



**Методические указания
для выполнения лабораторных работ
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 лабораторных работ
по дисциплине «Химия твердого тела»**

для студентов направлений
18.04.01 – Химическая технология,

Введение

Возгонка (сублимация) (от лат. *subleto* – возношу) – это процесс, при котором кристаллическое вещество, нагретое до температуры ниже его температуры плавления, переходит в парообразное состояние, минуя жидкое, а затем оседает на холодной поверхности в виде кристаллов.

Возгонка легко осуществляется для веществ, обладающих значительным давлением пара уже при комнатной температуре (йод, нафталин, камфора). Упругость паров твердых веществ растет при повышении температуры.

Для веществ, которые возгоняются медленно при атмосферном давлении, прочие возгонки часто осуществляют при повышенном давлении. Возгонка происходит только с поверхности вещества, поэтому перед возгонкой производят измельчение препарата. Чтобы оценить сублимационную способность вещества, обычно наблюдают за протеканием его плавления под микроскопом. На верхнем стеклышке микроскопа обычно появляются кристаллы еще до достижения температуры плавления.

Десублимация – это обратный процесс конденсации вещества из газообразного состояния в твердое, минуя жидкое. При сублимации происходит изменение удельного объема вещества и поглощение энергии.

Метод сублимации можно разделить на три типа: простая сублимация, вакуумная сублимация и сублимация в токе носителя. При простой сублимации твердое вещество нагревается и испаряется; пары диффундируют по направлению к конденсатору (холодная поверхность). Путь пара между испарителем и конденсатором должен быть как можно короче, чтобы как можно меньшим было сопротивление потоку. Простая сублимация применяется уже в течение нескольких веков. Очистка хлористого аммония, йода, серы была осуществлена этим методом.

Вакуумная сублимация представляет собой естественное развитие простой сублимации. Переход пара из испарителя в конденсатор интенсифицируют благодаря снижению давления.

Сублимацию в токе носителя осуществляют для увеличения скорости потока паров и таким образом для повышения выхода десублимата.

Обычно инертный газ-носитель вдувают в испарительную камеру сублиматора, такой процесс называют сублимацией «в носителе». В качестве носителя используют воздух, пар, а также инертные газы. В промышленности так очищают салициловую кислоту; в качестве носителя используют смесь воздуха и углекислого газа.

Процессы сублимации и десублимации нашли широкое применение в различных областях науки и техники. Сублимационной очистке

подвергают неорганические соединения: HfCl_4 , AlCl_3 , материалы для микроэлектроники. Сублимационную очистку используют при разделении изотопов урана.

В промышленности процессы сублимации – десублимации используются в производстве фталевого и малеинового ангидридов, салициловой кислоты, антрахинона, цианурхлорида и т.д. Сублимация – десублимация применяется для послойного анализа химического состава твердых систем, для нанесения защитных покрытий на микросферы ядерного топлива, при изготовлении светоизлучающих диодов, оптических световодов. Сублимационные процессы находят применение в видеопринтерах для получения высококачественных копий на пленочных носителях.

В настоящее время метод сублимационной сушки (обезвоживание) в вакууме применяется в больших масштабах: в медицине, биологии, химии, ферментативной и пищевой промышленности. Сублимационную сушку используют в производстве капрона, лавсана, полиэтилена, при получении антибиотиков, пищевых продуктов, медицинских препаратов (плазма крови, кровезаменители).

На сегодняшний день вакуумная сублимационная сушка представляет собой самый совершенный метод консервирования. Метод сублимационной сушки позволяет сохранять высокие вкусовые качества и питательную ценность пищевых продуктов продолжительное время (до 5 лет) при нерегулярных температурах (от -50 до $+40^\circ\text{C}$). В производстве продуктов питания сублимация представляет собой технологию удаления влаги из свежих предварительно замороженных продуктов вакуумным способом, что позволяет практически полностью (до 95%) сохранить в них питательные вещества, витамины, микроэлементы, первоначальную форму, естественный запах, вкус и цвет.

