Энгельсский технологический институт (филиал) федерального государственного
бюджетного образовательного учреждения
высшего образования
«Саратовский государственный технический университет имени Гагарина
Ю.А.»

Кафедра «Естественные и математические науки»

ХИМИЯ НЕФТИ И ГАЗА

Методические указания к практическим занятиям
для студентов направления

23.03.01 «Нефтегазовое дело»

очной и очно-заочной формы обучения

Энгельс 2024

Методические указания к практической работе «Перегонка при атмосферном давлении»

Содержание

Лабораторная работа 5
ПЕРЕГОНКА ПРИ АТМОСФЕРНОМ ДАВЛЕНИИ 5
МЕТОДИКА И ТЕХНИКА ЭКСПЕРИМЕНТА..... 5
1. Монтаж установки..... 5
2. Проведение перегонки при атмосферном давлении..... 6
ИДЕНТИФИКАЦИЯ ОЧИЩЕННЫХ ЖИДКОСТЕЙ 6
Определение показателя преломления. 6
ЛИТЕРАТУРА 8

Лабораторная работа

ПЕРЕГОНКА ПРИ АТМОСФЕРНОМ ДАВЛЕНИИ

Цель работы: перегнать смесь жидкостей, выделить компоненты в чистом виде и идентифицировать их по температуре кипения и показателю преломления.

МЕТОДИКА И ТЕХНИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

1. Монтаж установки

Установка для перегонки при атмосферном давлении (рис. 11) состоит из круглодонной колбы 1, насадки Вюрца 2, термометра 3, холодильника 4, алонжа 5, приемника 6. В конструкцию может также входить дефлегматор (рис. 10), соединяемый с перегонной колбой и насадкой Вюрца.

Монтаж установки начинают с укрепления перегонной колбы в лапке штатива. Лапка должна быть снабжена резиновой прокладкой. Зажимать сильно не следует, иначе горло колбы может лопнуть. Затем присоединяют дефлегматор (если необходимо) и насадку Вюрца. Наклон холодильника устанавливают таким образом, чтобы отвод насадки Вюрца и холодильник были на одной прямой. Ослабляют лапку штатива холодильника.

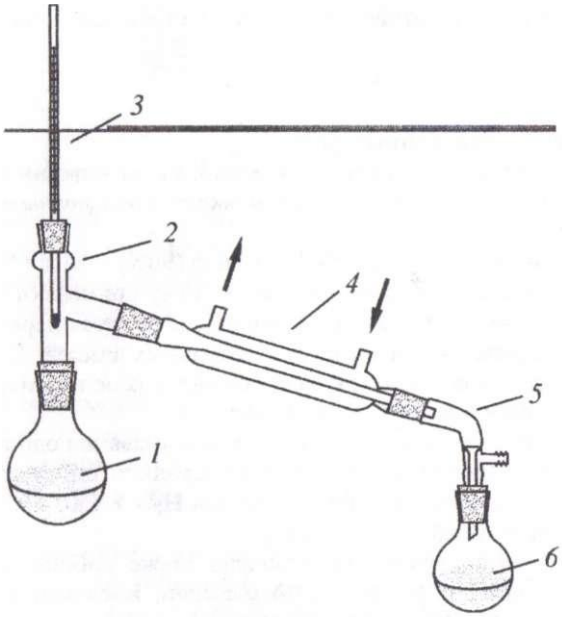

Рис. 11. Прибор для перегонки при атмосферном давлении

Придерживая рукой насадку Вюрца, соединяют её с холодильником и закручивают лапку штатива холодильника. Ни в коем случае не допускается присоединять холодильник, двигая штатив, на котором он установлен. Для перегонки жидкостей, которые кипят ниже 120-130°С, используют холодильник с водяной рубашкой (холодильник Либиха).

Если температура перегоняемой жидкости выше 130°С, применяют воздушный холодильник, т.к. при высоком перепаде температур водяной холодильник может лопнуть. К холодильнику присоединяют алонж, к аллонжу- приемник. Если перегнанные жидкости необходимо защитить от влаги воздуха, на отвод алонжа надевают хлоркальциевую трубку.

В последнюю очередь подбирают термометр с расчетом, чтобы ртутный шарик был на 0,5 см ниже отвода насадки Вюрца.

Для более надежного крепления частей прибора их можно зафиксировать с помощью резиновых колечек или медной проволоки, для чего в местах соединения предусмотрены стеклянные усики.

2. Проведение перегонки при атмосферном давлении

После того, как установка собрана, её разбирают, причем штативы со своих мест не сдвигают и не изменяют угол наклона холодильника. В колбу с помощью воронки наливают перегоняемую смесь не более чем на 2/3 от ее объема, чтобы при перегонке кипящую жидкость не перебросило в холодильник.

