Значение органического синтеза

Теоретическое занятие

Специальность: 18.02.06 Химическая технология органических веществ

ОП.03 Органическая химия

Тема 1.1. Значение органического синтеза

Преподаватель: Титова Н. В.

2023

Техника безопасности при работе в химической лаборатории

Наиболее вероятными источниками несчастных случаев являются: неумелое обращение с химическими веществами (отравление, химические ожоги, пожары, взрывы, аллергии), с лабораторными приборами (поражение электрическим током, термические ожоги и травмы), а также со стеклянными приборами и посудой (порезы и т. д.). Допуск студентов к занятиям в лабораторию разрешается только после знакомства с инструкцией по технике безопасности и вводного инструктажа, что фиксируется личной росписью прошедших инструктаж. Лица, грубо нарушившие правила работы и техники безопасности в лаборатории, отстраняются преподавателем от выполнения лабораторных работ до сдачи зачета по технике безопасности. Ответственность за хранение реактивов, приборов, оборудования и материалов возлагается на лаборанта. Каждый работающий должен знать, где в лаборатории находятся аптечка и средства для оказания первой медицинской помощи, индивидуальные средства защиты (перчатки, противогаз, фартук), средства пожаротушения (ящик с песком, огнестойкое одеяло, огнетушитель). В конце занятий все студенты обязаны навести порядок на своем рабочем месте, проверить выключение электроэнергии, воды, приборов и аппаратов, убрать легко воспламеняющийся мусор, вымыть стеклянную посуду, сдать реактивы лаборанту. После этого сдать рабочее место дежурным по лаборатории, которые в свою очередь сдают лабораторию лаборанту.

Общие правила проведения работ:

1. При выполнении работы не загромождайте рабочее место лишними предметами. Работающий должен знать основные свойства используемых и получаемых веществ, их действие на организм, правила работы с ними и на основе этого принять все меры для безопасности проведения работ.

2. Запрещено проводить опыты в грязной посуде, а также пользоваться для проведения опытов веществами из склянок без этикеток или с неразборчивой надписью. Нельзя выливать избыток реактива из пробирки обратно в реактивную склянку. Сухие соли набирают чистым шпателем или ложечкой. Не следует путать

пробки от разных склянок. Чтобы внутренняя сторона пробки оставалась чистой, пробку кладут на стол внешней поверхностью. Нельзя уносить реактивы общего пользования на свое рабочее место.

3. После опытов дорогостоящие реактивы (например, остатки солей серебра) собирают в специально отведенную посуду. Нельзя выливать в раковину остатки растворителей, горючих веществ, реакционные смеси, растворы кислот, щелочей и других вредных веществ. Они собираются в специальную посуду («слив органики»).

4. Запрещено засорять раковины и сливы в вытяжных шкафах песком, бумагой, битой посудой и другими твердыми отходами, что приводит к выходу канализации из строя. Все твердые отходы следует выбрасывать в урну. При выполнении работ бережно расходуйте реактивы, электричество и воду. Нельзя оставлять без надобности включенные электроприборы и горящие спиртовки. По окончании работ нужно немедленно отключить электроприборы и погасить спиртовки.

5. Выполнение лабораторной работы и каждого отдельного опыта требует строгого соблюдения всех указаний, содержащихся в описании работы. Опыт должен исполняться тщательно, аккуратно и без спешки. Студентам категорически запрещается без разрешения преподавателя проводить какие-либо опыты, не относящиеся к данной работе, или изменять порядок проведения опыта. Следует помнить, что каждый, даже кажущийся внешне простым опыт может оказаться при необдуманном выполнении опасным. В лаборатории запрещается пробовать на вкус реактивы, а также принимать пищу, пить и курить. Перед уходом из лаборатории рекомендуется тщательно мыть руки.

Правила техники безопасности:

1. Перед началом работы необходимо надеть спецодежду, подготовить рабочее место, убрать все лишнее. Нельзя класть на лабораторные столы посторонние предметы (сумки, шапки и др.), а также вешать в лаборатории верхнюю одежду. Все работы необходимо проводить только в вытяжном шкафу при работающей вентиляции. Створки, дверцы и заслонки вытяжных шкафов

во время работы следует держать максимально закрытыми (до 18 – 20 см. от его рабочей поверхности). Избегайте лишних движений и разговоров в лаборатории. Избегайте непосредственных контактов кожи, глаз и дыхательных путей с химикатами.

2. Измельчение твердых веществ, дающих едкую пыль (щелочи, известь, йод и др.), разбавление концентрированных кислот и щелочей и т. п. нужно проводить в фарфоровой посуде в вытяжном шкафу, защитив глаза очками, а руки перчатками. Разбавляя концентрированные кислоты, особенно серную, осторожно вливают кислоту в воду.

3. С легковоспламеняющимися жидкостями нельзя работать вблизи нагревательных приборов. Запрещается нагревать летучие легковоспламеняющиеся жидкости, вещества (эфиры, бензины, спирты, ацетон и т. д.) на открытом пламени. Для этого необходимо использовать водяную или масляную баню.

4. Перед использованием спиртовка должна быть заправлена этанолом (не более 2/3 объема спиртовки), диск плотно прикрывать отверстие резервуара спиртовки, фитиль в трубке должен входить не слишком плотно, но и не выпадать из трубки. Неиспользуемая спиртовка должна быть закрыта колпачком. Спиртовку зажигают только от горящей спички или лучинки. Нельзя зажигать ее от другой спиртовки или от зажигалки. Никогда не следует дуть на горящую спиртовку. Тушат ее, накрыв колпачком. Регулировка пламени производится выдвижением (увеличение пламени) или убиранием фитиля (уменьшение пламени). Нагревание на спиртовке производят следующим образом: сначала прогревают пробирку с содержимым в течение 15 – 20 секунд, затем приступают непосредственно к нагреванию содержимого пробирки. При нагревании нельзя прикасаться дном пробирки к фитилю. На спиртовке можно нагревать только посуду из 6 тонкого (химического) стекла. Пробирки при нагревании закрепляют либо в штативной лапке, либо в пробиркодержателе ближе к отверстию. Отверстие пробирки необходимо направлять от себя и окружающих во избежание выброса веществ из пробирки.