При этом фрукты после сублимирования весят в несколько раз меньше, а восстанавливаются в воде. Сублимированные продукты значительно превосходят сушеные по пищевой ценности, так как возгонке поддается только вода, а при термическом испарении теряются многие полезные вещества. Перед сублимацией пищевых продуктов используется быстрое замораживание (-100 до -190°C), что приводит к образованию мелких кристаллов, не разрушающих клеточные мембраны.

Это является одним из важнейших достоинств сублимации, позволяющим избегать разрушения структуры продукта, быстро восстанавливать сублимированные продукты, так как они имеют пористую структуру. Данный факт примечателен тем, что сублимированные продукты в полной мере пригодны для детского и диетического питания.

Способом сублимационной сушки отлично консервируются фрукты, овощи, молочные изделия, мясо, рыба, супы и каши, грибы, приправы.

Процессы сублимации - десублимации протекают также в природе. Десублимация водного пара в атмосфере приводит к образованию инея на ветках деревьев, проводах во время усиления мороза или образованию на стеклах ледяных узоров. К таким же процессам относится возникновение газовых гидратов, образование и изменение ядер комет и т.д.

Возгонка имеет ряд преимуществ по сравнению с перекристаллизацией: как правило, при возгонке получаются очень чистые препараты, этот метод удобен при очистке малых количеств вещества.

Недостатками возгонки являются ее длительность и ограниченность применения, т.к. не все вещества способны возгоняться.

Возгонка – отличный способ очистки веществ в тех случаях, когда примеси обладают иной летучестью, чем само вещество, и заменяет длительную и трудоемкую перекристаллизацию.

Причина того, что твердое тело непосредственно возгоняется, не подвергаясь предварительно плавлению, становится ясной, если внимательно изучить диаграмму на рис. 1. Кривая возгонки МО отражает зависимость давления насыщенного пара над кристаллами.

Все три кривые – испарения (ОК), плавления (OL) и возгонки (OM) – сходятся в тройной точке, единственной, в которой могут существовать три фазы: твердая, жидкая и газообразная. Соответствующее этой точке давление самое низкое, при котором только может существовать жидкая фаза.

Если давление пара данного вещества при данной температуре окажется ниже давления, соответствующего тройной точке, то пар не будет конденсироваться, а сразу превратится в кристаллы. Кристаллы, в свою очередь, в этих условиях тоже непосредственно превратятся в пар.

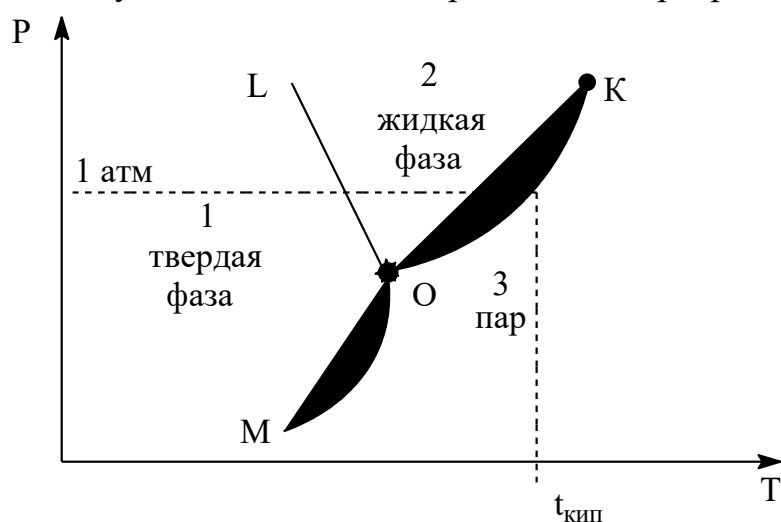


Рис. 1. Диаграмма зависимости давления насыщенного пара чистого вещества от температуры

Для получения вещества в кристаллическом состоянии нужно охладить его пар ниже температуры тройной точки, а чтобы при этом не образовалась жидкость, процесс следует проводить под давлением, меньшим, чем то, которое соответствует тройной точке. Этого можно достичь, уменьшив общее давление или разбавив пар данного вещества инертным газом.