Воронку вынимают и в находящуюся в колбе жидкость бросают «кипелки» - кусочки пористого кирпича, пемзы или фарфора размером 3- 5 мм. В качестве «кипелок» можно использовать тонкие стеклянные капилляры, запаянные с одного конца, причем запаянные их концы должны выступать над жидкостью. В процессе кипения жидкости из «кипелок» постепенно, мелкими пузырьками, выходит воздух, обеспечивая равномерное кипение. Запрещается вносить «кипелки» в нагретую жидкость - быстрое парообразование может вызвать разбрызгивание.

После внесения в перегоняемую смесь «кипелок» вновь собирают установку и обеспечивают подачу воды в холодильник. Напор не должен быть сильным, иначе может сорвать шланги. Начинают нагревать жидкость в колбе и наблюдают за показаниями термометра. Записывают температуру, при которой в приемник упадет первая капля (начало перегонки).

Первая фракция обычно содержит низкокипящие примеси. Когда температура перестанет подниматься, заменяют приемник и собирают вторую фракцию (первый компонент смеси). Перегонка проводится правильно, если с алонжа стекает приблизительно 1 капля конденсата в секунду и шарик термометра омывается парами.

После того, как вторая фракция отгонится и температура в перегонной колбе поднимется до нового значения, опять заменяют приемник и собирают третью фракцию (второй компонент смеси). Перегонку ведут до тех пор, пока в колбе не останется 1-2 мл вещества. Досуха перегонку вести нельзя, это может привести к растрескиванию колбы.

После окончания перегонки установка должна остыть до комнатной температуры, после чего её разбирают в обратной последовательности, начиная с термометра.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ ОЧИЩЕННЫХ ЖИДКОСТЕЙ

Определение показателя преломления.

Показатель преломления п является важнейшей характеристикой вещества. Он равен отношению синуса угла падения к синусу угла преломления светового потока. Значения показателя преломления зависят от длины волны света и температуры. Как правило, п находят при длине волны жел-

той линии натрия D (X = 589 нм) и температуре 20°С. Поэтому правильная запись показателя преломления выглядит следующим образом: и™ = 1,3328, где верхний индекс означает, что измерение проводилось при 20°С, а нижний - линию D спектра натрия. Показатель преломления - величина, постоянная для данного вещества. Обычно первоначальной средой является воздух, т.е. падение света на преломляющую среду идет через воздух.

Показатель преломления зависит от температуры и длины волны света. Так, повышение температуры на один градус уменьшает показатель преломления на 0,0005.

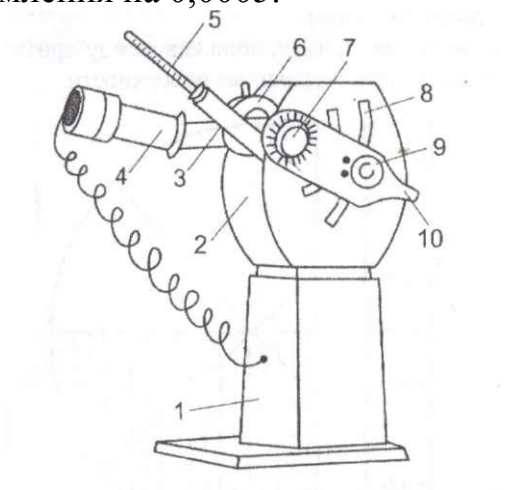

Рис. 13. Общий вид рефрактометра УРЛ (модель 1)

Показатель преломления определяют с помощью рефрактометра УРЛ (модель 1), представленного на рис. 13. Он состоит из основания 1 и корпуса 2. К корпусу прибора крепится нижняя камера 3, заключающая в себе измерительную призму. На штуцере нижней камеры закреплен осветитель 4. Для контроля температуры служит термометр 5. С нижней камерой соединена шарниром верхняя камера 6, заключающая в себе осветительную призму. Дисперсионный компенсатор 7 предназначен для устранения окрашенности границы светотени на шкале рефрактометра 8, наблюдаемой в окуляр 9. Перемещают окуляр вдоль шкалы с помощью рукоятки 10.

Определение показателя преломления производят следующим образом: открывают верхнюю камеру, с помощью капилляра или стеклянной палочки с оплавленными краями наносят одну-две капли исследуемой жидкости на поверхность нижней призмы, стараясь не касаться ее, чтобы не повредить поверхность. Закрывают верхнюю призму.

Смещая осветитель, направляют луч света на окно верхней призмы. Смотрят в окуляр и, перемещая рукоятку вверх или вниз, находят границу светотени на шкале рефрактометра. Если граница расплывчатая, вращением гайки окуляра наводят резкость.

С помощью дисперсионного компенсатора устраняют окрашенность границы светотени. Перемещая рукоятку, подводят границу к центру пере-

крестия. На шкале эта граница отсекает значение показателя преломления (рис. 14). Его записывают с точностью до четвертого знака.

Закончив измерения, открывают верхнюю призму и протирают стеклянные поверхности обеих призм сначала фильтровальной бумагой, а затем ватой, смоченной ацетоном.