5. Знакомясь с запахом вещества, нельзя наклоняться над сосудом с жидкостью и вдыхать полной грудью. Для этого нужно направить рукой струю воздуха от отверстия сосуда к себе и сделать носом легкий вдох.

6. Запрещается набирать ртом при помощи пипетки или трубки любые вещества. Для этого следует пользоваться сифоном или резиновой грушей.

7. Особенно внимательно нужно проводить сборку установок из стекла. При этом нельзя зажимать стеклянные изделия в лапки штативов без соответствующей мягкой прокладки. Особенно осторожно обращайтесь с тонкостенной посудой, термометрами и холодильниками.

8. Нельзя нагревать закупоренные любые аппараты и сосуды. Нельзя нагревать жидкости в толстостенной и мерной посуде (она может лопнуть). При приливании реактивов нельзя наклоняться над отверстием сосуда во избежание попадания брызг на лицо и одежду. Нельзя также наклоняться над нагреваемой жидкостью, так как ее может выбросить. Никогда не направляйте открытый конец пробирки к себе или в сторону вашего соседа.

Правила противопожарной безопасности:

1. Осторожно обращайтесь с нагревательными приборами. Запрещается работать с неисправным оборудованием и приборами. Категорически запрещается использовать для подключения электроприборы с оголенными проводами или с поврежденной изоляцией.

2. В случае воспламенения горючих веществ быстро выключите вентиляцию вытяжного шкафа, погасите спиртовку, обесточьте электронагревательные приборы, уберите сосуды с огнеопасными веществами и тушите пожар:

– горящие жидкости прикройте асбестом, а затем, если нужно, засыпьте песком, но не заливайте водой;

– в случае возгорания одежды на человеке необходимо накрыть его асбестовым одеялом;

– небольшие локальные пожары тушить при помощи углекислотного огнетушителя; при большом задымлении использовать противогаз. В случаях пожара в лаборатории студенты должны немедленно покинуть лабораторию.[1]

Меры первой помощи при несчастных случаях

В лаборатории бывают случаи, требующие неотложной медицинской помощи, – порезы рук стеклом, ожоги горячими предметами, кислотами, щелочами. Для оказания первой помощи в лаборатории имеется аптечка. В серьезных случаях необходимо пострадавшего сопроводить к врачу.

При мелких порезах стеклом удалите осколки из раны, смойте кровь, продезинфицируйте раствором йода и перевяжите бинтом. При ожоге рук или лица реактивом смойте реактив большим количеством воды, затем в случае ожога щелочью − раствором борной кислоты, в случае ожога кислотой − раствором гидрокарбоната натрия, а затем опять водой. Одежду, соприкасавшуюся с реактивами, следует снять. При ожоге горячей жидкостью или горячим предметом обожженное место промойте проточной холодной водой в течение 5 – 10 мин. Затем пострадавшего следует немедленно доставить в ближайшее лечебное учреждение. При попадании химического вещества в глаза их необходимо обильно промыть в течение 10 – 15 мин струей холодной воды так, чтобы она стекала от носа к виску. Веки пораженного глаза во время промывания должны быть осторожно развернуты. Контактные линзы перед промыванием следует снять. Затем в любом случае пострадавшего незамедлительно доставить в глазную клинику. При попадании яда внутрь необходимо вызвать рвоту принятием теплого раствора поваренной соли (3 – 4 чайные ложки на стакан воды) и затем надавить пальцем на заднюю часть зева, давая пострадавшему пить большое количество теплой воды. Если пострадавший потерял сознание или же отравление вызвано проглатыванием растворителя, кислоты или щелочи, то рвоту вызывать нельзя. Пострадавшего перенести на свежий воздух и оставить в спокойном положении в тепле. Немедленно вызвать бригаду неотложной помощи.

[1] Клюев М. В, Абдулаев М. Г. Органическая химия. Учебное пособие. – М.: Юрайт, 2022.

При поражении электрическим током необходимо быстро освободить пострадавшего от действия тока путем отключения электроэнергии общим рубильником. Вынести пострадавшего на свежий воздух и при необходимости сделать ему искусственное дыхание и массаж сердца. Немедленно вызвать скорую помощь.[2]

Оборудование химической лаборатории и химическая посуда

В лабораторной практике используются различные виды химической посуды, приборы и аппараты. Это могут быть простейшие приспособления, выполненные из различных сортов стекла, такие как химические стаканы, конические воронки для фильтрации, круглодонные и плоскодонные колбы. Данный вид химической посуды обозначают как «посуда общего назначения». Всегда следует перед началом работы точно определить, является ли используемая посуда термостойкой, или нет. Также следует отмечать наличие повреждений на посуде, подвергаемой нагреву (сколы, трещины и т. д.). Термостойкое стекло на заводах-изготовителях помечают матовым белым символом, это может быть квадрат, прямоугольник или круг. Такую посуду можно нагревать непосредственно на электроплитке через асбест. Посуду без соответствующего символа можно подвергать нагреву только при помощи «бани» с соответствующим теплоносителем (вода, масло, глицерин, песок). Также из стеклянной химической посуды «общего назначения» в лабораторной практике используются пробирки, стеклянные шпатели, трубки из легкоплавкого стекла (их можно сгибать под нужным углом даже на пламени спиртовки), стеклянные палочки. Отдельно стоит отметить фарфоровую химическую посуду, среди которой наибольшее употребление находят чаши для выпаривания, ступки и пестики для измельчения твердых веществ, фарфоровые шпатели и стаканы. Следует четко различать чаши для выпаривания и ступки для растирания веществ. Первые тонкостенные и круглодонные, что способствует быстрейшему испарению сольвента, вторые, напротив, выполнены из «массивного» фарфора, и нагревать их не рекомендуется. Фарфоровые стаканы используют в основном для смешивания воды с кислотами или щелочами, а также для проведения реакций нейтрализации.

[2] Артеменко А. И. Органическая химия. Учебник для СПО. – СПб.: Лань, 2023.

