрепленную в штативе!) 2-3 мл уксусной кислоты и поместите в нее немного магния. Что наблюдается? Подожгите выделяющийся газ.

Составьте уравнение реакции.

**б)** Насыпьте в чистую пробирку немного оксида меди и прилейте уксусной кислоты. Нагрейте пробирку. Каков цвет раствора?

Составьте уравнение реакции.

**в)** В пробирку с раствором карбоната натрия прилейте 2-3 мл уксусной кислоты. Что происходит? Почему идет реакция уксусной кислоты с солями

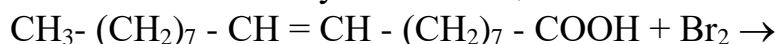
угольной кислоты? Будет ли реагировать уксусная кислота с солями серной и соляной кислот?

Составьте уравнение реакции взаимодействия уксусной кислоты с карбонатом натрия.

### **Опыт 2.6 Взаимодействие олеиновой кислоты с бромом.**

В пробирку налейте 0,5 мл олеиновой кислоты, добавьте 4-5 мл бромной воды и сильно встряхните раствор. Почему обесцвечивается бромная вода? Что происходит с олеиновой кислотой?

Назовите полученное вещество и закончите уравнение реакции:



## **Опыт 3. Свойства углеводов**

### **Опыт 3.1 Углеводы.**

В пробирку наливают 1 мл 1% раствора сахарозы. Прибавляют к нему 5 капель водного раствора  $\text{CoSO}_4$  и 5 капель 10% раствора  $\text{NaOH}$ . Появляется фиолетовое окрашивание: реакция чувствительна при содержании сахарозы (1 : 10000). Кобальт образует с сахарозой растворимый комплекс.

Что наблюдается? Как объяснить происходящее явление? Каков цвет раствора? Составьте уравнения реакций.

### **Опыт 3.2 Кислотный гидролиз крахмала**

В колбу емкостью 100 мл наливают 30 мл раствора крахмала и 5 мл серной кислоты. Отливают в пробирку 0,5 мл раствора, добавляют 1 каплю йода, раствор окрашивается в синий цвет. Содержимое колбы кипятят 1-2 минуты, вновь берут пробу для реакции с йодом. Изменение окраски йода до бурой или фиолетовой укажет на наличие в гидролизате декстринов. Затем проделывают еще несколько проб с йодом до тех пор, пока желтая окраска от добавления йода не будет изменяться. Напишите схему гидролиза крахмала. Конечный продукт гидролиза крахмала.

Что наблюдается? Как объяснить происходящее явление? Каков цвет раствора? Составьте уравнения реакций.

### **Опыт 3.2 Реакции на карбонильные группы в моносахаридах.**

Окисление моносахаридов в щелочной среде гидроксидом меди (II).

В пробирке смешивают 1-2 капли 1%-ного раствора Д-глюкозы и 5-6 капель 10% -ного раствора гидроксида натрия. Затем при встряхивании по каплям добавляют 5%-ный раствор сульфата меди(II) до начала появления не исчезающего осадка. К полученной смеси приливают около 1 мл воды так, чтобы высота слоя жидкости была 15-20 мл. Затем, держа пробирку наклонно, нагревают ее верхнюю часть до начала кипения, а нижнюю оставляют без нагрева для контроля.



Что вы наблюдаете? Напишите уравнение реакции окисления, глюкозы гидроксидом меди(II).

### Контрольные вопросы

1. Охарактеризуйте пожарную опасность органических соединений.
2. Какие химические элементы входят в состав органических соединений? Что происходит с ними при окислении кислородом воздуха?
3. Приведите примеры окислителей, представляющих опасность при взаимодействии с органическими веществами.
4. Напишите реакцию горения в воздухе тринитротолуола  $C_6H_5(NO_2)_3$ .
5. В результате сгорания 2,4-диметилпентана в помещении объемом  $150\text{ м}^3$  образовалась концентрация паров воды равная 5%. Вычислите массу сгоревшего вещества.  $t = 30^\circ\text{C}$ ,  $p = 1,2$  ат.
6. При сгорании навески вещества массой 2,3 г образовалось 4,4 г оксида углерода (IV) и 3,36 л паров воды (н.у.). Плотность паров этого вещества по воздуху равна 1,59. Из каких элементов состоит соединение? Какова его эмпирическая и молекулярная формула?
7. Найдите простейшую формулу вещества, в котором массовая доля серы составляет 84,2 %, а углерода 15,8 %. Совпадает ли она с молекулярной формулой, если плотность пара вещества по воздуху равна 2,62?
8. Сожжение навески 3,04 г вещества, состоящего из углерода, водорода и азота, дало 8,62 г углекислого газа и 2,07 г воды. При определении азота методом Дюма из 2,20 г вещества получено 0,26 л азота (условия нормальные). Вычислите процентный состав и эмпирическую формулу вещества.
9. Найдите молекулярную формулу вещества, если его плотность по водороду равна 67,5, а состав выражается следующими массовыми долями элементов: 23,7 % серы, 23,7 % кислорода и 52,6 % хлора.
10. Имеется 4 жидкости: бензол, этиловый спирт, сероуглерод и дихлорэтан. Каким образом, имея только спиртовку и установки для определения качественного состава органических веществ, можно идентифицировать химические вещества?

### Методы очистки органических соединений

Необходимость очистки органических соединений возникает очень часто на различных этапах химического эксперимента.

Во-первых, прежде чем приступить к работе, экспериментатор должен проверить степень чистоты исходного вещества. От этого зависит успех всей работы.

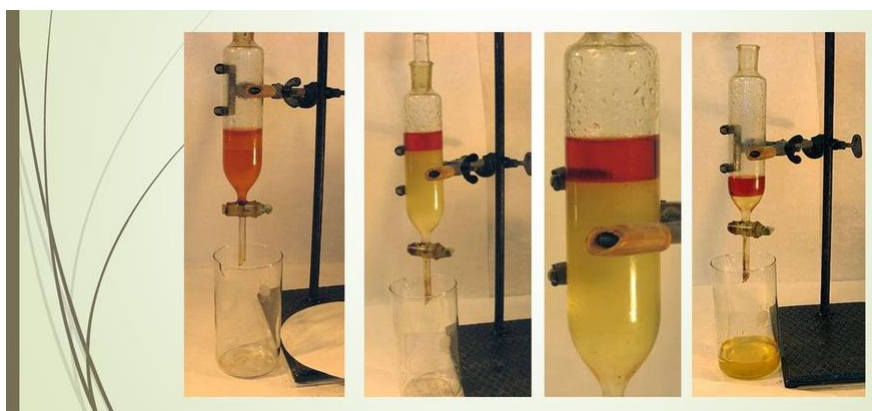
Во-вторых, получив новое соединение, его необходимо выделить из реакционной смеси, дополнительно очистить и определить физико-химические константы, подтверждающие его индивидуальность и чистоту.

Таковыми физико-химическими константами являются: для твердых веществ – температура плавления, для жидкостей – показатель преломления. Экспериментально полученные значения следует сравнить с литературными данными. Литературные данные можно найти в многочисленных справочниках или в специальной литературе.

### Лабораторная работа 3 Выделение йода методом экстракции

Целью лабораторной работы является ознакомление с процессом экстракции, как одного из процессов разделения, выделения и концентрирования радиоактивных элементов и радиоактивных нуклидов.

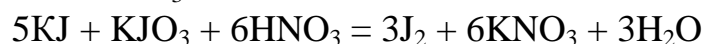
Выделение йода из воды основано на экстракции молекулярного йода из водной фазы в слой органического растворителя –  $\text{CCl}_4$ .