Закрывают верхнюю призму, положив между призм фильтровальную бумагу, чтобы не оцарапать стеклянные поверхности.

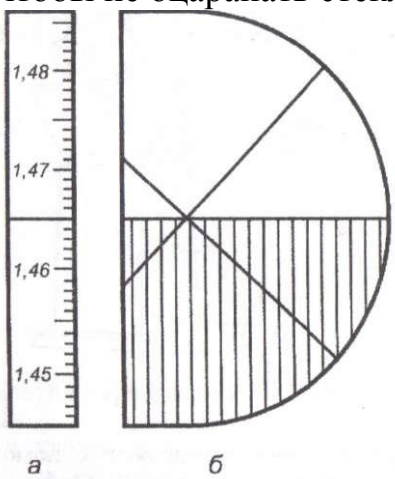

Рис. 14. Снятие отсчета по шкале рефрактометра:
а – шкала; б – перекрестие с границей светотени

Определив температуру кипения и показатель преломления, сравнивают их со справочными данными и делают вывод о чистоте веществ. При определении показателя преломления следует помнить о поправке на температуру.

Методические указания к практической работе «Перекристаллизация органических соединений»

Содержание

Лабораторная работа 11
ПЕРЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ 11
МЕТОДИКА И ТЕХНИКА ЭКСПЕРИМЕНТА 11
1. Выбор растворителя 11
2. Проведение перекристаллизации 12
СОДЕРЖАНИЕ И ОФОРМЛЕНИЕ ОТЧЕТА 17
ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ 18
ЛИТЕРАТУРА 18

Лабораторная работа
ПЕРЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

Цель работы: ознакомиться с наиболее распространенным методом очистки твердых веществ от примесей и научиться идентифицировать твердое органическое соединение по его константе - температуре плавления.

МЕТОДИКА И ТЕХНИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

1. Выбор растворителя

Правильный выбор растворителя имеет решающее значение для успешного проведения процесса перекристаллизации. При выборе растворителя необходимо учитывать химические свойства очищаемого вещества и здесь следует помнить правило «подобное растворяется в подобном».

Растворители, применяемые для перекристаллизации, должны соответствовать следующим требованиям:

Хорошо растворять примеси. Очистка дает тем лучшие результаты, чем больше разница в растворимости очищаемого вещества и примесей.

Растворимость очищаемого вещества на холоде должна быть не большой, иначе будут велики потери вещества в маточном растворе.

Растворимость очищаемого вещества должна резко возрастать г повышением температуры. Лишь в случае хорошей растворимости вещества при повышенной температуре можно получить высокий выход продукта в результате перекристаллизации.

Растворитель не должен химически взаимодействовать с очищаемым веществом.

Растворитель должен легко удаляться с поверхности кристаллов при промывании и высушивании.

Температура кипения растворителя должна быть ниже температуры плавления очищаемого вещества не менее чем на 10-15°С, иначе вещество может разрушиться и выделиться в виде масла, что существенно затруднит очистку.

Окончательный выбор растворителя можно произвести лишь опытным путем в пробирках с малым количеством вещества, подвергаемою очистке. Для этого в пробирку помещают 0,1 г вещества, растертого в порошок, и при взбалтывании постепенно по каплям добавляют 1 мл растворителя. Если вещество не растворяется на холоде, то пробирку закрывают обратным холодильником и, в зависимости от свойств выбранного растворителя, нагревают в пламени горелки или на водяной бане. Если при кипении растворителя вещество не растворяется, то постепенно добавляют еще растворителя - по 0,5 мл, нагревая каждый раз до кипения.

Растворитель считается непригодным, если: вещество легко растворяется на холоде или при слабом нагревании;

вещество не растворяется в 3 мл растворителя при кипячении;

кристаллизация не наступает при комнатной температуре или охлаждении (холодной водой, льдом) и потирании стенок пробирки стеклянной палочкой.

Растворитель пригоден, если он плохо растворяет вещество на холоде, хорошо при кипячении, а при охлаждении горячего раствора происходит кристаллизация. Подобрав растворитель, возможно точнее устанавливают количественное отношение вещество - растворитель. Если одинаково пригодны два растворителя, то предпочтение отдают тому, который более удобен в обращении, и, в первую очередь, менее огнеопасен и менее ядовит. В тех случаях, когда не удается подобрать индивидуальный растворитель для перекристаллизации, применяют смеси, состоящие из двух, а иногда и трех растворителей. Для этого вещество растворяют в том растворителе, в котором оно растворяется очень хорошо. К полученному раствору по каплям добавляют горячий второй растворитель, плохо растворяющий данное вещество, до тех пор, пока не образуется устойчивое помутнение. Данную смесь нагревают до получения прозрачного раствора и оставляют до кристаллизации. Растворители, применяемые совместно, должны смешиваться друг с другом во всех соотношениях. В большинстве случаев применяют следующие смеси: спирт - вода; спирт - бензол; спирт - ледяная уксусная кислота; ацетон - вода; эфир - ацетон — бензол; хлороформ - петролейный эфир и др.