Также выделяют химическую посуду специального назначения. Сюда относят специализированные элементы лабораторных установок, такие как двух-, и трехгорлые круглодонные колбы, которые используют в качестве химических реакторов, делительные воронки (служат для экстракции), алонжи, насадки Дина-Старка и Клайзена, пористые фильтры Шотта, воронки Бюхнера и колбы Бунзена для вакуум-фильтрации, холодильники Либиха, которые в зависимости от своего положения в гравитационном поле Земли могут быть «прямыми» (нисходящими) или «обратными», капельные воронки.

Основные приемы и методы работы в химической лаборатории

Измельчение твердых материалов часто бывает необходимым этапом в осуществлении различных лабораторных операций. Например, при проведении гетерогенных процессов за счет измельчения достигается увеличение поверхности твердой фазы, что приводит к возрастанию скорости реакции, измельченное вещество быстрее растворяется, эффективнее экстрагируется. Измельчение происходит путем дробления, размалывания или растирания. Выбор способа измельчения зависит от механических и химических свойств материала. Небольшие количества веществ обычно измельчают в ступках (металлических, фарфоровых, агатовых). В металлических ступках можно проводить дробление и растирание, фарфоровые и агатовые ступки предназначены только для растирания. Растирание лучше производить небольшими порциями, заполняя ступку на одну треть объема.

Для измельчения больших количеств веществ служит шаровая мельница. В ней за один прием можно измельчить до 1 кг. сухого вещества. Шаровая мельница представляет собой толстостенный фарфоровый цилиндрический сосуд, заполняемый примерно на одну треть веществом и таким же объемом фарфоровых шаров. Плотно закрытую мельницу вращают на специальном устройстве. Измельченное вещество просеивают через сита для отделения частиц нужной величины. Более крупные частицы подвергают повторному измельчению. Небольшие количества растительного или животного материала измельчают в гомогенизаторе. По принципу действия гомогенизатор похож на бытовую

кофемолку. Для более эффективного измельчения исходный материал предварительно подвергают глубокому замораживанию (например, жидким азотом). Особо тонкое измельчение тканей и органов, включая разрушение клеток, проводят ультразвуком. Перемешивание относится к числу общеупотребительных приемов лабораторной техники, например, при проведении реакции требуется перемешивание реакционной массы как в гетерогенной, так и в гомогенной средах. Перемешивание осуществляется с помощью мешалок различных форм. Для перемешивания в открытых сосудах применяют мешалки, согнутые из стеклянной палочки. Они удобны тем, что им можно придать требуемую форму в соответствии с формой и размером сосуда. Для перемешивания в узкогорлых сосудах используют мешалки с двумя кольцами, лопастные, якорные или проволочные. В синтетической практике бывает необходимо исключить утечку из реакционного сосуда паров растворителя или, наоборот, проникновение в реакционную среду воздуха и паров воды. В этих случаях мешалку герметизируют с помощью затворов различной конструкции. В качестве простейшего затвора используют кусок резинового шланга, надетого на направляющую трубку. Для облегчения вращения мешалки шланг смазывают глицерином или силиконовой жидкостью. Более эффективная герметизация обеспечивается с помощью ртутного затвора. Запирающей жидкостью в нем служит ртуть (отсюда и его название), глицерин или вазелиновое масло. Удобны затворы с цилиндрическим шлифом. Вращение мешалки обеспечивается электромотором, вал которого соединяется со стержнем мешалки коротким отрезком вакуумного шланга. Для равномерной и бесшумной работы мешалки положение ее оси фиксируют. Если перемешивание осуществляется в открытом сосуде, достаточно пропустить стержень мешалки через отрезок стеклянной трубки, закрепленной в лапке штатива и имеющей несколько больший диаметр по сравнению со стержнем мешалки. Для этой же цели можно использовать резиновую пробку с отверстием по центру. Широкое применение получили магнитные мешалки. С их помощью можно осуществлять перемешивание в герметически закрытых сосудах. Содержимое колбы перемешивается заплавленным в стекло или пластмассу железным стержнем. Вращение стержня

обеспечивается магнитом, насаженным на вал электромотора. Нагревание осуществляют с помощью различных нагревательных приборов. Для более равномерного нагревания в определенном интервале температур принято использовать бани с соответствующими теплоносителями. Водяная баня применяется в тех случаях, когда достаточен нагрев не выше 90°С. Используя в качестве теплоносителя растворы солей (хлориды калия и кальция, иодид калия и др.), можно повысить температуру нагрева бани. Увеличение концентрации соли ведет к повышению температуры кипения раствора. Водяная баня представляет собой металлическую кастрюлю, снабженную водомерной трубкой с воронкой для контроля за уровнем жидкости в бане и доливания ее по мере испарения. Сверху баня закрывается рядом съемных концентрических колец разного диаметра. С их помощью регулируют размер отверстия, в которое помешают нагреваемый сосуд. Опускаемые в баню колбы не должны касаться ее стенок или дна. Уровень воды в бане не должен быть ниже уровня жидкости в нагреваемом сосуде. Пробирки помещают в баню в специальных круглых штативах. Масляная баня заполняется более высоко кипящим, чем вода, теплоносителем (минеральным маслом, глицерином, силиконовой жидкостью), что позволяет проводить нагревание в интервале температур 100 – 300°С (в зависимости от теплоносителя). Контроль за температурой бани осуществляют с помощью термометра, укрепленного так, чтобы ртутный шарик находился на одном уровне с дном колбы. У масляной бани «водомерная» трубка отсутствует. При работе необходимо следить, чтобы в масляную баню не попала вода, иначе может произойти вспенивание и разбрызгивание горячего масла. Песчаная баня позволяет получать более сильный нагрев по сравнению с другими видами бань. Песчаная баня представляет собой кастрюлю без ручки и крышки, заполненную наполовину чистым прокаленным песком.