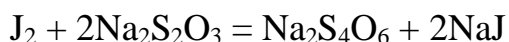
Йод плохо растворим в воде, но хорошо растворяется во многих органических растворителях – углеводородах, спиртах, сероуглероде, эфирах, галогенпроизводных углеводородов и др. Растворы йода в жидкостях, содержащих кислород (вода, спирты, эфиры), имеют желтый или бурый цвет. Растворы йода в сероуглероде, хлороформе, тетрахлорметане и углеводах окрашены в фиолетовый цвет. После перехода йода в органическую фазу водный раствор становится бледно-желтым, а органический растворитель – интенсивно окрашенным.

#### Экспериментальная часть

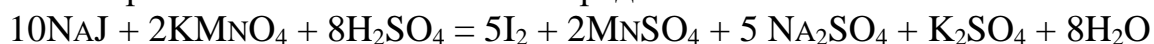
Йод в растворе находится в различных формах ( $\text{I}_2$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{IO}_3^-$  и др.). Перед экстракцией йод, находящийся в пробе воды в различных формах, переводится в молекулярный йод путем проведения окислительно-восстановительной реакции в присутствии  $\text{HNO}_3$ :



После экстракции слой  $\text{CCl}_4$  с молекулярным йодом сливают, добавляют в него восстановители, например  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , экстрагируют йод снова в водную фазу в виде ионов  $\text{I}^-$



После этого  $\text{I}^-$  ионы в водной фазе окисляют до свободного йода действием перманганата калия в кислой среде:



Выделившийся йод оттитровывают раствором тиосульфата натрия

#### **Реактивы и оборудование:**

1. 6 н раствор азотной кислоты  $\text{HNO}_3$ .
2. Четыреххлористый углерод  $\text{CCl}_4$ .
3.  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (кр.) или  $\text{NaHSO}_3$ .
4. 0,01 н раствор тиосульфата натрия  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .
5. 20%-й раствор серной кислоты  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .
6. 0,01 н раствор перманганата калия  $\text{KMnO}_4$ .
7. Крахмал.

#### **Приготовление реактивов:**

20%-й раствор серной кислоты – 123, 2 мл конц. кислоты + 876, 8 мл дистиллированной воды (или разбавить кислоту примерно в 5 раз).

0,01 н раствор тиосульфата натрия – из фиксанала и разбавить в 10 раз или: для приготовления 0,01 н раствора тиосульфата натрия ~ 2,48 г разбавляют в мерной колбе до 1 л, перемешивают.

0,1 н раствор перманганата калия – из фиксанала.

6 н раствор азотной кислоты – взять 455 мл азотной кислоты плотностью 1,37, разбавить дистиллированной водой до 1 л (или 372 мл плотностью 1,42).

Крахмал 0,5% – 0,5 г крахмала заварить 95 мл горячей воды.

Задача: смесь растворов KJ (20 г на 1 л воды) и  $\text{KJO}_3$  ( 10 г на 1 л воды).

### **Порядок проведения эксперимента**

100 мл анализируемого раствора помещают в делительную воронку на 500 мл, подкисляют 20 мл 6 н раствора  $\text{HNO}_3$ .

Затем в делительную воронку с анализируемым раствором вносят 5 мл экстрагента (органического реагента  $\text{CCl}_4$ ) и проводят экстракцию, встряхивая смесь в течение 2 минут.

После встряхивания делительную воронку ставят в штатив и дают возможность хорошо отстояться иделиться органической и водной фазам. Сливают органическую фазу в меньшую делительную воронку.

Экстракцию йода в водной фазе повторяют 2 – 3 раза и более малыми порциями экстрагента (5 – 10 мл) до полного прекращения окрашивания органической фазы.

После этого в маленькой делительной воронке проводят реэкстракцию йода из органической фазы в водную. Для этого в органическую добавляют 10 – 20 мл дистиллированной воды, 2 – 3 кристаллика тиосульфата натрия ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) и энергично встряхивают воронку в течение 2-х минут. Осветление органической свидетельствует о полноте реэкстракции. Затем слой  $\text{CCl}_4$  сливают.

Водную фазу сливают в коническую колбу на 250 мл, добавляют 1 мл раствора серной кислоты, 2 мл 0,1 н раствора  $\text{KMnO}_4$  и титруют 0,01 н

раствором  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  до соломенно-желтого цвета. Затем прибавляют 2 мл крахмала, в присутствии которого раствор окрасится в синий цвет, и осторожно продолжают титровать до обесцвечивания раствора от одной капли. Записывают объем раствора, пошедшего на титрование и рассчитывают количество йода, содержащееся в растворе:

$$P_{\text{J}_2} = \frac{C_{\text{HNa}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot \Xi_{\text{J}_2} \cdot V_{\text{колбы}}}{1000 \cdot V_{\text{пробы}}}, \text{ г}$$

**Вывод:** \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_

### Вопросы для подготовки к защите лабораторной работы

1. Дайте определение экстракции.
2. Экстрагент, экстракционный реагент, экстракционная система, рафинат.
3. Стадии жидкостной экстракции.
4. Кинетика экстракционных процессов.
5. Классы экстрагентов.
6. Химические связи в экстракционных процессах.
7. Требования к промышленным реагентам.
8. Что такое коэффициент разделения?
9. Области применения экстракционных процессов.
10. На чем основано выделение йода из водных растворов.
11. Методика проведения, порядок выполнения лабораторной работы, расчеты.

### Лабораторная работа 4 Хроматографический метод анализа

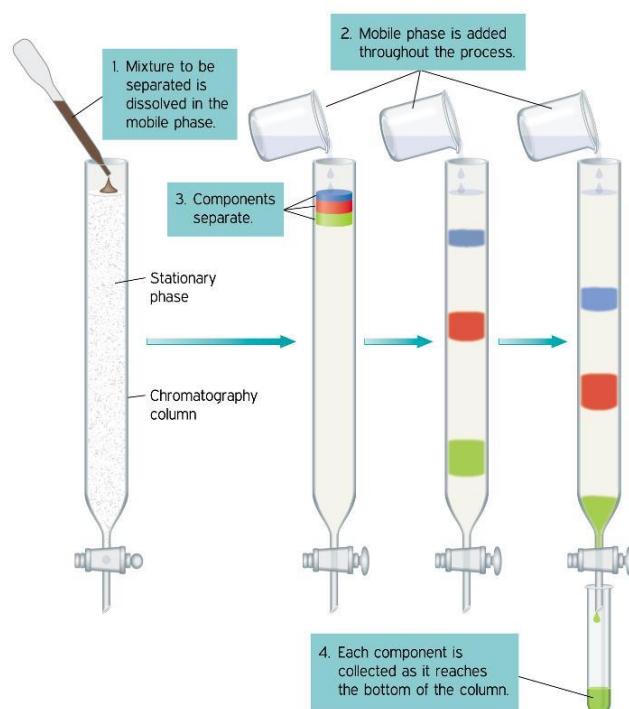
#### Опыт 1. Определение никеля методом осадочной хроматографии на бумаге

Хроматография - это метод разделения и анализа смесей веществ, основанный на различном распределении компонентов смеси между двумя несмешивающимися фазами - одна из которых должна быть подвижной, а другая неподвижной (ПФ, НФ). Смесь внедряется в ПФ при контакте с поверхностью НФ. Компоненты смеси распределяются между ПФ и НФ в соответствии с их свойствами (адсорбируемостью, растворимостью и др.). Устанавливается динамическое равновесие, вследствие чего молекулы разделяемой смеси часть времени находятся в НФ, а часть - в ПФ. Вдоль хроматографической системы движутся только те молекулы, которые находятся в ПФ. Разные вещества обладают различным сродством к ПФ и НФ. Вещество, сильнее взаимодействующее с НФ, будет медленнее двигаться через

хроматографическую систему по сравнению с веществом, слабее взаимодействующим с НФ.

Хроматографический метод является универсальным для разделения и анализа смесей веществ самой различной природы.

По механизму взаимодействия вещества и сорбента различают сорбционные методы, основанные на законах распределения, и гельфильтрационные (гельпроникающие), основанные на различии размеров молекул и разделяемых веществ. Наиболее многочисленны сорбционные методы: адсорбционные, распределительные, ионообменные и осадочные.