2. Проведение перекристаллизации

Подобрав подходящий растворитель, приступают к перекристаллизации органического вещества, которая включает следующие стадии:

приготовление насыщенного раствора;

фильтрование горячего насыщенного раствора очищаемого вещества;

кристаллизация растворенного вещества;

отделение кристаллов от маточного раствора (маточника);

высушивание очищенного вещества.

а) Приготовление насыщенного раствора при температуре кипения растворителя

Растворение очищаемого вещества производится в конической или круглодонной колбе, снабженной обратным холодильником. Если растворителем служит вода, то обратный холодильник не нужен. При кристаллизации из всех остальных растворителей (воспламеняющихся, взрывоопасных, выделяющих едкие пары или ядовитых) наличие обратного холодильника обязательно.

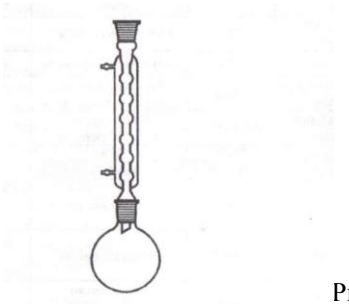

Рис 1. Прибор для приготовления насыщенного раствора

В колбу помещают очищаемое вещество и небольшую порцию растворителя. Смесь нагревают до кипения на водяной бане (если температура кипения растворителя ниже 80°С), на сетке или электрической плитке (если температура кипения растворителя выше 80°С). Если вещество полностью не растворяется, отставляют нагревательный прибор, в колбу вновь добавляют небольшую порцию растворителя и возобновляют кипячение. Это повторяют до полного растворения осадка и образования прозрачного раствора.

Если предварительной пробой было установлено наличие нерастворимой примеси в очищаемом веществе, то растворитель прибавляют до тех пор, пока не получится хорошо отделяющийся от осадка прозрачный раствор.

б) Фильтрование с обогревом

Полученный горячий насыщенный раствор очищаемого вещества для отделения от механических примесей фильтруют через складчатый фильтр, предварительно смоченный растворителем и вставленный в воронку с коротким кончиком (рис. 2). Край фильтра должен быть всегда ниже края воронки на 3-5 мм. Воронку заранее нагревают. Фильтрат собирают в коническую колбу или стакан. Если на фильтре выделяются кристаллы, их переносят вместе с фильтром обратно в колбу, где производилось приготовление насыщенного раствора, вновь растворяют и фильтруют. Фильтрование горячего насыщенного раствора надо производить как можно быстрее. При работе с воспламеняющимися растворителями все горелки, находящиеся поблизости, должны быть потушены, а электрические нагреватели с открытым обогревом выключены.

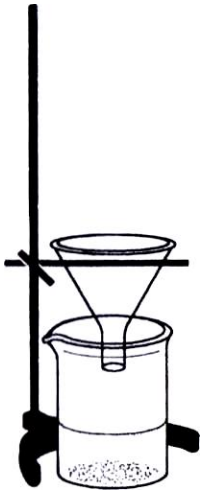

Рис. 2. Установка для горячего фильтрования (воронка и химический стакан)

Если при растворении вещества получился прозрачный раствор, не содержащий механических примесей, то фильтрование с обогревом проводить не нужно.

в) Кристаллизация При попадании горячего раствора в холодный приемник (коническую колбу или стакан) начинается выделение кристаллов. Если кристаллизация долго не начинается, то в профильтрованный раствор вносят «затравку» (кристаллик того же вещества) или потирают оплавленной стеклянной палочкой о стенки колбы. Затем раствор с выпавшими из него кристаллами охлаждают до комнатной температуры.

г) Отделение кристаллов от маточного раствора Выпавшие кристаллы отделяют от маточного раствора с помощью нутч-фильтра (рис. 3). Нутч-фильтр состоит из цилиндрической керамической воронки с сетчатым дном (воронки Бюхнера) и толстостенной конической колбы для работы под вакуумом (колбы Бунзена). На сетчатое дно воронки накладывают фильтр, по размерам точно совпадающий с площадью её дна, а колбу подключают к водоструйному вакуум-насосу. Размеры воронки Бюхнера и колбы Бунзена должны соответствовать количеству вещества.