Простейшее устройство для возгонки при атмосферном давлении – низкий стакан без носика с тонким веществом очищаемого вещества на дне. Стакан закрывают круглодонной колбой, через которую протекает вода (рис. 2). При высоких температурах возгонки вода в колбе может быть не проточной. В процессе возгонки вещество надо нагревать очень медленно, обычно для этого применяют бани различного типа.

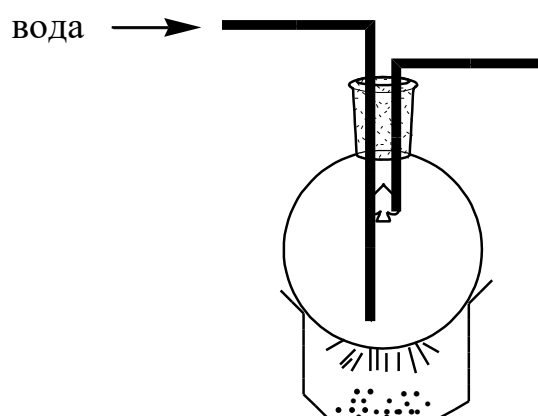


Рис. 2. Прибор для возгонки при атмосферном давлении

Лабораторная работа № 2 СУБЛИМАЦИОННАЯ ОЧИСТКА ЙОДА

Ц е л ь р а б о т ы: осуществить очистку йода методом сублимации и определить температуру плавления очищенного йода.

Реактивы и оборудование:

1. Йод кристаллический – 1 г.
2. Фарфоровая чашка – 1 шт.
3. Воронка – 1 шт.
4. Фильтр – 1 шт.
5. Штатив – 1 шт.
6. Плитка электрическая – 1 шт.
7. Фарфоровая ступка – 1 шт.
8. Весы – 1 шт.
9. Металлическое кольцо

МЕТОДИКА И ТЕХНИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Для проведения возгонки йод предварительно измельчают в фарфоровой ступке. Затем взвешивают 1 г измельченного йода и помещают в фарфоровую чашку.

Специально приготовленный бумажный фильтр прокалывают многократно иглой и покрывают этим фильтром фарфоровую чашку с йодом. Возгонка происходит только с поверхности вещества, поэтому препарат нужно тонко измельчить.

Диаметр фильтра должен быть чуть больше диаметра чашки. Поверх фильтра устанавливают перевернутую стеклянную воронку, диаметр которой меньше диаметра фарфоровой чашки на 2-3 мм.

Трубку воронки неплотно закрывают ватным тампоном, перегородка из фильтровальной бумаги необходима для того, чтобы сублимат (йод) не попадал обратно в чашку.

Чашку с фильтром и воронкой помещают на специальное металлическое кольцо и закрепляют в штативе на определенном расстоянии от нагревательного элемента, например, плитки (рис. 3). Затем включают электроплитку и медленно нагревают чашку с йодом, следя за температурой. превышать температуру плавления йода, т.е. находиться в пределах 70-80°C.

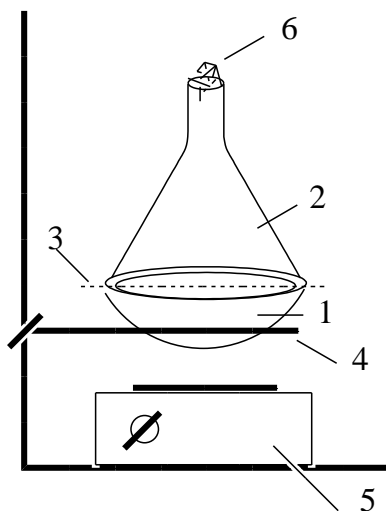


Рис. 3. Установка для возгонки: 1 – фарфоровая чашка с йодом; 2 – воронка; 3 – бумажный фильтр; 4 – кольцо; 5 – электрическая плитка; 6 – вата

Процесс сублимации происходит медленно и нужно дождаться, чтобы образовалось достаточное количество вещества – 0,2 - 0,5 г затем

определяют массу полученного сублимата на весах и температуру его плавления и сравнивают ее со справочными данными.

Твердый йод становится жидким при $113,6^{\circ}\text{C}$, жидкий йод закипает при температуре $185,5^{\circ}\text{C}$.