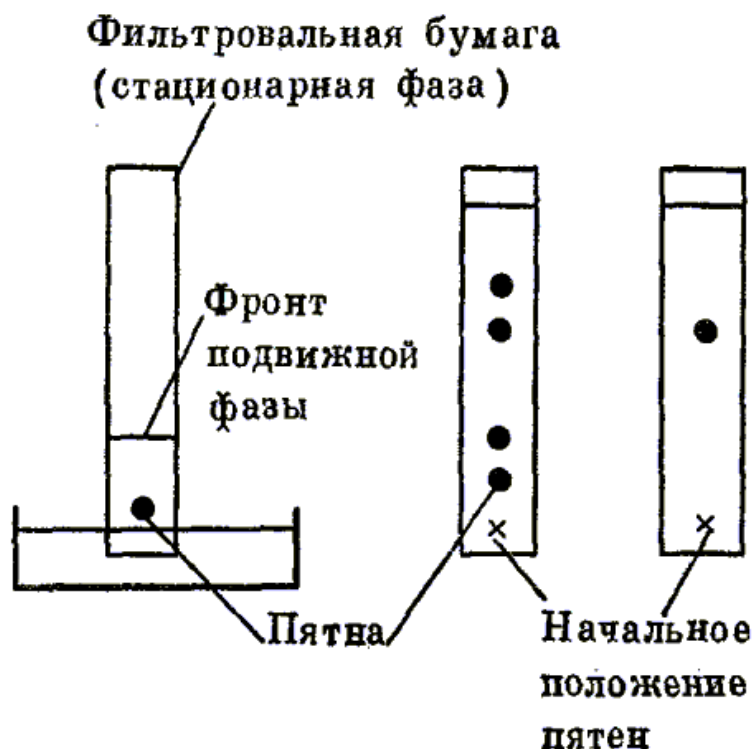
По признаку оформления метода различают колоночную и плоскостную хроматографии. В колоночном варианте НФ помещают внутрь хроматографической колонки, а в плоскостном наносят на плоскую поверхность инертного носителя (тонкослойная хроматография) или поверхность сама является НФ (бумажная хроматография).

### Экспериментальная часть

Цель работы: Показать, что осадочная хроматография на бумаге позволяет определять содержание неорганических катионов не только качественно, но и количественно. Определить количество ионов никеля в исследуемом растворе.

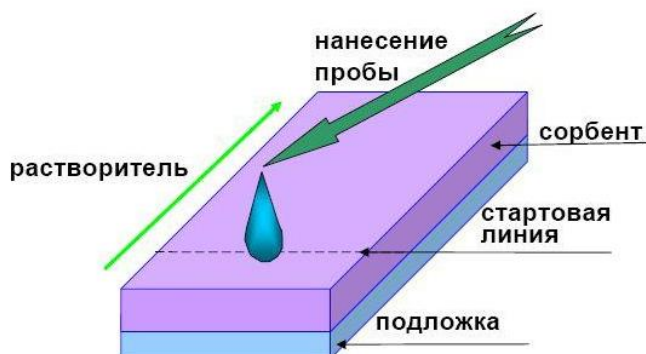
#### Опыт 1 Определение никеля методом осадочной хроматографии на бумаге

**Плоскостная** хроматография, когда разделение проводится на специальной бумаге (бумажная хроматография)



Либо в тонком слое сорбента (тонкослойная хроматография)

Подложка	+	Сорбент
- стекло		- силикагель
- пластмасса		- целлюлоза
- алюминий		- оксид алюминия



### Экспериментальная часть

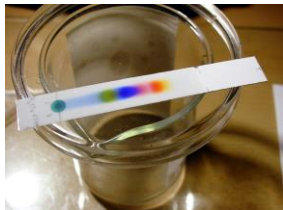
#### Цель работы:

Показать, что осадочная хроматография на бумаге позволяет определять содержание неорганических катионов не только качественно, но и количественно. Определить количество ионов никеля в исследуемом растворе.

#### Приборы и реактивы:

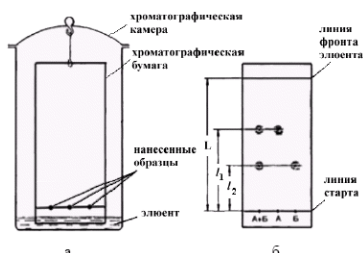
1. Камера для проявления (стакан на 500 мл, закрытый чашкой Петри); бумага, пропитанная диметилглиоксимом; часовое стекло; капилляр емкостью 0,001 мл; четыре склянки из-под пенициллина для стандартных растворов.

2. Четыре стандартных раствора соли никеля различной концентрации, этиловый спирт, глицерин.



### Сущность метода

Если фильтровальную бумагу пропитать осадителем, а затем на высушенную бумагу нанести каплю раствора, содержащего ион, образующий с осадителем нерастворимый осадок, то в месте нанесения капли раствора образуется окрашенное или неокрашенное пятно осадка. В случае, если в капле раствора содержится избыток иона, то этот избыток остается на бумаге. При



промывании этого пятна чистым растворителем избыточные ионы увлекаются им, переносятся по бумаге и реагируют с новыми порциями растворителя. При этом за движущимся по бумаге растворителем образуется окрашенный или неокрашенный след осадка в виде пика. Наблюдения показывают, что высота пика связана с количеством иона в растворе. Последнее свойство может быть положено в основу количественного определения ионов в растворе методом осадочной хроматографии на бумаге. С целью получения надежных результатов количественное определение производят путем сравнения высот пиков, полученных для исследуемого раствора, с высотами пиков, полученных для стандартных растворов в тех же условиях.

### Подготовка капилляра

Удобны капилляры емкостью 0,0015-0,0025мл. На часовое стекло наливают немного спирта. Набирают спирт в капилляр, прикасаясь узким концом капилляра к жидкости, слегка наклоняя его. Затем удаляют спирт из капилляра, прикасаясь капилляром к фильтровальной бумаге. Промывание капилляра спиртом повторяют 5-6 раз. Затем 2-3 раза капилляр промывают дистиллированной водой. Чистый капилляр заполняется мгновенно.



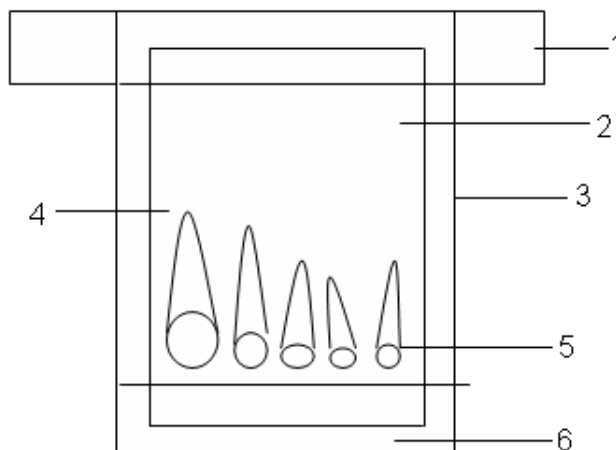
### Методика работы

На четыре чистых, сухих часовых стекла помещают соответственно по несколько капель стандартных растворов (концентрации даны); на пятое часовое стекло- несколько капель испытуемого раствора.

Промывают капилляр стандартным раствором меньшей концентрации. На хроматографическую бумагу, пропитанную диметилглиоксимом, наносят капилляром стандартные растворы, начиная с меньшей концентрации и раствор задачи так, чтобы расстояние между центрами образовавшихся пятен составляло 1,0-1,5см. Подсушивают.

В химический стакан емкостью 500 мл наливают примерно 25-30 мл растворителя - 12%-ного водного раствора глицерина. Опускают хроматографическую бумагу в проявитель так, чтобы пятна находились выше уровня проявителя на 2 см.