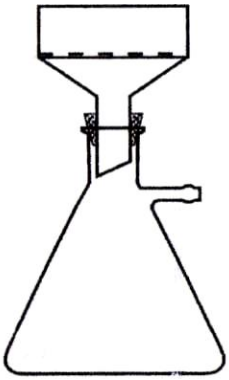

Рис. 3. Нутч-фильтр (колба Бунзена и воронка Бюхнера)

Перед началом фильтрования колбу Бунзена оборачивают полотенцем, фильтр, находящийся на дне воронки Бюхнера, смачивают растворителем, включают водоструйный насос и проверяют в нем наличие вакуума. Присоединяют шланг от насоса к колбе, убеждаются в том, что фильтр плотно присосался к воронке, и приступают к фильтрованию (разбирают установку после скончания работы в обратном порядке). Фильтрование продолжают до тех пор, пока на конце воронки Бюхнера не перестанут появляться капли маточного раствора. Собранный на фильтре осадок тщательно отжимают стеклянной пробкой. При этом происходит устранение трещин в осадке. Затем осадок (кристаллы) промывают растворителем.Для этого отсоединяют колбу Бунзена от насоса, осадок смачивают небольшим количеством растворителя, затем в колбе Бунзена вновь создают вакуум,

промывную жидкость тщательно отсасывают и отжимают осадок стеклянной пробкой.

д) Высушивание очищенного вещества. Нутч-фильтр отсоединяют от водоструйного насоса, вынимают воронку Бюхнера из колбы, опрокидывают ее на сложенный вдвое лист фильтровальной бумаги и высыпают кристаллы. Удаляют фильтр и отжимают осадок между листами фильтровальной бумаги. Для окончательного удаления влаги осадок сушат в вытяжном шкафу.

Взвешивают воздушно-сухой очищенный продукт. Зная навеску исходного вещества, рассчитывают процентный выход полученного после перекристаллизации продукта согласно формуле:

$$\eta = \frac{m_{\text{пр}}}{m_{\text{теор}}} \cdot 100\%$$

ИДЕНТИФИКАЦИЯ ОЧИЩЕННОГО ВЕЩЕСТВА

а) Определение температуры плавления Определение температуры плавления позволяет установить чистоту исследуемого вещества, произвести его идентификацию с ранее описанным веществом, а при получении нового соединения - дать одну из наиболее важных для его характеристики констант.

Температуру плавления кристаллического вещества обычно определяют в капилляре, который вытягивают из тщательно вымытой и высушенной нетугоплавкой тонкостенной стеклянной трубки диаметром 10- 12 мм. Внутренний диаметр капилляра 0,8-1 мм, длина 40-50 мм. Капилляр запаивают с одного конца, осторожно внося Сбоку в пламя горелки и нагревая в течение короткого времени. При этом капилляр аккуратно вращают для равномерного запаивания.

Исследуемое вещество растирают на стеклянной пластинке с помощью ланцета в тонкий порошок. Для заполнения капилляра его открытый конец погружают в вещество. При этом некоторое количество вещества попадает в верхнюю часть капилляра. Далее капилляр переворачивают открытым концом вверх, берут длинную узкую стеклянную трубку (40- 50 см), ставят вертикально на стол и бросают капилляр запаянным концом в ее верхнее отверстие. Повторяя этот прием несколько раз, добиваются получения плотного слоя вещества на дне капилляра. Высота плотного слоя должна быть 2-3 мм.