Термостаты предназначены для постоянного поддерживания строго определенной температуры. Термостаты бывают воздушные и жидкостные. Воздушный термостат отличается от сушильного шкафа практически тем, что поддерживает температуру более точно и в более низком интервале

температур (обычно не выше 60°С). Чаще используется в микробиологических лабораториях. Жидкостный термостат представляет собой сосуд достаточно большой вместимости (от 1 до 10 л), снабженный нагревателем, терморегулятором, устройством для перемешивания и насосом. Насос прокачивает жидкость (обычно воду), нагретую до заданной температуры по замкнутому циклу. С помощью термостата можно нагревать реакционные смеси в сосудах с рубашкой, находящихся на удаленном расстоянии от термостата. Термостат может быть использован как обычная жидкостная баня. В этом случае термостатируемые образцы погружают в рабочий объем термостата. Термостат может быть использован не только для нагревания, но и для охлаждения. В последнем случае в него помещают смесь воды со льдом. Однако постоянство температуры выдерживается до тех пор, пока лед не растает. Охлаждение применяют для снижения скорости реакции, инициирования кристаллизации, а также при работе с термолабильными соединениями. Простейший способ состоит в том, что сосуд с охлаждаемым веществом помещают в баню с холодной водой или льдом. Для быстрого охлаждения небольших сосудов и пробирок их помещают под струю водопроводной воды. Для достижения температур ниже 0°С используют охлаждающие смеси, состоящие из льда и неорганических солей. Глубокое охлаждение (–70...–80°С) достигается с помощью твердого диоксида углерода (сухого льда). Охлаждаемую смесь помешают в баню с ацетоном или спиртом, куда прибавляют ку- 13 сочки сухого льда до достижения нужной температуры! Для получения очень низкой температуры охлаждение производят сжиженными газами (жидким воздухом или азотом). В последних двух случаях используют вместо бани сосуды Дьюара, т. е. сосуды с двойными стенками, из внутреннего пространства которых откачан воздух. Известным примером сосуда Дьюара служит внутренний сосуд бытового термоса.

Простейшим способом отделения жидкости от находящихся в ней частиц твердого вещества является декантация, т. е. сливание жидкости с осадка. Однако с помощью декантации трудно отделить полностью жидкую фазу от твердой. Это достигается фильтрованием – пропусканием жидкости с осадком через

фильтрующий материал. Существуют различные фильтрующие материалы и различные способы фильтрования. Наиболее распространенным фильтрующим материалом в лаборатории является фильтровальная бумага. Из нее изготавливают бумажные фильтры. Размер фильтра определяется массой осадка, а не объемом фильтруемой жидкости. Отфильтрованный осадок должен занимать не более половины объема фильтра. Перед началом работы фильтр смачивают растворителем, который предстоит фильтровать. Во время фильтрования уровень жидкости должен быть немного ниже верхнего края бумажного фильтра. Фильтр должен плотно прилегать к внутренней поверхности стеклянной воронки. Складчатый фильтр имеет большую фильтрующую поверхность, и фильтрование через него идет быстрее. При его изготовлении сложенный простой фильтр складывают гармошкой, которую затем разворачивают. Если в растворе содержатся сильные кислоты или другие агрессивные вещества, разрушающие бумагу, для фильтрования используют стеклянные тигли с пористым стеклянным дном или стеклянные воронки с впаянными в них пористыми стеклянными пластинками. Стеклянные фильтры в соответствии с размером пор имеют номера (маркировка сделана на самом фильтре). Чем больше номер фильтра, тем меньше сечение пор и тем более мелкие осадки можно на нем фильтровать. Обычный способ фильтрования сводится к использованию стеклянной воронки с вложенным в нее бумажным фильтром. Воронку вставляют в кольцо, под нее ставят стакан или плоскодонную колбу для сбора отфильтрованной жидкости (фильтрата). Носик воронки должен быть немного опущен в приемник и касаться его стенки. Фильтруемую жидкость переносят на фильтр по стеклянной палочке. Для ускорения и более полного отделения осадка от фильтрата прибегают к фильтрованию в вакууме, иногда называемому отсасыванием. Обычный прибор для фильтрования в вакууме состоит из колбы Бунзена и воронки Бюхнера. В плоскодонную толстостенную колбу Бунзена с помощью резиновой пробки вставлена фарфоровая воронка Бюхнера, имеющая плоскую дырчатую перегородку, на которую кладут бумажный фильтр. Фильтр вырезают по размеру дна воронки. Вакуум создают водоструйным насосом. При ослаблении напора в водопроводной сети вода

из насоса может попасть в прибор. Во избежание этого используют предохранительную склянку. При проведении фильтрования в вакууме соблюдается определенная последовательность операций. Вначале подключают водоструйный насос и присоединяют его к системе. Затем смачивают фильтр небольшим количеством того растворителя, который предполагается фильтровать. Если при фильтровании возникает свистящий звук, то это указывает на неплотно положенный или прорвавшийся фильтр. В этом случае фильтр заменяют. Собранный на фильтре осадок отжимают стеклянной пробкой, пока из воронки не перестанет капать маточный раствор. Если осадок на воронке Бюхнера требуется промыть, то сначала соединяют колбу Бунзена с атмосферой (это удобно делать с помощью трехходового крана), затем осадок пропитывают промывающей жидкостью и фильтруют, вновь подключив вакуум. После окончания фильтрования сначала отключают всю систему от вакуума и лишь после этого выключают водоструйный насос. Для фильтрования в вакууме небольших количеств веществ применяют прибор на шлифах со стеклянным фильтром или воронку со стеклянным гвоздиком. На шляпку гвоздика кладут бумажный фильтр несколько большего диаметра, чем размер шляпки. Горячие растворы обычно фильтруются быстрее, чем холодные, так как нагретая жидкость обычно имеет меньшую вязкость. Горячее фильтрование проводят в стеклянных воронках, обогреваемых снаружи тем или иным способом. Простейший способ, наиболее применимый для фильтрования водных растворов, состоит в использовании воронки с укороченным хвостом, которую помещают в стакан без носика с диаметром несколько меньшим, чем верхний край воронки. На дно стакана наливают немного воды, а воронку закрывают часовым стеклом. Воду в стакане доводят до кипения. Когда пары воды нагреют воронку, часовое стекло снимают и в воронку наливают горячую фильтруемую смесь. В течение всего процесса фильтрования раствор в стакане поддерживают в состоянии слабого кипения. Часто используют также устройство для горячего фильтрования, которое состоит из полого металлического кожуха с отводом и вставленной в него стеклянной воронки с бумажным фильтром. Кожух заполняют водой и с помощью горелки доводят воду до кипения.