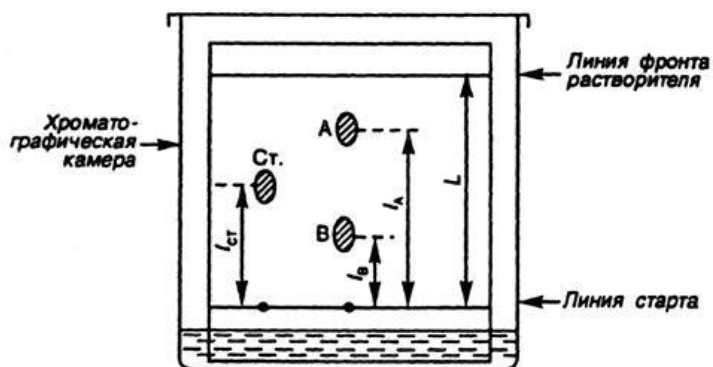
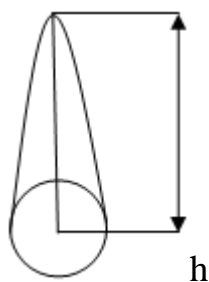
### Камера для проявления хроматограммы



- 1- крышка камеры (чашка Петри)
- 2- фронт растворителя
- 3-стакан
- 4- бумага
- 5- пятна, образованные осадками
- 6- растворитель

После проявления (время может быть различное) хроматограмму высушивают и измеряют высоты образовавшихся окрашенных пиков.



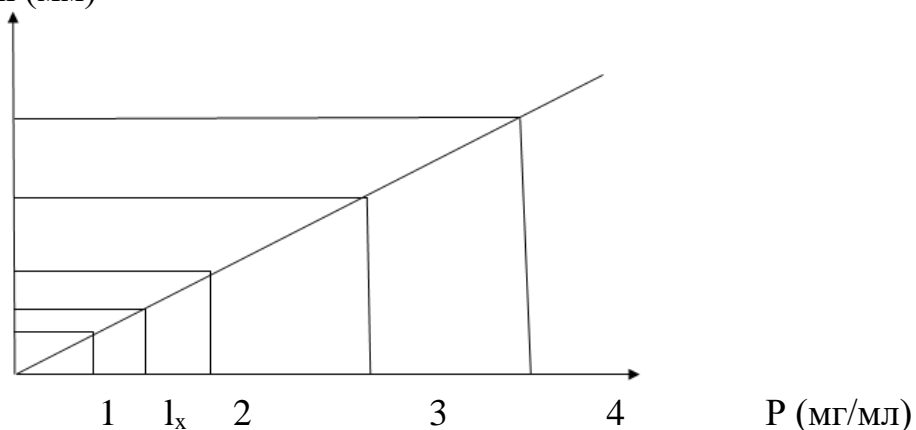


**Таблица. Результаты эксперимента**

№ п/п	Концентрация раствора, мг/мл	Высота пиков, h мм
<u>1</u>	-	-
<u>2</u>	-	-
<u>3</u>	-	-
<u>4</u>	-	-
<u>исследуемый</u>	-	-

По полученным данным строят калибровочный график:

h (мм)



Измеряют высоту пика для исследуемого раствора и по калибровочному графику определяют содержание никеля в задаче.

Заключение: Концентрация анализируемого раствора равна ....

**Опыт 2 Разделение железа (III) и меди (II) с помощью хроматографии на бумаге**

Хроматография на бумаге – разновидность метода распределительной хроматографии. Носителем для неподвижного растворителя служит при этом фильтровальная бумага, а не колонка с сорбентом. Разделение смесей веществ или ионов с помощью хроматографии на бумаге основано на различной скорости движения компонентов, которую характеризуют коэффициентом движения  $R_f$ . Коэффициенты движения ионов вычисляют по формуле:

$$R_f = V/V' = h / h'$$

где  $V$  – скорость движения зоны иона по бумаге;  $V'$  – скорость движения фронта подвижного растворителя;  $h$  – расстояние, пройденное зоной иона по бумаге;  $h'$  – расстояние, пройденное растворителем. Под фронтом растворителя понимают видимую границу распространения растворителя по бумаге.

Коэффициент движения каждого катиона – постоянная величина, не зависящая от концентрации анализируемого раствора, температуры, присутствия других катионов и природы аниона, с которым связан изучаемый катион. Однако величина зависит от состава и свойств используемого подвижного растворителя, а также от сорта хроматографической бумаги. Чем больше величина тем быстрее и дальше продвигается катион по бумаге и тем лучше отделяется он от другого катиона с низким коэффициентом движения.

У катионов  $Fe^{3+}$  и  $Cu^{2+}$  коэффициенты движения значительно отличаются по величине. Поэтому удастся четкое разделение их на бумаге. Особенно просто и удобно разделение ионов с помощью круговых хроматограмм. Хроматографическими камерами при этом служат эксикаторы.

**Экспериментальная часть** Цель работы: познакомиться с хроматографическим методом разделения ионов.

**Приборы и реактивы:** круглый обеззоленный фильтр «синяя лента»; микропипетка; анализируемый раствор содержащий ионы  $Fe^{3+}$  и  $Cu^{2+}$ , хроматографическая камера (эксикатор); кристаллизатор с растворителем (смесь 90% этанола и 5М HCl), раствор  $K_4[Fe(CN)_6]$  -ный.

Ход определения: возьмите круглый обеззоленный фильтр «синяя лента». Простым карандашом начертите «фитиль» длиной 40 мм и шириной 4 мм.

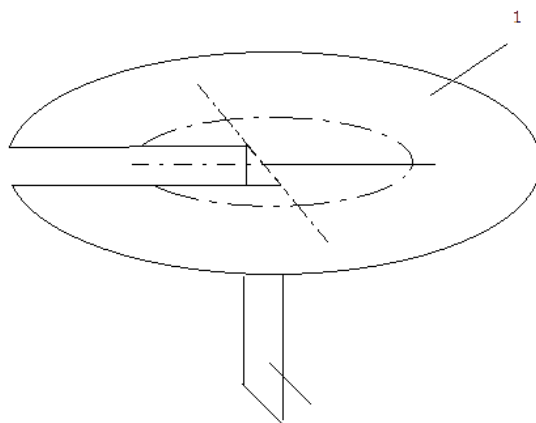


Рис. Бумага для круговой хроматограммы:

1 - круглый фильтр; 2 – «фитиль», погруженный в растворитель: А – место нанесения анализируемого раствора

На центр фильтра нанесите микропипеткой 0,05 мл раствора, содержащего катионы  $\text{Fe}^{3+}$  и  $\text{Cu}^{2+}$  (в количестве 20 – 50 мкг каждого). Раствор не выливайте на фильтр, а постепенно выпускайте его из пипетки, чтобы впитывание происходило за счет капиллярных сил бумаги. Образовавшееся первоначальное пятно осторожно обведите простым карандашом, т.е. фиксируйте его положение на бумаге. Дайте фильтру высохнуть и вырежьте «фитиль».

Затем откройте эксикатор (т.е. хроматографическую камеру), поставьте в него кристаллизатор в котором налит растворитель. Положите фильтр сверху на кристаллизатор, следя при этом, чтобы «фитиль» был погружен в растворитель. В качестве растворителя используйте смесь с массовыми долями этанола 90% и 5М  $\text{HCl}$  (по объему); кислоту добавляют к органическому растворителю, чтобы предотвратить адсорбцию ионов бумагой.

Закройте эксикатор крышкой и оставьте на некоторое время для размывания первичной хроматограммы растворителем. После этого достаньте фильтр из эксикатора, отметьте карандашом границы фронта растворителя и дайте растворителю испариться.

Для проявления зон локализации ионов  $\text{Fe}^{3+}$  и  $\text{Cu}^{2+}$  опрысните фильтр раствором  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  из пульверизатора. В результате на хроматограмме проявляется синяя кольцевая зона  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$  и коричневая кольцевая зона  $\text{Cu}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ .