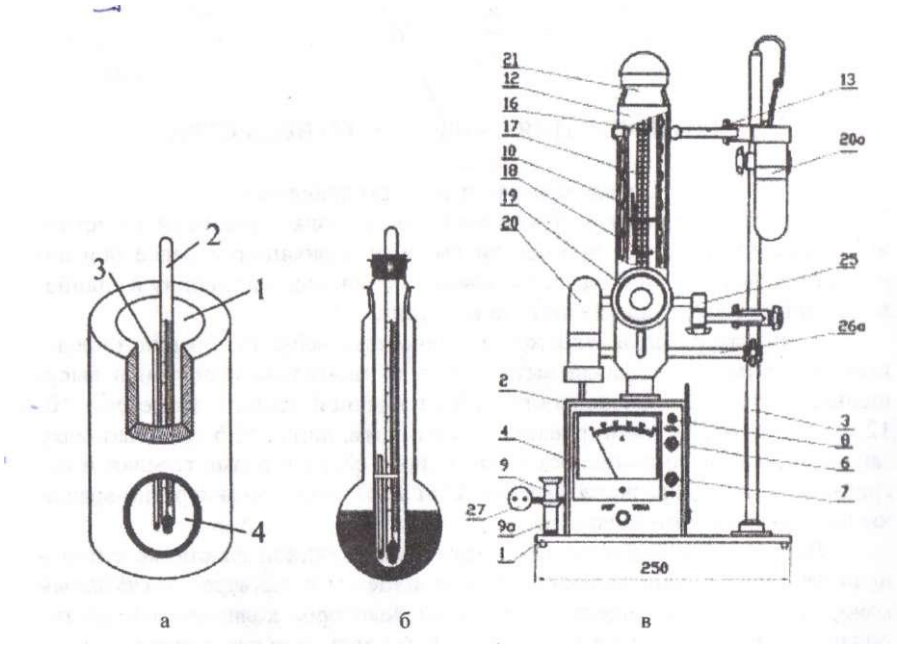

Рис. 4 Прибор для определения температуры плавления

Температуру плавления определяют в металлическом блоке (рис. 4 а). В цилиндрический канал 1 помещают термометр 2 и капилляр с веществом 3. Нагревают блок от сети переменного тока. Скорость нагрева регулируют с помощью трансформатора. Наблюдение за плавлением в капилляре осуществляют через смотровое окно 4, закрытое стеклом. Нагревание ведут сначала быстро, а когда температура достигает величины на 20°С ниже предполагаемой т. пл., нагрев регулируют так, чтобы температура поднималась со скоростью 1° в минуту. За 2-3° до т. пл. необходимо прекратить нагрев (если т. пл. вещества неизвестна, то ее сначала определяют приблизительно, описанным выше способом). Для вещества записывают две температуры: одну, при которой в капилляре появляется жидкая фаза, а другую - при которой все вещество переходит в прозрачную жидкость. Интервал температур между началом плавления и его окончанием называется температурой плавления данного вещества. Чистые вещества плавятся с интервалом в один - два градуса.

Определение температуры плавления можно также проводить в приборе, состоящем из круглодонной колбы с концентрированной серной кислотой, пробирки, вставленной в колбу, и термометра, укрепленного в пробирке (рис. 4 б). Капилляр с исследуемым веществом помещают в данный прибор. Надевают защитные очки, так как серная кислота может вызвать в

случае поломки колбы тяжелые ожоги. Нагрев колбы ведут на электрической плитке. В остальном данная методика определения температуры плавления аналогична описанной выше. Также температуру плавления можно определять в специальном приборе (рис. 4 в).

При соблюдении правил наполнения капилляра веществом и скорости нагрева прибора, ошибка в определении температуры плавления орга-

нического вещества является инструментальной погрешностью и при использовании технического термометра с ценой деления 1°С должна быть равна половине цены деления, т. е. ±0,5°С.

б) Установление идентичности очищенного вещества с одним из веществ с такой же температурой плавления

Для установления идентичности двух веществ с одинаковой температурой плавления определяют т. пл. смешанной пробы обоих веществ. Если вещества различны, то они будут являться примесями по отношению друг к другу и тогда т. пл. смешанной пробы будет ниже т. пл. чистых веществ. Если же вещества идентичны, то температура плавления смешанной пробы не изменится по сравнению с т. пл. чистых веществ, т.е. не будет наблюдаться депрессия температуры плавления. Определение т. пл. смешанной пробы производится описанным выше способом для индивидуального вещества.

Для идентификации получают у преподавателя вещество, имеющее ту же т. пл., что и перекристаллизованное вещество, и приготавливают смешанную пробу полученного вещества с исследуемым, тщательно перемешивая ланцетом на стеклянной пластинке равные количества препаратов. Наполняют три капилляра: один смесью и два других индивидуальными веществами. Помещают все три капилляра в прибор (рис. 4 а) и определяют т. пл. Записывают интервалы т. пл. для всех трех капилляров отдельно.

СОДЕРЖАНИЕ И ОФОРМЛЕНИЕ ОТЧЕТА

По результатам работы в тетради для лабораторных занятий составляется письменный отчет, который должен включать следующие пункты:

1. Номер и название лабораторной работы.
2. Формулировка цели работы.
3. План перекристаллизации, включающий основные понятия, схемы приборов с названиями составных частей.
4. Результаты работы, представленные в виде следующей таблицы:

Масса вещества до перекристаллизации, г	аство-ритель	Получено после перекристаллизации, г	ыход, %	. пл., °С	Т. пл. по справочнику,	Название и формула вещества

5. Установление идентичности очищенного путем перекристаллизации вещества с веществом, полученным от преподавателя:

т. пл. очищенного вещества;

т. пл. смешанной пробы;

т. пл. вещества, полученного от преподавателя.

6. Выводы по проделанной работе.

ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении перекристаллизации органических веществ и определении температуры плавления необходимо соблюдать следующие правила техники безопасности.

Следует избегать применения диэтилового эфира как растворителя для перекристаллизации, поскольку он чрезвычайно огнеопасен и воспламеняется с необычайной легкостью.

Не использовать сероуглерод в качестве растворителя, если его можно заменить другим растворителем: сероуглерод ядовит, а также исключительно огнеопасен и взрывоопасен.

При перекристаллизации из органических растворителей- воспламеняющихся, взрывоопасных, выделяющих едкие пары или ядовитых обязательно снабжайте колбу обратным холодильником.

Не работайте в герметичных установках.

При работе с воспламеняющимися растворителями все горелки, находящиеся поблизости, должны быть потушены, а электрические нагреватели с открытым обогревом выключены.

При отделении кристаллов на нутч-фильтре обматывайте колбу Бунзена полотенцем.

При работе с электроприборами необходимо соблюдать правила электробезопасности.

Определение температуры плавления органического вещества с использованием в качестве теплоносителя концентрированной серной кислоты ведите в защитных очках.