Затем проводят фильтрование. Внешний нагреваемый кожух может представлять собой змеевик, обогреваемый водой или паром. Подогрев воронки может быть и электрическим.

Центрифугирование применяют для отделения аморфных рыхлых осадков. Незаменим этот метод для удаления остатков клеточных стенок при работе с растительным или животным сырьем. Центрифуга представляет собой прибор, в котором используется принцип центробежных сил. Ротор центрифуги насажен на вертикальный вал электромотора и снабжен гнездами для пробирок, в которые помещают подлежащую центрифугированию взвесь. При быстром вращении ротора происходит оседание взвешенных частиц (седиментация) и их уплотнение в виде осадка на дне центрифужной пробирки. Независимо от числа гнезд в роторе (а оно всегда бывает четным), работу проводят только с четным числом пробирок. Перед началом работы пробирки с содержимым уравновешивают на центрифужных или технических весах. После грубого уравновешивания всех пробирок проводят попарное точное уравновешивание. Взаимно уравновешенные пробирки устанавливают в роторе напротив друг друга. Центрифужные пробирки нельзя наполнять более чем на две трети объема.

Категорически запрещается центрифугировать неуравновешенные пробирки или нечетное их число. Скорость и продолжительность центрифугирования зависят от характера отделяемого осадка и обычно подбираются экспериментально. Кристаллические осадки оседают быстро, а для осаждения тонкой взвеси требуется значительно большая скорость вращения и длительное время. После центрифугирования надосадочную жидкость отделяют либо декантацией (если осадок плотный), либо с помощью пипетки (если осадок рыхлый). Для промывания осадка в пробирку наливают промывную жидкость, осадок взмучивают и центрифугирование повторяют. Под высушиванием обычно понимают удаление воды, хотя в более широком смысле это и удаление остатков органических растворителей из твердых веществ. Высушиванию подвергают газы, жидкости и твердые вещества. Высушивание можно осуществить с помощью физических или химических способов. Физическими способами высушивают путем

пропускания через высушиваемое вещество сухого газа (воздуха), нагревания или выдерживания его в вакууме, охлаждения (вымораживания), дробной перегонки, азеотропной перегонки и т. д. Химические высушивающие средства можно подразделить на вещества, образующие с водой гидраты (например, серная кислота, хлорид кальция, сульфаты меди, кальция, магния, натрия), и вещества, реагирующие с водой с образованием других соединений (например, оксид фосфора (V), оксид кальция, металлический натрий, магний, гидрид кальция и др.). При выборе высушивающих средств необходимо руководствоваться правилом, что осушитель не должен реагировать с осушаемым веществом. Так, применение концентрированной серной кислоты ограничено из-за ее взаимодействия со многими органическими веществами (аминами, спиртами и др.), щелочи нельзя использовать для высушивания веществ кислотного характера. Один из наиболее распространенных осушителей – безводный хлорид кальция – способен образовывать комплексные соединения с такими веществами, как спирты, амины, аминокислоты, амиды. Осушитель для веществ неизвестного строения следует выбирать с большой осторожностью. При использовании осушителей, образующих с водой гидраты, нужно учитывать, что гидраты некоторых солей сравнительно слабо удерживают кристаллизационную воду. В этом случае очень важно, при какой температуре происходит высушивание. Чем ниже температура, тем более эффективно осушение. Осушители, химически реагирующие с водой, как правило, более эффективны, потому что такое взаимодействие обычно представляет собой необратимую реакцию. Поэтому для наиболее полного обезвоживания, так называемого абсолютирования, органических растворителей применяют осушители именно этой группы. Так, продажный спирт-ректификат содержит 95,6% этанола и 4,4% воды. Кипячением со свежепрокаленным оксидом кальция можно получить абсолютный спирт (99,5% этанола). Для получения совершенно безводного этанола (99,95%) спирт подвергают воздействию металлического магния или натрия.

Высушивание газов производят путем пропускания их либо через слой водопоглощающей жидкости (обычно через концентрированную серную кислоту),

налитой в промывную склянку Дрекселя, либо через слой гранулированного осушителя, помещенного в специальную колонку или U-образную трубку. Наиболее эффективными осушителями адсорбционного типа являются оксид алюминия и оксид кремния (силикагель). Преимущество адсорбентов состоит в том, что они химически нейтральны, не расплываются при насыщении водой, легко регенерируются при нагревании. В последние годы стали применяться молекулярные сита – гранулированные адсорбенты на основе алюмосиликатов, имеющие разветвленную поверхность с четко фиксированным размером пор. Они способны поглощать молекулы строго определенного размера. Молекулы, имеющие больший размер, чем размер пор используемого молекулярного сита, не сорбируются. Для удаления воды используются молекулярные сита с размером пор 0,4 нм. Сильное охлаждение является эффективным способом высушивания газа и воздуха. При пропускании тока газа через ловушку, охлажденную смесью ацетона с сухим льдом или жидким азотом, происходит вымораживание воды, которая осаждается на поверхности ловушки. Высушивание жидкостей обычно осуществляется с помощью непосредственного контакта с тем или иным осушителем. Например, твердый осушитель помещают в колбу, в которой находится высушиваемая органическая жидкость, или же высушиваемую жидкость пропускают через слой осушителя, помещенный в колонку. Следует учитывать, что применение слишком большого количества осушителя может привести к потере вещества в результате его сорбции. Кроме того, жидкости можно сушить путем дробной или азеотропной отгонки воды. Из некоторых жидкостей, затвердевающих при плюсовых температурах (уксусная кислота, диоксан, диметилсульфоксид), воду можно удалить методом вымораживания. Например, уксусную кислоту, содержащую воду, охлаждают до температуры 0 ... 5°С. Уксусная кислота, температура плавления которой 16,6°С, затвердевает, а незастывшую воду отделяют декантацией. В результате получают так называемую ледяную уксусную кислоту. Недостаток метода вымораживания состоит в том, что не удается достичь полного обезвоживания. Высушивание твердых веществ обычно производят простейшим способом, состоящим в том, что высушиваемое вещество помещают тонким слоем