По ширине зоны локализации катиона иногда удается судить о концентрации его в исследуемом растворе.

Вычислите по формуле коэффициенты движения для катионов  $\text{Fe}^{3+}$  и  $\text{Cu}^{2+}$ . Началом пути обоих катионов считайте наружную границу первоначального пятна (отмеченную карандашом), а концом пути – наружные границы образовавшихся после проявления кольцевых зон ионов. Расстояние, пройденное фронтом растворителя, считайте от центра хроматограммы, т.е. от центра фильтра.

### **Контрольные вопросы:**

1. В чем сущность методов хроматографии?
2. В чем сущность хроматографического разделения по методу: а) газо – адсорбционной хроматографии; б) газо – жидкостной хроматографии; в) распределительной жидкостной хроматографии; г) осадочной хроматографии; д) тонкослойной хроматографии; е) ионообменной хроматографии; ж) молекулярно – ситовой хроматографии?
3. Каковы области применения, достоинства и недостатки методов адсорбционной хроматографии?

4. Какие требования предъявляются к адсорбентам и растворителям? Назовите наиболее распространенные растворители и адсорбенты в жидкостной хроматографии.

### **Лабораторная работа 5 Очистка твердых органических соединений методом перекристаллизации**

Этот метод является самым универсальным и основывается на различной растворимости составных частей смеси. Очень важное значение имеет правильный подбор растворителя. При использовании высокотемпературной перекристаллизации вещество должно ограниченно растворяться в выбранном растворителе на холоде и хорошо при нагревании.

Обычно кривая растворимости вблизи точки кипения растворителя резко поднимается вверх. Растворитель не должен реагировать с веществом и легко удаляться при высушивании кристаллов. Если в используемой методике нет четких рекомендаций по проведению перекристаллизации, то подобрать подходящий растворитель вам помогут справочные данные по растворимости исследуемого вещества. Окончательный выбор растворителя можно произвести опытным путем.

Чтобы перекристаллизовать какое-либо вещество, его взвешенное количество помещают в круглодонную колбу, снабженную обратным холодильником (если растворителем служит вода, то обратный холодильник не нужен). В колбу следует также поместить 2-3 кусочка битого фарфора («кипелки») для обеспечения равномерного кипения раствора при последующем нагревании. В колбу вливают растворитель в несколько меньшем количестве, чем это необходимо для полного растворения вещества, и нагревают смесь до кипения. Затем через обратный холодильник осторожно маленькими порциями добавляют такое количество растворителя, чтобы при кипячении все вещество полностью растворилось.

Полученный горячий насыщенный раствор следует профильтровать, если раствор мутный и содержит нерастворимые примеси. Эту операцию следует проводить быстро, чтобы во время фильтрования не произошло существенное охлаждение и не началось выпадение кристаллов. Можно воспользоваться воронкой для горячего фильтрования или сделать складчатый фильтр. После этого горячий прозрачный раствор охлаждают для обеспечения условий кристаллизации.

Кристаллическое вещество отделяют от маточного раствора фильтрованием (удобнее всего воспользоваться воронкой Бюхнера и выполнить фильтрование под вакуумом). На фильтре кристаллы промывают 2-3 раза небольшим количеством холодного растворителя и слегка просушивают (2-3 мин). Осадок переносят на фильтровальную бумагу или в склянку и сушат в зависимости от свойств вещества или на воздухе (рекомендуется прикрыть кристаллы сверху фильтровальной бумагой) или в сушильном шкафу. В последнем случае температура сушильного шкафа выставляется на 30-50° С ниже температуры плавления данного вещества.

Задача лабораторной работы: получить  $m$  г чистого дихромата калия методом перекристаллизации. Значение  $m$  указывается преподавателем каждому учащемуся. Перед выполнением лабораторной работы необходимо выполнить предварительные расчеты.

*Предварительные расчеты (пример при  $m = 10$  г):*

Необходимо рассчитать количество соли (в г) и воды (в мл), которые потребуются для получения 10 г чистого вещества. Перекристаллизацию проводят при нагревании до 60 °С и охлаждении раствора до 20°С.

1. Используя справочную литературу, по таблице растворимости солей при различных температурах определяем растворимость дихромата калия при 20 С и при 60 С. Растворимость при 20 С составляет 11,1 г соли в 100 г раствора, при 60 С – 31,2 г в 100 г раствора.

2. Вычислим количество соли, которое можно получить при охлаждении до 20 С 100 г раствора, насыщенного при 60 С: при 60 С в насыщенном растворе содержится 31,2 г соли и 68,8 г воды (100 – 31,2), при охлаждении этого раствора до 20 С количество воды останется неизменным – 68,8 г, а 31,2 г соли распределятся между раствором, насыщенным при 20 С, и осадком. Определим количество соли, которое останется в растворе. При 20 С насыщенный раствор массой 100 г содержит 11,1 г соли и 88,9 г воды. Составим пропорцию:

11,1 г соли растворятся в 88,9 г воды,

$m$  г соли растворяется в 68,8 г воды, тогда

$$m = \frac{11,1 \cdot 68,8}{88,9} = 8,6 \quad (\text{г});$$

следовательно, в растворе останется:

$$m(\text{соли})_{\text{р-р}} = m(\text{соли})_{\text{исх.}} - m(\text{соли})_{\text{осадок}} = 31,2 - 8,6 = 22,6 \quad (\text{г}).$$

Таким образом, при охлаждении до 20 °С 100 г раствора, насыщенного при 60 °С, содержащего 31,2 г соли и 68,8 г воды, образуется 22,6 г осадка (чистой соли).

3. Вычислим количество соли и воды, необходимых для получения 10 г чистой соли. Составим пропорции:

если взять 31,2 г соли, образуется 22,6 г осадка,

если взять  $m_1$  г соли, образуется 10 г осадка, тогда

$$m_1 = \frac{10 \cdot 31,2}{22,6} = 13,8 \quad (\text{г});$$

если взять 68,8 г воды, образуется 22,6 г осадка,

если взять  $m_2$  г воды, образуется 10 г осадка, тогда

$$m_2 = \frac{10 \cdot 68,8}{22,6} = 30,4 \quad (\text{г}).$$

Вычислим объем воды. Плотность воды равна 1 г/мл, следовательно:

$$V = \frac{m}{\rho} = \frac{30,4}{1} = 30,4 \quad (\text{мл}).$$

Таким образом, для получения 10 г чистой соли необходимо взять 13,8 г дихромата калия и 30,4 мл воды. К массе соли добавим 10 %, учитывая массу содержащихся примесей:

$$m(\text{соли}) = 13,8 + 0,1 \cdot 13,8 = 15,2 \text{ (г)}.$$

### Порядок выполнения работы

#### Опыт 1 Перекристаллизация неорганической соли.

1. Наливаем в стакан отмеренное мерным цилиндром рассчитанное количество воды.
  2. Взвешиваем на весах рассчитанное количество соли.
  3. Растираем соль в фарфоровой ступке.
  4. Помещаем растертую соль в стакан с водой и нагреваем раствор почти до кипения на электрической плитке с асбестовой сеткой, перемешивая стеклянной палочкой.
  5. Полученный раствор отфильтровываем через фильтр, используя воронку для горячего фильтрования для удаления нерастворимых примесей.
  6. Охлаждаем полученный раствор до 20 °С.
  7. Выпавшие кристаллы отфильтровываем через предварительно взвешенный фильтр.
  8. Несколько кристалликов полученной соли растворяем в 2 мл дистиллированной воды и добавляем 1–2 капли раствора нитрата серебра для определения наличия хлоридов.
  9. Несколько кристалликов полученной соли растворяем в 2 мл дистиллированной воды и добавляем 1–2 капли раствора хлорида бария для определения наличия сульфатов.
  10. Если образуются осадки хлорида серебра и/или сульфата бария, то проводим повторную перекристаллизацию, предварительно рассчитав количество воды, необходимое для приготовления насыщенного при 60 °С раствора, содержащего полученную массу соли.
  11. Перекристаллизированный чистый дихромат калия на фильтре помещаем в фарфоровую чашку и высушиваем в сушильном шкафу при 60 °С до постоянной массы (взвешивание проводим каждые 15–20 минут, если после 2 взвешиваний масса не изменилась, то соль высушена).
  12. Определяем массу полученной соли, отняв из массы соли с фильтром массу фильтра.
  13. Рассчитываем практический выход:
 
$$\eta = \frac{m_{\text{экспер.}}}{m_{\text{теор.}}} \cdot 100\% = \frac{m_{\text{экспер.}}}{10} \cdot 100\%.$$
- Выход должен составлять не менее 80 %.
- Делаем общий вывод по работе.