ЛИТЕРАТУРА

1. Грандберг И.И. Практические работы и семинарские задания по органической химии: пособие для студ. вузов / И.И. Грандберг. М.: Дрофа, 2001. 352 с.
2. Перекристаллизация: метод, указания к выполнению лабораторных работ/ Сост.: В.Н. Целуйкин, И.Ф. Гунькин. Саратов: СГТУ, 2006. 16 с.
3. Перегонка: метод, указания к выполнению лабораторных работ/ Сост.: В.Н. Целуйкин, И.Ф. Гунькин. Саратов: СГТУ, 2008. 20 с.
4. Тонкослойная хроматография: метод, указания к выполнению лабораторных работ / Сост.: И.Ф. Гунькин, В.Н. Целуйкин, А.Ю. Панкстьянов. Саратов: СГТУ, 2006. 16 с.
5. Агрономов А.Е. Лабораторные работы в органическом практикуме / А.Е. Агрономов, Ю.С. Шабаров. М.: Химия, 1974. 376 с.
6. Кибардин С.А. Тонкослойная хроматография в органической химии /С. А. Кибардин, К.А. Макаров. М.: Химия, 1978. 128 с.
7. Лабораторные работы в органической химии / под ред. О.Ф. Гинзбурга и А.А. Петрова. М.: Высшая школа, 1982. 286 с.

8. Астахова Л.Н. Руководство к лабораторным занятиям по органической химии / Л.Н. Астахова. Саратов: Изд-во Сарат. ун-та, 1988. 64 с.

9. Практикум по органической химии. Синтез и идентификация органических соединений / под ред. О.Ф. Гинзбурга и А.А. Петрова. М.: Высшая школа, 1989. 318 с.

10. Гиттис С.С. Практикум по органической химии/ С.С. Гитис, Д.И. Глаз, А.В. Иванов. М.: Химия, 1991. 304 с.

11. Справочник химика. Т. 2. Основные свойства неорганических и органических соединений. М.-Л.: Госхимиздат, 1963. 1168 с.

12. Гороновский И.Т. Краткий справочник по химии / И.Т. Гороновский, Ю.П. Назаренко, Е.Ф. Некряч. Киев: Наукова думка, 1973. 992 с

Методические указания к практической работе «Определение состава смесей методом тонкослойной хроматографии »

Содержание

Лабораторная работа. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА СМЕСЕЙ (НИТРОАНИЛИНОВ И АЗОБЕНЗОЛА) МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ПО ФАКТОРУ ЗАМЕДЛЕНИЯ ЧИСТЫХ ОБРАЗЦОВ 22

МЕТОДИКА И ТЕХНИКА ЭКСПЕРИМЕНТА 22

2. Обнаружение веществ на хроматограмме 23

ЛИТЕРАТУРА 24

Лабораторная работа.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА СМЕСЕЙ (НИТРОАНИЛИНОВ И АЗОБЕНЗОЛА) МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ПО ФАКТОРУ ЗАМЕДЛЕНИЯ ЧИСТЫХ ОБРАЗЦОВ

Цель работы: освоить методику проведения тонкослойной хроматографии на примере определения смеси *о, м, п*- нитроанилинов и азобензола.

МЕТОДИКА И ТЕХНИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

1. Проведение хроматографии

Предварительно готовят растворы *о, м, п* - нитроанилинов и азобензола в смеси петролейный эфир - хлороформ (1:1) (эту часть работы выполняет лаборант).

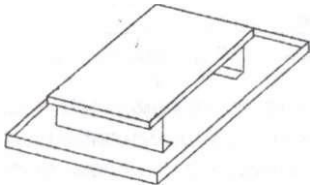

Рис. 1. Станок для нанесения незакрепленного слоя сорбента на пластинку

Тщательно вымытую и высушенную стеклянную пластинку для хроматографирования помещают в станок (рис. 1). На шлифованную сторону пластинки насыпают слой $A1_20_3$ и разравнивают его с помощью специального каточка (рис. 2). Медленным перемещением каточка по стеклянной пластинке получают ровный слой сорбента.

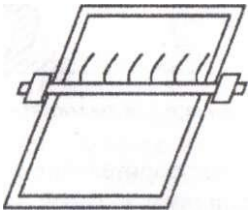

Рис. 2. Получение тонкого слоя незакрепленного сорбента с помощью специального каточка

Наносят пробы веществ с помощью тонких капилляров на расстоянии 1,5-2 см от нижнего края пластинки. Точки нанесения должны находиться строго на одной прямой (линия старта) на расстоянии 1,5-2 см друг от друга. Каждое вещество наносят своим капилляром. Пробы веществ необходимо наносить аккуратно, чтобы не нарушить слой сорбента. Очень важно, чтобы каждая проба была сконцентрирована в небольшом (не более 1-3 мм) пятне на старте. Вещества плохо разделяются, если они нанесены на адсорбент в виде пятен большого размера.

В качестве «свидетелей» используют чистые индивидуальные вещества - метчики, которые представлены в табл. 2.

