



**Методические указания  
для выполнения лабораторной работы  
по дисциплине «Химическая кинетика и  
катализ»**

Энгельс 2026

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

**Методические указания  
для выполнения лабораторной  
работы по дисциплине «Химическая  
кинетика и катализ»**

для студентов направлений  
18.04.01 – Химическая технология

## Введение

*Перекристаллизация* является классическим методом очистки от примесей кристаллических веществ, как органических, так и неорганических. Данный метод основан на том, что разные вещества имеют различную растворимость в определенном растворителе. При этом понижение температуры приводит к уменьшению растворимости химических веществ (за редкими исключениями).

Процесс перекристаллизации заключается в приготовлении насыщенного раствора очищаемого вещества в кипящем растворителе, который затем фильтруют горячим для удаления нерастворимых (механических) примесей. При охлаждении насыщенного раствора очищаемое вещество выделяется в виде кристаллов. Кристаллы отфильтровывают от маточного раствора, промывают растворителем и высушивают. Растворимые примеси остаются в маточном растворе.

О чистоте полученного вещества судят по его *температуре (точке) плавления (т. пл.)*, которая является важной константой твердого органического соединения. Чистые вещества плавятся в узком интервале температур (1 – 2 °С). Для идентификации органического вещества значение температуры плавления, найденное экспериментальным путем, сравнивают с температурой плавления данного соединения, приведенной в справочной литературе.

## Лабораторная работа № 1 ОЧИСТКА ТВЕРДОГО ВЕЩЕСТВА МЕТОДОМ ПЕРЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ

**Ц е л ь р а б о т ы:** 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». Свойства растворителей, наиболее часто используемых для очистки органических соединений, приведены в табл. 1.

Растворители, применяемые для перекристаллизации, должны соответствовать следующим требованиям:

1. Хорошо растворять примеси. Очистка дает тем лучшие результаты, чем больше разница в растворимости очищаемого вещества и примесей.
2. Растворимость очищаемого вещества на холоде должна быть небольшой, иначе будут велики потери вещества в маточном растворе.
3. Растворимость очищаемого вещества должна резко возрастать с повышением температуры. Лишь в случае хорошей растворимости вещества при повышенной температуре можно получить высокий выход продукта в результате перекристаллизации.
4. Растворитель не должен химически взаимодействовать с очищаемым веществом.
5. Растворитель должен легко удаляться с поверхности кристаллов при промывании и высушивании.
6. 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, подвергаемого 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 ещё 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. Подбрав 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 удастся 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.

Таблица 1

Растворители, наиболее часто применяемые для очистки органических веществ

Растворитель	Температура кипения, °С	Воспламеняемость, токсичность	Растворяет следующие вещества
Вода	100	–	Спирты, карбоновые кислоты, фенолы, альдегиды, амины
Метиловый спирт	64,5	Воспламеняется, ядовит	Спирты, альдегиды, кетоны, фенолы, амины
Этиловый спирт	78,4	Воспламеняется	То же
Ацетон	56,1	Легко воспламеняется	Альдегиды, кетоны и др.
Уксусная кислота ледяная	118,1	Воспламеняется, пары очень едкие	Карбоновые кислоты
Петролейный эфир	30 – 80	Очень легко воспламеняется	Углеводороды, жиры, смолы
Бензин	70 – 90	То же	То же
Лигроин	90 – 110	Легко воспламеняется	То же
Бензол	80,1	То же	Углеводороды, спирты, альдегиды, кетоны, нитросоединения и др.
Толуол	110,6	Воспламеняется	Применяется как бензол, но обладает лучшей растворяющей способностью
Диэтиловый эфир	34,5	Очень легко воспламеняется, взрывоопасен	Следует избегать применения, заменять другими растворителями
Этилацетат	77,1	Воспламеняется	Хороший растворитель для многих веществ
Метиленхлорид	40,1	Не горюч, пары ядовиты	Галогенопроизводные, жиры и др.
Хлороформ	61,1	То же	То же
Четыреххлористый углерод	76,7	То же	Применяется как хлороформ

## 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 (рис. 1). 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.

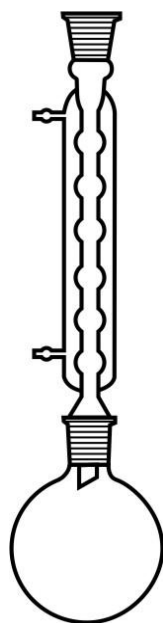


Рис. 1. Прибор для приготовления насыщенного раствора  
(колба с обратным холодильником)

В колбу помещают очищаемое вещество и небольшую порцию растворителя. Смесь нагревают до кипения на водяной бане (если температура кипения растворителя ниже  $80^{\circ}\text{C}$ ), на сетке или электрической плитке (если температура кипения растворителя выше  $80^{\circ}\text{C}$ ). 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) Фильтрация 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. Фильтрация 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.