#### Опыт 2 Перекристаллизация органического вещества.

Реактивы: растворители, вода, очищаемое вещество.

Оборудование: стакан, колба, воронка, фильтр.

1. Перед тем как начать подбор растворителя, определяют температуру плавления вещества, подлежащего перекристаллизации. Это определение проводят для оценки изменения температуры плавления после перекристаллизации.

2. Затем в пробирку помещают 10-15 мг вещества и приливают 3-4 капли растворителя. Если вещество сразу растворяется, то такой растворитель не может быть использован для кристаллизации. Если вещество плохо растворяется, в пробирку добавляют еще 0,2-0,8 мл растворителя и нагревают содержимое пробирки до кипения.

3. Горячий фильтрат фильтруют и охлаждают. Для более полного выпадения осадка охлаждение можно вести в бане с ледяной водой или в холодильнике.

4. Выпавший осадок отфильтровывают, сушат, взвешивают и определяют температуру плавления. Если температура плавления повысилась, а потери перекристаллизации не превышают 20%, то такой растворитель можно признать пригодным для проведения кристаллизации основной массы вещества.

При перекристаллизации имеет значение выражение "подобное растворяется в подобном". Однако это не означает, что можно хорошо перекристаллизовать "подобное из подобного". Часто можно изменять растворяющие способности растворителя, добавляя к нему другой, "неподобный" растворитель. Если подходящий растворитель подобрать не удастся, то пользуются смесью растворителей, из которых один хорошо, а другой плохо растворяет очищаемое вещество. При этом чаще применяют разбавленный спирт, смесь бензола и предельных углеводородов, эфира и хлороформа и др.

После того как подобран растворитель, очищаемое вещество растворяют при нагревании и горячим отфильтровывают. Фильтрату дают охладиться для кристаллизации. Выпавшие кристаллы отфильтровывают и сушат.

**Задание.** Перекристаллизовать 1 г загрязненного вещества, которое выдается преподавателем. Осадок отфильтровывают, высушивают, определяют температуру плавления и выход чистого вещества. Очищенное вещество сдают преподавателю. (Бензойная кислота)

### **Контрольные вопросы.**

1. Что такое перекристаллизация? Какова последовательность проводимых операций при перекристаллизации?
2. Какому эмпирическому правилу должен удовлетворять растворитель для перекристаллизации? Расшифровать смысл этого правила.
3. Каким требованиям должен отвечать применяемый растворитель?
4. Перечислить наиболее часто применяемые для перекристаллизации растворители, подразделяя их на «протонные» и «апротонные», «полярные» и «неполярные».

5. Какой должна быть установка для перекристаллизации в том случае, когда растворителем является: а) вода; б) высококипящий растворитель; в) низкокипящий растворитель?
6. Как на практике определить количество необходимого растворителя?
7. Что такое декантация?
8. Что такое фильтрация? Что такое маточным раствор?
9. Что собой представляет воронка для горячего фильтрования? В каких случаях она применяется?
10. Что необходимо предпринять в случае сильно разбавленного раствора при перекристаллизации в случае, когда растворителем является: а) вода; б) органический растворитель?
11. Какие существуют приемы для ускорения процесса кристаллизации?
12. Почему нельзя быстро охлаждать раствор, желая выделить кристаллы?
13. Как регенерировать растворители после перекристаллизации?
14. Что представляет собой активированный уголь? В каких случаях он применяется при перекристаллизации?
15. Что является критерием чистоты твердого соединения?
16. Что такое температура плавления?
17. Что такое проба смешения?

## **Лабораторная работа 6. Разделение жидкостей методом перегонки.**

Перегонкой называют процесс, в ходе которого вещество нагревают в соответствующем приборе до кипения и образовавшийся пар конденсируют.

Целью перегонки является: удаление растворителей, разделение нескольких продуктов реакции, имеющих различные температуры кипения, очистка жидких веществ от примесей, определение температуры кипения вещества с целью идентификации и контроля степени её чистоты.

Способы перегонки подразделяются на две группы: простая перегонка и ректификация. По условиям проведения различают три вида перегонки: при атмосферном давлении, при уменьшенном давлении (перегонка под вакуумом) и с водяным паром.

Над всеми жидкостями в результате их испарения устанавливается равновесие между жидкостью и паром, следовательно, определенное давление пара. Разделение жидкости возможно тогда, когда образующийся при перегонке пар имеет другой состав по сравнению с жидкостью. Согласно первому закону Коновалова, в двух компонентной системе пар, по сравнению с находящейся с ним в равновесии жидкостью, обогащен более летучим компонентом. Пары поднимаются, омывают шарик термометра. С его помощью следят за температурой паров. Пары отводятся в холодильник, где они конденсируются, и конденсат поступает в приёмник. При простой перегонке пар и конденсат перемещаются в одном направлении. Некоторые жидкости при



определенных соотношениях образуют смеси, при перегонке которых состав пара не отличается от состава жидкости, и они перегоняются без разделения.

Их называют азеотропами. Примером является спирт-ректификат-этиловый спирт имеющий температуру кипения  $73,15^{\circ}\text{C}$  (т.кип. чистого спирта  $78,3^{\circ}\text{C}$ ). Величина давления пара зависит от температуры и от природы перегоняемой жидкости. С повышением температуры давление пара растёт. На рис.1 приведен график зависимости равновесного давления пара от температуры для некоторых веществ. По нему можно определить температуру кипения вещества при различных давлениях. Для этого от точки ординаты, соответствующей определенному значению давления, проводят горизонтальную линию. Пересечение этой линии с кривой давления пара соответствует температуре кипения вещества. Так, если на этом графике провести горизонтальные линии от точек, соответствующих давлениям 760 и 200мм рт.ст., то температура кипения диэтилового эфира, этилового спирта и воды при этих давлениях окажутся равными  $36^{\circ}\text{C}$  и  $0^{\circ}\text{C}$ ,  $78^{\circ}\text{C}$  и  $50^{\circ}\text{C}$ ,  $100^{\circ}\text{C}$  и  $66^{\circ}\text{C}$ , соответственно. Эти данные свидетельствуют о том, что при понижении давления температуры кипения вещества понижаются. Экспериментально установлено, что при понижении давления вдвое температура кипения понижается на  $15^{\circ}\text{C}$ .