на лист чистой фильтровальной бумаги и оставляют при комнатной температуре. Высушивание ускоряется, если его проводят при нагревании, например в сушильном шкафу. Эффективность высушивания повышается при уменьшении давления, например, при остаточном давлении 17 мм рт. ст. вода кипит уже при 20°С. Поэтому в вакуумном сушильном шкафу сушка происходит гораздо интенсивнее. Особенно она целесообразна при высушивании термолабильных соединений. Относительно небольшие количества твердых веществ сушат в обычных или вакуумных эксикаторах, которые представляют собой толстостенные сосуды с притертой шлифованной крышкой. Шлифованные поверхности крышки и самого эксикатора должны быть смазаны. Осушитель находится в нижней части эксикатора, а высушиваемые вещества в бюксах или чашках Петри размещают на фарфоровой перегородке. Вакуумный эксикатор отличается от обычного тем, что в его крышке есть кран для подключения к вакууму. Эксикаторы применяют только для работы при комнатной температуре, их нельзя нагревать. В процессе высушивания веществ в вакуумном эксикаторе его не следует держать постоянно присоединенным к водоструйному насосу, потому что как только будет достигнуто максимальное при данных условиях разрежение, движение воздуха из эксикатора к насосу прекратится и пары воды из насоса начнут диффундировать к высушиваемому веществу. Взвешивание – определение массы химических веществ, осуществляется в лаборатории с помощью различных типов весов. Лабораторные весы делят на технические, аналитические и специальные. Главная тенденция в развитии техники взвешивания – использование электронных устройств, дающих информацию о массе веществ в форме цифровых сигналов. Чувствительность весов – это минимальное изменение массы, которое весы в состоянии отметить. Для уменьшения погрешности при взвешивании весы устанавливают в специальной весовой комнате.[3]

Химическая посуда и лабораторное оборудование

[3] Клюев М. В, Абдулаев М. Г. Органическая химия. Учебное пособие. – М.: Юрайт, 2022.

Стеклянная посуда общего назначения. Основным требованием, предъявляемым к стеклянной посуде, является ее химическая и термическая устойчивость. Химическая устойчивость – это свойство стекла противостоять разрушающему действию растворов щелочей, кислот и других веществ. Термическая устойчивость – способность посуды выдерживать резкие колебания температуры.

Лучшим стеклом для изготовления лабораторной посуды считается пирекс. Этот тип стекла обладает термической и химической устойчивостью, имеет малый коэффициент термического расширения. Пирексное стекло содержит 80% оксида кремния (IV). Температура размягчения его около $+620^0$C. Для проведения опытов при высоких температурах используют посуду из кварцевого стекла. Кварцевое стекло содержит 99,95% оксида кремния (IV), температура размягчения его $+1650^0$C.

Лабораторную посуду изготавливают в основном из стекла типов ТУ (термически устойчивое), ХУ-1 и ХУ-2 (химически устойчивое). Содержание оксида кремния (IV) в обычном лабораторном стекле составляет 70%.

В лабораторной практике наибольшее распространение получили следующие виды стеклянной посуды:

- Пробирки простые и калиброванные (с делениями, указывающими объем) (рис. 1) используют для проведения опытов с небольшим количеством реактивов. Объем реактива в пробирке не должен превышать половины ее объема.

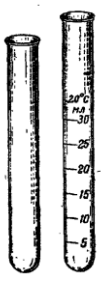


Рисунок 1. Пробирки простые и калиброванные

- Лабораторные стаканы (рис. 2) выпускают различных размеров, с носиком и без носика, простые и калиброванные. Стаканы предназначены для выполнения самых разнообразных процедур.

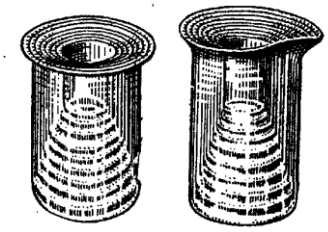


Рисунок 2. Лабораторные стаканы

- Колбы различного размера и формы (круглые, конические, плоскодонные – рис. 3, круглодонные – рис. 4). Например, в лабораторной практике широко применяют конические плоскодонные колбы (колбы Эрленмейера). Колба Вюрца (рис. 5) представляет собой круглодонную колбу с отводной трубкой под углом 60-80^0. Ее используют для получения газов и для отгонки жидкостей при атмосферном давлении.



Рисунок 3. Колбы

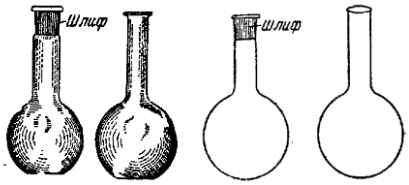


Рисунок 4.Колбы круглодонные

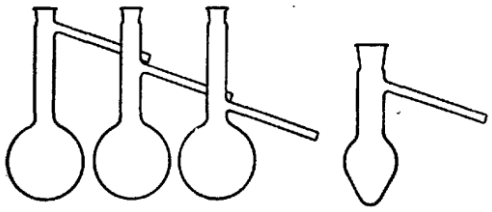


Рисунок 5. Колбы Вюрца

- Воронки химические служат для переливания жидкостей и фильтрования; капельные воронки (рис. 6) используют для введения

в реакционную среду жидких реактивов небольшими порциями. Воронки делительные (рис. 7) применяют для разделения несмешивающихся жидкостей.