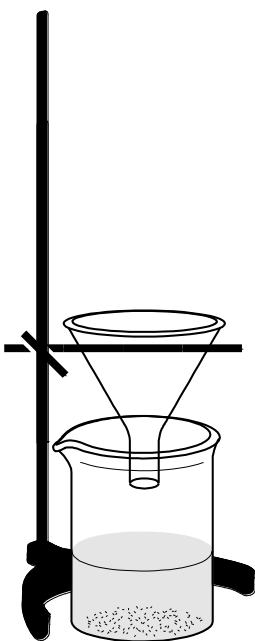


Рис. 2. Установка для горячего фильтрования (воронка и химический стакан)

Если при растворении вещества получился прозрачный раствор, не содержащий механических примесей, то фильтрация 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-наосу. Размеры воронки Бюхнера и колбы Бунзена должны соответствовать количеству вещества.

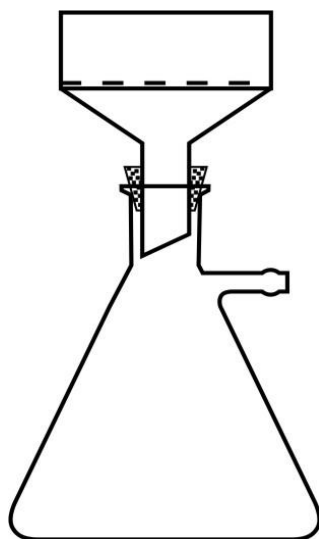


Рис. 3. Нутч-фильтр (колба Бунзена и воронка Бюхнера)

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 окончания 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:

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

## 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.

Температуру плавления определяют в металлическом блоке (рис. 4а). 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  $20^{\circ}\text{C}$  ниже предполагаемой т. пл., нагрев регулируют так, чтобы температура поднималась со скоростью  $1^{\circ}$  в минуту. За  $2 - 3^{\circ}$  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.

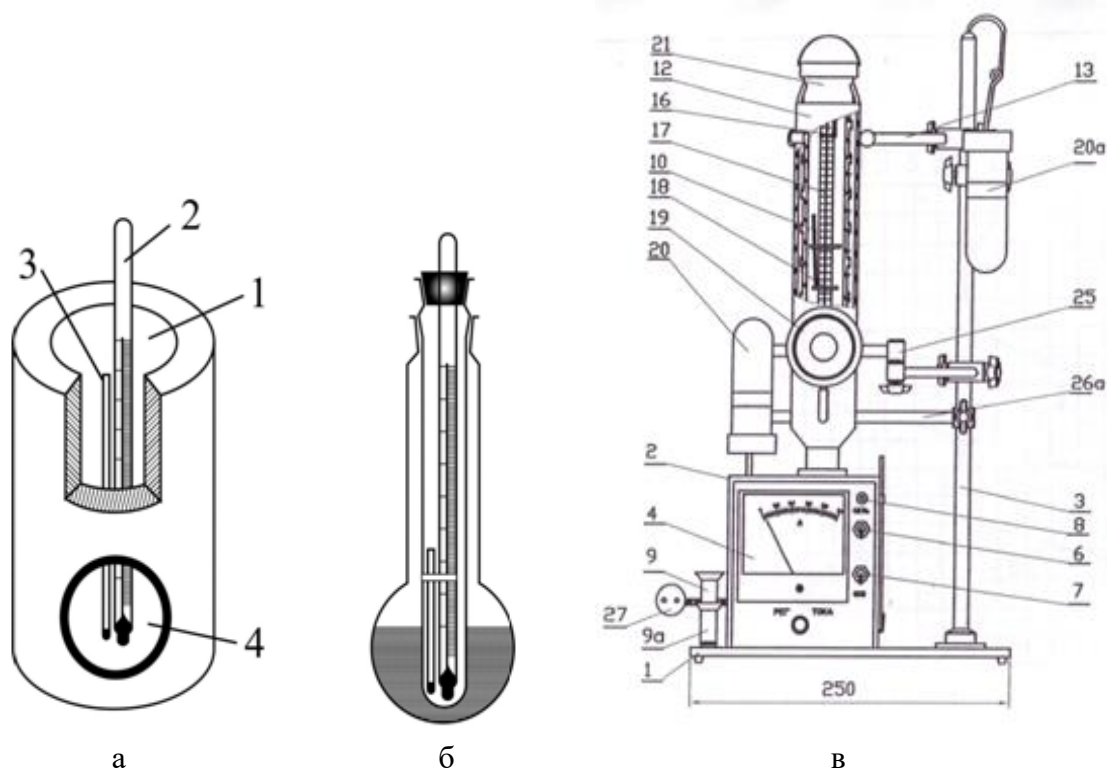


Рис. 4. Приборы для определения температуры плавления

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. 4б). 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. 4в), (его подробное описание см. на стр. 53).

При соблюдении правил наполнения капилляра веществом и скорости нагрева прибора, ошибка в определении температуры плавления органического вещества является инструментальной погрешностью и при использовании технического термометра с ценой деления  $1\text{ }^{\circ}\text{C}$  должна быть равна половине цены деления, т. е.  $\pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

*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. 4а) 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	Растворитель	Получено после перекристаллизации, г	Выход, %	Т. пл., °С	Т. пл. по справочнику, °С	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.

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

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

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

4. Не работайте в герметичных установках.

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

6. При отделении кристаллов на нутч-филт্রে обматывайте колбу Бунзена полотенцем.

7. При работе с электроприборами необходимо соблюдать правила электробезопасности.

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