Техника безопасности

Процесс возгонки необходимо осуществлять под включенной тягой, соблюдать правила обращения с нагревательными элементами, не вдыхать пары йода во избежание поражения слизистых оболочек, после проведения эксперимента дать прибору остыть и лишь после этого разобрать установку для возгонки.

Лабораторная работа № 3 **СУБЛИМАЦИОННАЯ ОЧИСТКА БЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ**

Ц е л ь р а б о т ы: очистить бензойную кислоту методом сублимации, определить температуру плавления очищенного вещества

Реактивы и оборудование:

1. Бензойная кислота – 1 г.
2. Сублиматор – 1 шт.
3. Штатив – 1 шт.
4. Плитка электрическая – 1 шт.
5. Фарфоровая ступка – 1 шт.
6. Весы – 1 шт.

МЕТОДИКА И ТЕХНИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Предварительно растирают в ступке бензойную кислоту. Возгонка происходит только с поверхности вещества и поэтому бензойная кислота должна быть очень тонко измельчена. Затем взвешивают 1 г тонко измельченной бензойной кислоты и помещают в сублиматор. Сублиматор закрепляют в штатив и устанавливают на определенном расстоянии от плитки (рис. 4).

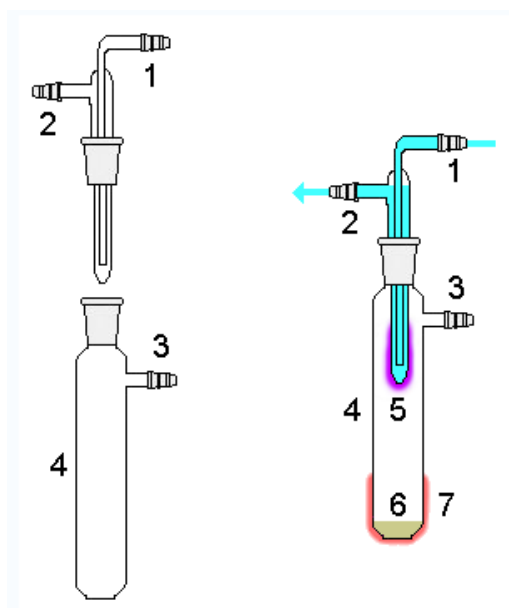


Рис. 4. Простой сублимационный аппарат

Сублимационный аппарат состоит из конденсатора 1, осаждающем на себе пар. Конденсатор содержит холодную воду, циркулирующую в нем, через отверстие 2 осуществляется выход холодной воды.

Кроме конденсатора в аппарат для сублимации входят: вакуум/газ-линия 3, сублимационная камера 4. При работе сублимируемый продукт 5 осаждается на конденсаторе, очищаемый материал 6 помещают на дно камеры, снизу подводят внешний нагрев 7.

Охлаждающая поверхность «пальца»-конденсатора должна быть по возможности незначительно удалена от нагреваемого пространства, откуда происходит возгонка.

После закрепления сублиматора с веществом, прибор подключают к вакуумной линии (водоструйный или масляный насос) и включают электрическую плитку. Нагревание ведут медленно, следя за температурой. Температура в сублиматоре не должна быть выше 90°C .

Бензойная кислота при легком нагревании переходит из твердого состояния в парообразное. Пары бензойной кислоты, соприкасаясь с холодным конденсатором, оседают на поверхности «пальца», так постепенно образуются очищенные кристаллы бензойной кислоты.

После возгонки прибор охлаждают. При открывании сублиматора необходимо избегать встряхивания, чтобы не вызвать опадания сублимата с охлаждающего элемента. Полученное вещество аккуратно переносят на лист бумаги,

взвешивают, определяют выход очищенного продукта и температуру плавления.

Температура плавления бензойной кислоты 122.4°C , температура кипения 249°C .

Техника безопасности

При выполнении работы необходимо соблюдать правила работы с нагревательными приборами; после проведения сублимации отключить электроплитку, вакуумную линию и циркуляцию воды, дать прибору остыть и лишь после этого разобрать установку.

Кроме бензойной кислоты методом сублимации можно очищать малеиновый ангидрид, антрахинон, нафталин, фенантрен, антрацен, камфору.