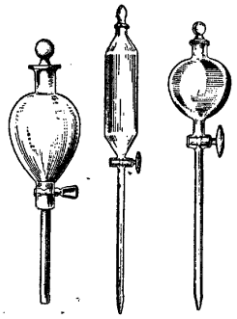


Рисунок 6. Капельные воронки

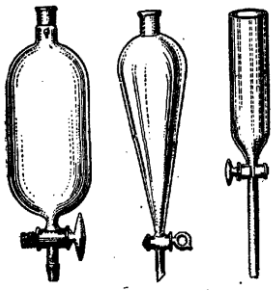


Рисунок 7. Воронки делительные

- Капельницы используют для введения реактивов малыми порциями, по каплям.
- Бюксы предназначены для взвешивания и хранения жидких и твердых веществ.
- Часовые стекла используют для проведения реакций в малых объемах (капельные реакции) и для взвешивания твердых веществ.
- Холодильники применяются для охлаждения и конденсации паров, образующихся при нагревании различных веществ. При перегонке применяют прямые холодильники (Либиха) (рис. 8), а при кипячении растворов и жидкостей, экстракции и других подобных процессах используют обратные холодильники (рис. 9).

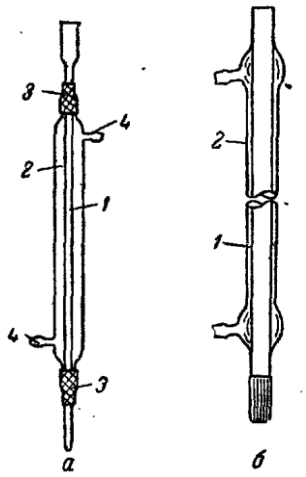


Рисунок 8. Прямые холодильники: а – с резиновыми муфтами; б – со шлифом; 1 – форштос; 2 – рубашка; 3 – соединительные резиновые трубки (муфты); 4 – отростки

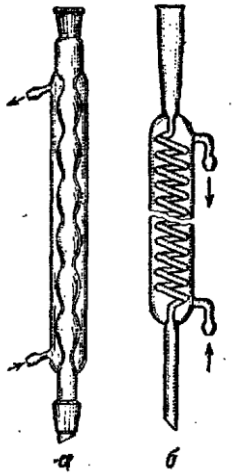


Рисунок 9. Обратные холодильники: а – шариковый (Аллина); б – змеевиковый

- Кристаллизаторы (рис. 10) применяют для получения кристаллов веществ из насыщенных растворов или для охлаждения химических стаканов или колб с реагирующими веществами.

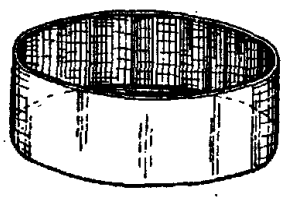


Рисунок 10. Кристаллизаторы

- Аллонжи (рис. 11) играют роль соединительных элементов в установках по пергонке веществ.

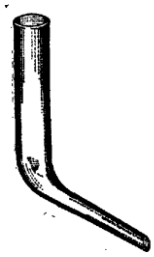


Рисунок 11. Аллонжи

- Эксикаторы (рис. 12) применяют для медленного высушивания и хранения веществ, легко поглощающих влагу из воздуха. Нижнюю часть эксикатора заполняют водопоглощающими веществами (прокаленный хлорид кальция, концентрированная серная кислота, оксид фосфора (V) и др.). Над поглотителем на фарфоровом вкладыше помещают бюксы или тигли с веществами, подлежащими осушке. Различают два основных типа эксикаторов: обычные эксикаторы и вакуум-эксикаторы.

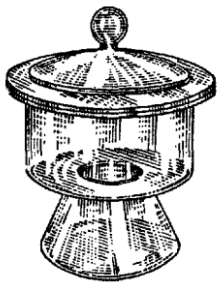


Рисунок 12. Эксикатор

- Аппарат Киппа (рис. 13) – прибор для периодического получения водорода, сероводорода, оксида углерода (IV) и других газов в лаборатории.

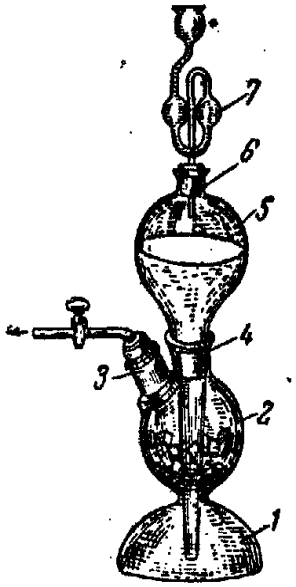


Рисунок 13. Аппарат Киппа: 1 – резервуар; 2 – шарообразное расширение; 3 – тубус для отвода газа; 4 – горло шарообразного расширения; 5 – грушевидная воронка; 6 – горло воронки; 7 – предохранительная воронка.

По сравнению со стеклянной фарфоровая посуда обладает большей химической устойчивостью к кислотам и щелочам, большей термостойкостью. Фарфоровые изделия можно нагревать до температуры около 1200^0C. Недостатком ее является непрозрачность и сравнительно большая масса. Фарфоровая посуда также разнообразна по форме и назначению:

– Стаканы бывают различной емкости, с ручкой и без ручки, с носиком и без носика.

– Фарфоровые кружки так же бывают различной емкости (обычно от 250 мл до 2-х литров.)

– Выпарительные чашки используют для выпаривания и нагревания жидкостей.

– Тигли – сосуды, применяемые для прокаливания различных твердых веществ (осадков, минералов и т.п.), а также для сплавления и сжигания. При прокаливании веществ на пламени газовой горелки тигли закрепляют в проволочных треугольниках с фарфоровыми трубками.

– Фарфоровые ступки с пестиком применяют для измельчения твердых веществ. Перед работой ступка должна быть тщательно вымыта и высушена. Вещество насыпают в ступку в количестве не более 1/3 ее объема (иначе оно будет высыпаться из ступки при измельчении). При растворении твердого вещества в ступке (с одновременным растиранием) вначале насыпают твердое вещество, а затем к нему постепенно небольшими порциями при круговом движении пестика добавляют жидкость. Всю жидкость, которую берут для растворения, употреблять не следует: не менее 1/3 количества ее оставляют для того, чтобы по окончании растворения сполоснуть ступку и обмыть пестик, после чего этот раствор добавляют к ранее полученному раствору.

– Фарфоровые ложки-шпатели применяют для отбора веществ, для снятия осадков с фильтров и при многих других работах.

– Воронки Бюхнера и фарфоровые сетки применяют для фильтрования жидкостей при пониженном давлении (под вакуумом).