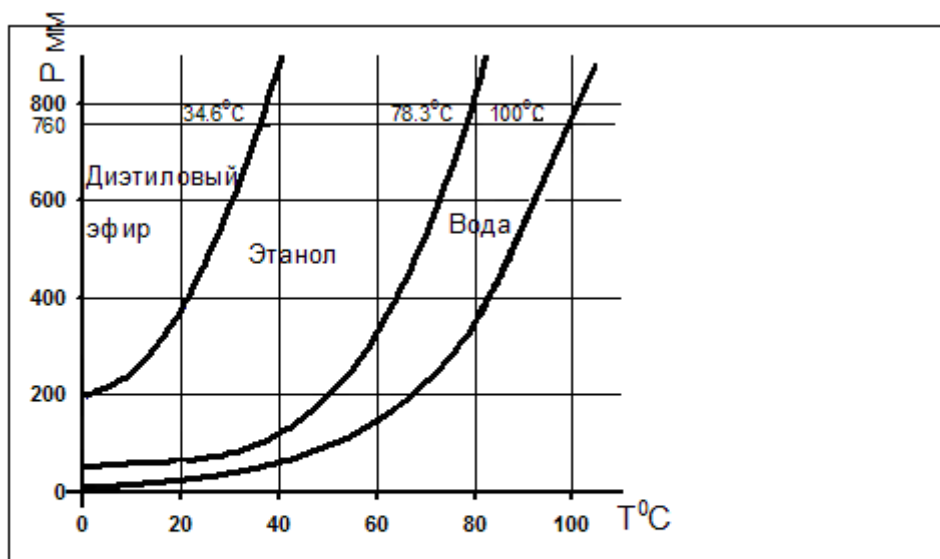


Рис.1. Зависимость равновесного давления паров воды, этанола, диэтилового эфира от температуры

Выполнение работы по перегонке условно можно разделить на пять этапов:

1. Подготовка и сборка прибора, взвешивание приемников
2. Перегонка при атмосферном давлении
3. Разбор установки, взвешивание приемников с веществами.
4. Оценка степени чистоты выделенных перегонкой веществ.
5. Оформление отчета по работе.

Прибор для простой перегонки при атмосферном давлении показан на рис.2

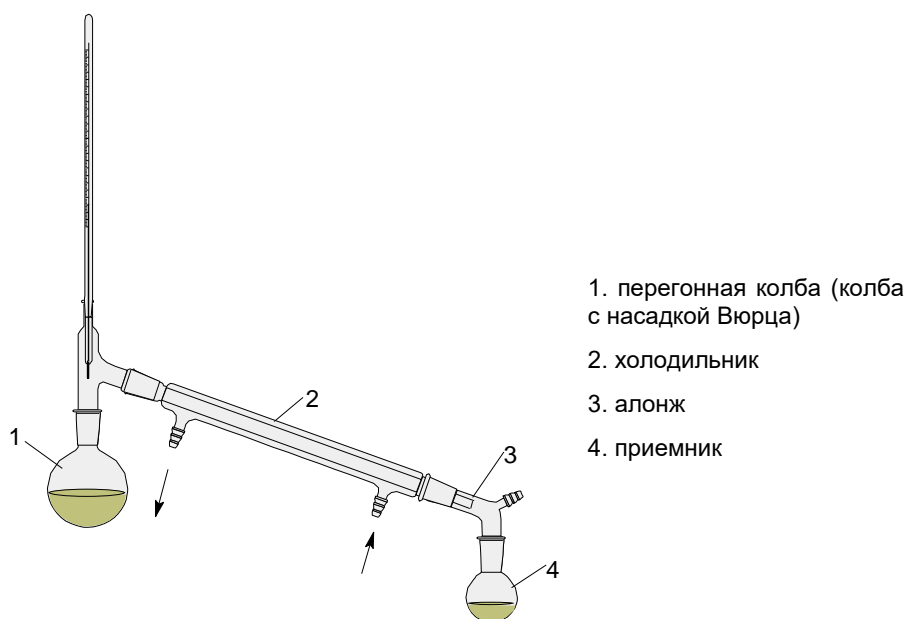


Рис. 2. Установка для перегонки под атмосферным давлением.

Для перегонки низкокипящих веществ используется колба Вюрца с высокой пароотводной трубкой (рис.3а), а для высококипящих – с низкой пароотводной трубкой (рис.3б). При правильной установке термометра, его ртутный шарик должен находиться на 0.5 см ниже отверстия отводной трубки (рис.3а). При таком положении ртутный шарик полностью омывается парами перегоняемой жидкости, а термометр показывает температуру отводных паров.

Наклонный холодильник, из которого конденсат направляется в приёмник, называется нисходящим. Если температура перегоняемой жидкости ниже  $120^{\circ}\text{C}$ , используется холодильник с водяной рубашкой (холодильник Либиха). При перегонке жидкостей, кипящих выше  $120^{\circ}\text{C}$ , используется воздушный холодильник. Для большинства жидкостей характерна склонность к перегреву, т.е. они нагреваются несколько выше температуры своего кипения и закипают с сильным толчком. Для устранения этого явления в перегонную колбу помещают «кипелки» - маленькие кусочки фосфора или прокаленного кирпича.

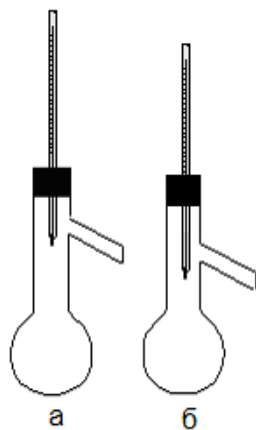


Рис.3. Перегонная колба Вюрца с термометром. Правильная установка термометра в перегонной колбе

Начало перегонки, т.е. температура начала отгонки первой фракции определяется по падению первой капли дистиллята в приемную колбу. По достижении температуры кипения основного вещества, производят смену приемника и отбирают основную фракцию при постоянной температуре или в узком интервале 1.0-1.5°C. В журнале эту температуру (рис.4,  $t_1$ ) отмечают как конечную температуру отгонки первой – «головной» фракции и как начальную температуру сбора второй – основной фракции. Если в перегоняемой жидкости содержатся высококипящие примеси, то они попадают в третью - хвостовую фракцию.

Когда температура кипения примеси и основного вещества не сильно различаются (менее 40°C), то при постоянной скорости отгонки начинается медленный подъём температуры отходящих паров. Приёмную колбу меняют на новую и собирают третью фракцию. Температуру (рис.4,  $t_2$ ) при которой производят смену приемников, в журнале отмечают как конечную температуру отгонки второй фракции и как начальную температуру сбора третьей фракции.

Если температуры кипения примеси и основного вещества различаются больше, чем на 40°C, при постоянной температуре бани скорость отгона уменьшается, а температура перегонки падает. Но максимальную температуру отгона основного вещества принимают за конечную температуру отгона второй и начальную температуру отгона третьей фракции. При постепенном увеличении интенсивности нагрева, начинается резкий подъём температуры отходящих паров. Производят смену приёмников и собирают третью - хвостовую фракцию. В обоих случаях максимальную температуру отгона третьей фракции принимают за конечную температуру перегонки (рис.4  $t_3$ °C). На рис.4 графически представлен возможный ход перегонки.

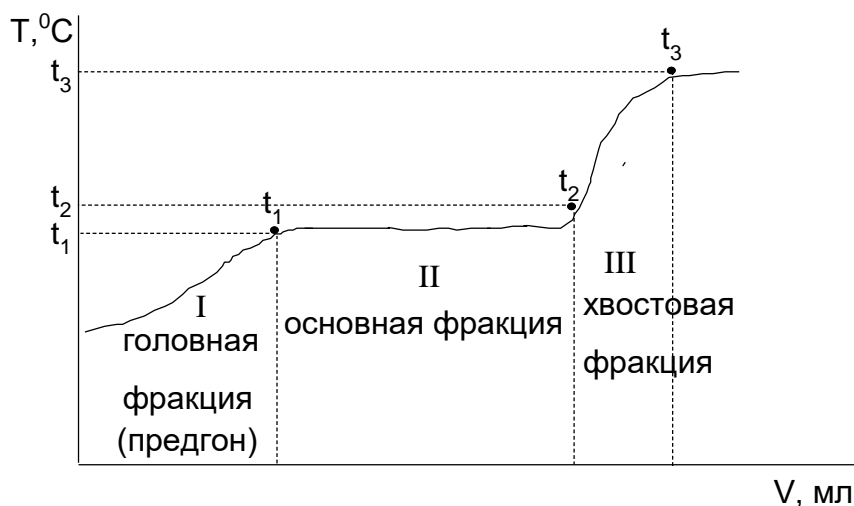


Рис.4. График зависимости объема дистиллята от температуры перегонки

Перегонную колбу в зависимости от температуры кипения перегоняемого вещества можно нагревать на водяной, масляной, песчаной или воздушной бане. Скорость перегонки регулируют изменением температуры нагревания бани. Скорость поступления дистиллята в приемник не должна

превышать 1-2 капли в секунду. Для этого температура в бане на 25-30°C должна быть выше температуры перегонки.