Таблица 1

Характеристики индивидуальных веществ

Метчики	*Rf*	Температура плавления, С

I *о* - нитроанилин		
II *м* - нитроанилин		
III *п* — нитроанилин		
IV азобензол		

Подготовленную пластинку помещают в камеру для хроматографирования (рис. 3). Нижний край пластинки опускают на 1-1,5 см в растворитель, а верхний край помещают на стеклянную подставку под углом 10-15°. Ставить пластинку в камеру надо осторожно, чтобы не стряхнуть слой сорбента. Камеру для хроматографирования накрывают стеклянной крышкой, чтобы предохранить растворитель от испарения.

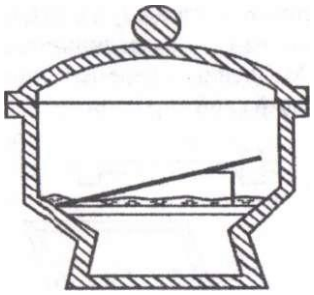

Рис. 3. Камера для хроматографирования

Растворитель (смесь растворителей) поднимается под действием капиллярных сил, увлекая при этом за собой пятна красителей. После того, как растворитель поднимется на расстояние около 2 см от верхнего края пластинки, её вынимают из хроматографической камеры. Остро заточенным простым карандашом отмечают положение фронта растворителя.

Слегка постукивают по пластинке, чтобы оксид алюминия, не смоченный растворителем, осыпался. Пластинку высушивают на воздухе в вытяжном шкафу, а затем карандашом обводят контур каждого пятна и отмечают его середину. Также отмечают стартовые точки на хроматограмме.

Полученную хроматограмму переносят на кальку. Измеряют расстояние от линии старта до центра каждого пятна, а затем измеряют расстояние, пройденное растворителем (от линии старта до фронта растворителя). Рассчитывают по формуле (3) значение Rf для каждого вещества. На основании полученных результатов делают вывод о составе смеси.

2. Обнаружение веществ на хроматограмме

Для обнаружения на хроматограмме бесцветных веществ пользуются различными оптическими и химическими методами. Вещества, погло-

щающие в ультрафиолетовой области спектра, при УФ-облучении пластины обнаруживаются в виде темных пятен.

Пластину также можно обрабатывать реагентами, дающими цветные реакции с разделенными веществами. Но наибольшее распространение на практике получил метод обнаружения парами йода, под действием которых образуются пятна в местах нахождения веществ. Для этого пластинку после хроматографирования высушивают и помещают в камеру с парами йода (йодная камера). Через 10-15 минут пластинку вынимают и оставляют на воздухе до испарения избытка йода. При этом на светлом фоне образуются окрашенные пятна веществ

ЛИТЕРАТУРА

1. Грандберг И.И. Практические работы и семинарские задания по органической химии: пособие для студ. вузов / И.И. Грандберг. М.: Дрофа, 2001.352 с.
2. Перекристаллизация: метод, указания к выполнению лабораторных работ/ Сост.: В.Н. Целуйкин, И.Ф. Гунькин. Саратов: СГТУ, 2006. 16 с.
3. Перегонка: метод, указания к выполнению лабораторных работ/ Сост.: В.Н. Целуйкин, И.Ф. Гунькин. Саратов: СГТУ, 2008. 20 с.
4. Тонкослойная хроматография: метод, указания к выполнению лабораторных работ / Сост.: И.Ф. Гунькин, В.Н. Целуйкин, А.Ю. Панкстьянов. Саратов: СГТУ, 2006. 16 с.
5. Агрономов А.Е. Лабораторные работы в органическом практикуме / А.Е. Агрономов, Ю.С. Шабаров. М.: Химия, 1974. 376 с.
6. Кибардин С.А. Тонкослойная хроматография в органической химии /С. А. Кибардин, К.А. Макаров. М.: Химия, 1978. 128 с.
7. Лабораторные работы в органической химии / под ред. О.Ф. Гинзбурга и А.А. Петрова. М.: Высшая школа, 1982. 286 с.
8. Астахова Л.Н. Руководство к лабораторным занятиям по органической химии / Л.Н. Астахова. Саратов: Изд-во Сарат. ун-та, 1988. 64 с.
9. Практикум по органической химии. Синтез и идентификация органических соединений / под ред. О.Ф. Гинзбурга и А.А. Петрова. М.: Высшая школа, 1989. 318 с.
10. Гиттис С.С. Практикум по органической химии/ С.С. Гитис, Д.И. Глаз, А.В. Иванов. М.: Химия, 1991. 304 с.
11. Справочник химика. Т. 2. Основные свойства неорганических и органических соединений. М.-Л.: Госхимиздат, 1963. 1168 с.

Гороновский И.Т. Краткий справочник по химии / И.Т. Горонов- ский, Ю.П. Назаренко, Е.Ф. Некряч. Киев: Наукова думка, 1973. 992 с