Для измерения объемов жидкостей используют разнообразную мерную посуду: мерные колбы, мерные цилиндры, мензурки, пипетки и др.

- Мерные колбы служат для приготовления растворов точной концентрации и представляют собой круглые плоскодонные колбы с длинным и узким горлом, на котором нанесена тонкая черта. Эта отметка показывает границу, до которой следует наливать жидкость, чтобы ее объем соответствовал указанному на колбе значению. Цифры на колбе показывают объем жидкости (мл), на который она рассчитана. Мерные колбы обычно имеют притертые пробки. Применяют колбы на 50, 100, 250, 500 и 1000 мл. Мерные колбы меньшего объема, использующиеся для определения плотности жидкостей, называются пикнометрами.
- Мерные цилиндры представляют собой стеклянные сосуды, которые для большей устойчивости имеют широкое основание (дно) или специальную подставку. Снаружи на стенках цилиндров нанесены деления, указывающие объем (в мл). Мерные цилиндры бывают различной емкости: от 5 мл до 2 л. Их назначение – измерять (с определенной погрешностью) различные объемы жидкости.
- Мензурки – это сосуды конической формы с делениями на стенке.

- Пипетки служат для отбора точно определенных относительно небольших объемов жидкостей. Они представляют собой стеклянные трубки небольшого диаметра с делениями. Некоторые пипетки имеют расширение посредине (пипетки Мора). Нижний конец пипетки слегка оттянут и имеет внутренний диаметр до 1 мм. На верхнем конце пипетки имеется метка, до которой набирают жидкость. Некоторые пипетки снабжены двумя метками. Обычно пипетки имеют емкость от 1 до 100 мл.

- Бюретки служат для отмеривания точных объемов жидкостей, преимущественно при химико-аналитических работах (титрование). Они могут иметь различную конструкцию и иметь разный объем.

Пластмассовая посуда. В лабораторной практике используют посуду, изготовленную из полимерных материалов (полиэтилен, полипропилен, фторопласт и др.). При высокой химической устойчивости такая посуда обладает низкой термостойкостью, и поэтому ее обычно используют в работах, не требующих нагревания. Из полиэтилена изготовляют воронки для жидких и сыпучих веществ, промывалки, капельницы, флаконы и банки для транспортировки и хранения химических реактивов, пробирки для центрифугирования, пипет-дозаторы и наконечники к ним и др.

В химических лабораториях широко применяют разнообразное металлическое оборудование, преимущественно стальное:

– Штативы с набором муфт, лапок и колец используют для закрепления на них во время работы различных приборов, стеклянной посуды (холодильников, колб, делительных воронок и пр.). Кольца, закрепленные на штативе, используют также при нагревании химической посуды на металлических асбестированных сетках газовыми горелками.

– Треноги применяют в качестве подставок для различных приборов, колб и пр. Они особенно удобны при нагревании крупных по размеру колб и громоздких приборов.

– Держатели для пробирок – приспособления, которые используются при непродолжительном нагревании пробирок.

– Пинцеты – приспособления для захватывания мелких предметов, а также веществ, которые нельзя брать руками, например, металлический натрий.

– Тигельные щипцы применяют для захватывания горячих тиглей при извлечении их из муфельной печи, снятия раскаленных тиглей с фарфоровых треугольников и при всех работах, когда приходится иметь дело с раскаленными предметами.

– Зажимы – приспособления, используемые для зажимания резиновых трубок. Обычно применяют пружинные зажимы (зажимы Мора) и винтовые (зажимы Гофмана). Последние позволяют легко регулировать скорость вытекания жидкости или интенсивность прохождения газов.

В лаборатории применяют различные нагревательные приборы: газовые горелки, электрические плитки, бани, сушильные шкафы, муфельные печи и т. п.

- Наиболее часто применяют газовые горелки Бунзена и Теклю. В газовых горелках предусмотрено регулирование поступления воздуха с помощью вращения диска (горелка Теклю) или поворотом хомутика (горелка Бунзена). Горелка Теклю с регулировочным диском – более совершенный прибор, так как в ней можно точнее регулировать не только доступ воздуха, но и приток газа (с помощью винта). Зажигать газовую горелку нужно только через 1 – 2 с после пуска газа и при небольшом доступе воздуха. Затем следует отрегулировать доступ воздуха так, чтобы пламя стало несветящимся.

ВНИМАНИЕ! Необходимо помнить, что природный газ ядовит и образует с воздухом взрывоопасные смеси. Поэтому нельзя допускать утечки газа!

- Для продолжительного нагревания в пределах температуры 100 – 300 ^{0}C применяют бани: водяную, песчаную и др. Они представляют собой, как правило, металлические чаши, заполненные водой (водяная баня) или сухим, чистым песком, прокаленным для удаления из него органических примесей (песчаная баня). Нагревание бань проводят пламенем газовой горелки. Используются также водяные и песчаные бани с электрообогревом.

- В тех случаях, когда требуется нагревание, а пользоваться горелками нельзя (например, при перегонке воспламеняющихся легколетучих жидкостей)

применяют электрические плитки. Для нагревания круглодонной стеклянной посуды применяют колбонагреватели.

- Для получения температуры 600 – 1400 ^{0}С применяются электрические муфельные печи. С помощью особого регулировочного устройства печь может нагреваться до определенной, заранее заданной температуры.

Сушильные шкафы имеют электрический обогрев и терморегулятор, позволяющий поддерживать постоянную температуру. Для наблюдения за температурой шкаф снабжен термометром. Высушиваемое вещество помещается в сушильный шкаф, отрегулированный на требуемую температуру, и выдерживается в нем при заданной температуре определенное время. В работах количественного характера сушку проводят несколько раз до достижения высушиваемым веществом постоянной массы.[4]

Список использованной литературы

1. Артеменко А. И. Органическая химия. Учебник для СПО. – СПб.: Лань, 2023. – 540 с.

2. Клюев М. В, Абдулаев М. Г. Органическая химия. Учебное пособие. – М.: Юрайт, 2022. – 231 с.

[4] Артеменко А. И. Органическая химия. Учебник для СПО. – СПб.: Лань, 2023.