Перегонку нельзя проводить досуха, так как возможно интенсивное термическое разложение остатка. Ёе заканчивают, когда на дне перегонной колбы останется ~ 0.5 мл жидкости.

Оценить степень чистоты перегнанного вещества можно по значению показателя преломления, по данным ИК-и ПМР-спектроскопии.

## **II. Учебные вопросы:**

1. Какой процесс называют перегонкой?
2. Перечислите основные цели перегонки.
3. Первый закон П.Д.Коновалова.
4. Что такое азеотропные смеси?
5. Дайте определение температуры кипения вещества. Как температура кипения зависит от давления? Как такая зависимость изменяется в процессе перегонки?
6. Какие основные виды перегонки вам известны?
7. Каковы основные этапы процесса перегонки?
8. Из каких основных частей состоит прибор для перегонки при атмосферном давлении?
9. В каких случаях используется холодильник с водяным охлаждением (Либиха), а в каких – с воздушным?
10. Что такое перегрев жидкости и как его предотвратить?
11. Как фиксируют температуру кипения отдельных фракций?
12. С какой скоростью проводят перегонку? Как изменяют интенсивность нагрева перегонной колбы в ходе перегонки?
13. Какой порядок разбора установки после перегонки?
14. По каким физическим константам определяют степень чистоты вещества?

## **III. Задание.**

Очистить органическое вещество (гексан – т.кип. 68°C; ацетон – т.кип. 56°C; толуол – т.кип. 110°C) от примесей методом простой перегонки при атмосферном давлении.

## **IV. Меры предосторожности при работе:**

1. Многие органические вещества являются огнеопасными. Особенно легко загораются летучие органические растворители (ЛВЖ – легко воспламеняющиеся жидкости): ацетон – т.кип. 56.2°C, диэтиловый эфир – т.кип. 34.5°C, этиловый спирт – т.кип. 78.1°C, гексан – т.кип. 68°C, толуол – т.кип. 110.8°C. При работе с огнеопасными веществами необходимо помнить следующее: а) не держать ЛВЖ вблизи огня и нагревательных приборов; б) не нагревать их на открытом огне, сетке, в открытых сосудах, а нагревать только на водяной бане в посуде, снабженной водяным холодильником.

2. Все соединения в приборе должны быть герметичными.
3. «Кипелки» можно вносить только в холодную жидкость. Внесение их в перегретую жидкость вызывает *бурное парообразование, приводящее к выбросу содержимого колбы!!!*
4. Перегонку заканчивают тогда, когда в колбе остается около 0.5 мл жидкости, в противном случае возможна термическая деструкция остатка.
5. При поднятии или опускании горячей бани под кольцо, на котором находится баня, необходимо подложить керамическую плитку.
6. После полного охлаждения оставшуюся в перегонной колбе жидкость выливают в склянку для отходов, которая находится в вытяжном шкафу.

## V. Выполнение работы

Реактивы: жидкое вещество, загрязненное примесями;

Посуда: перегонная колба (Вюрца или с насадкой Вюрца) на 50-100 мл, холодильник Либиха или воздушный холодильник, алонж, приемники на 50-100 мл, химический термометр до 150°C или 250°C, бани для нагрева (водяная, воздушная или воронка Бабо, песчаная и масляная).

### Этап 1. Подготовка и сборка приборов.

1. Сушат посуду.
2. Собирают прибор (рис.1) в следующей последовательности: а) верхнюю часть перегонной колбы закрепляют на штативе двухлепесковой лапкой; б) холодильник закрепляют за середину на штативе трёхлепесковой лапкой; в) холодильник при помощи алонжа соединяют с приёмником (для уменьшения потерь вещества за счёт испарения дистиллята). В качестве приёмников используют плоскодонные или круглодонные колбы.

### Этап 2. Перегонка при атмосферном давлении.

1. Отмеривают или взвешивают очищаемое вещество.
2. В горловину перегонной колбы вставляют химическую воронку, нижний конец которой должен находиться ниже бокового отвода колбы. Через воронку наливают жидкость, объем которой должен быть не более 2/3 объёма перегонной колбы.
3. В перегонную колбу вносят «кипелки» (кусочки фарфора или прокаленного кирпича) для равномерного кипения и для предотвращения перегрева жидкости.
4. В горловину перегонной колбы вставляют термометр. Его устанавливают таким образом, чтобы ртутный шарик термометра находился на 0.5 см ниже боковой трубки (см. рис.3а).
5. Содержимое колбы медленно нагревают до кипения. Начало перегонки фиксируют по падению первой капли в приёмник.
6. Нагревание продолжают так, чтобы скорость перегонки составляла 1-2 капли дистиллята в секунду. Собирают отдельные фракции, фиксируя в журнале начальные и конечные температуры их отбора.

7. Перегонку заканчивают тогда, когда на дне перегонной колбы останется около 0.5 мл жидкости. Оставшуюся в колбе жидкость после охлаждения выливают в склянку для отходов, которая находится в вытяжном шкафу.

Этап 3. Разборка установки. Взвешивание приемников с веществами.

1. После окончания перегонки выключают газ, убирают баню, (см. меры предосторожности) и разбирают установку, начиная с приемника.
2. Измеряют объём или вес дистиллята и определяют практический выход в граммах, а затем рассчитывают практический выход в процентах от теоретического.
3.  $W\%_{(практ.)} = \frac{\text{масса практическая в граммах} \cdot 100\%}{\text{масса теоретическая в граммах}}$

Этап 4. Оценка степени чистоты выделенного продукта

Чистота полученного продукта может быть определена: а) по плотности; б) по показателю преломления; в) по ИК- и ЯМР спектрам, г) по температуре кипения.

#### Литературные данные

У/В	т.кип. °С	$d_4^{20}$	$n_D^{20}$
ацетон			
толуол			
гексан			

Этап 5. Выполнение отчета

#### ИСПОЛЬЗОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Органикум: в 2-х т. : пер. с нем. – М.: Мир, 2008. –Т.1. – 504 с.; Т.2. – 488с.
2. Агрономов, А.Е. Лабораторные работы в органическом практикуме / А.Е. Агрономов, Ю.С. Шабаров. – М. : Химия, 1974. – с. 224-241.
3. Артемьева, Н.Н. Руководство к лабораторным занятиям по органической химии: учеб. Пособие для вузов / Н.Н. Артемьева [и др.]; под ред. Н.А. Тюкавкиной. – 4-е изд., стер. – М. : Дрофа, 2009. – 383с.
4. Грандберг, И. И. Органическая химия. Практические работы и семинарские занятия : учебное пособие / И. И. Грандберг, Н. Л. Нам. — 7-е изд., стер. — Санкт-Петербург : Лань, 2019. — 360 с. — ISBN 978-5-8114-3902-7. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: <https://e.lanbook.com/book/121459>.
5. Акимова, Т. И. Органическая химия. Лабораторные работы : учебное пособие для спо / Т. И. Акимова, Л. Н. Дончак, Н. П. Багрина. — Санкт-

Петербург : Лань, 2020. — 164 с. — ISBN 978-5-8114-5793-9. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: <https://e.lanbook.com/book/146661>.

6. Артеменко, А. И. Практикум по органической химии для студентов строительных специальностей вузов : учебное пособие / А. И. Артеменко, И. В. Тикунова, Е. К. Ануфриев. — 4-е изд., испр. — Санкт-Петербург : Лань, 2022. — 192 с. — ISBN 978-5-8114-1663-9. — Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. — URL: <https://e.lanbook.com/book/211538>.