



WARSZAWSKI
UNIwersYTET
MEDYCZNY

Mariusz Dana i Dorota Klejn

PRACOWNIA CHEMII ORGANICZNEJ

dla studentów Farmacji i Analityki Medycznej

Wydanie I



WARSZAWSKI UNIWERSYTET MEDYCZNY

Mariusz Dana i Dorota Klejn

PRACOWNIA CHEMII ORGANICZNEJ

dla studentów Farmacji i Analityki Medycznej

Wydanie I



WARSZAWSKI
UNIWERSYTET
MEDYCZNY

Autorzy:

Mariusz Dana

Dorota Klejn

Recenzenci: **prof. dr hab. n. med. Maciej Dawidowski**

prof. dr hab. n. med. Joanna Kolmas

Wydano za zgodą Uczelnianej Rady ds. Kształcenia WUM

ISBN 978-83-7637-667-7

Wydano w Sekcji Druków Uczelnianych
Warszawskiego Uniwersytetu Medycznego
tel. (22) 57 20 329, e-mail: wydawnictwo@wum.edu.pl
www.drukiuczelniane.wum.edu.pl

SPIS TREŚCI

WSTĘP	5
1. PRZEPISY BHP	7
1.1. Przepisy porządkowe.....	9
1.2. Forma dokumentacji ćwiczeń	11
1.3. Schemat sprawozdania:	11
1.4. Przykładowe sprawozdanie:.....	12
2. PODSTAWOWY SPRZĘT LABORATORYJNY	19
2.1. Szkło laboratoryjne	19
2.1.1. Kolby okrągłodenne	22
2.1.2. Kolby destylacyjne Claisena.....	23
2.1.3. Kolby ssawkowe	24
2.1.4. Chłodnice.....	24
2.1.5. Deflegmatory	26
2.1.6. Wkraplacze i rozdzielacze.....	27
2.1.7. Lejki	28
2.1.8. Nasadki, złącza, redukcje i ekspansje	29
2.1.9. Eksykatory	33
2.1.10. Mycie i suszenie szkła laboratoryjnego	33
2.2. Sprzęt metalowy	34
2.2.1. Statyw.....	34
2.2.2. Łapy i kółka.....	35
2.2.3. Łączniki.....	36
2.2.4. Podnośniki	36
2.2.5. Płaszcz grzewczy.....	37
2.2.6. Kociołek mosiężny	37
2.2.7. Montaż aparatury	38
3. ODCZYNNIKI LABORATORYJNE	39
3.1. Klasyfikacja i oznakowanie substancji niebezpiecznych	39
3.2. Karty charakterystyki.....	41
3.3. Czystość odczynników	42
3.4. Nomenklatura	42
3.5. Uwagi techniczne	43
4. PODSTAWOWE CZYNNOCI LABORATORYJNE	44
4.1. Ogrzewanie i chłodzenie.....	44
4.1.1. Czasze grzewcze.....	44
4.1.2. Płyty elektryczne	45
4.1.3. Bloki grzewcze	46

4.1.4.	Łaźnie wodne i olejowe.....	46
4.1.5.	Ogrzewanie palnikiem gazowym.....	47
4.1.6.	Ogrzewanie pod chłodnicą zwrotną	48
4.1.7.	Chłodzenie	49
4.2.	Mieszanie.....	50
4.3.	Sączenie	52
4.3.1.	Sączenie na zimno pod normalnym ciśnieniem	52
4.3.2.	Sączenie na gorąco	53
4.3.3.	Sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem.....	53
4.3.4.	Przemywanie osadów.....	55
4.4.	Suszenie.....	55
4.4.1.	56	
4.4.2.	Suszenie ciał stałych	56
4.4.3.	Suszenie cieczy.....	56
4.5.	Zagęszczanie roztworów.....	57
4.6.	Oznaczanie temperatury topnienia i wrzenia	58
4.6.1.	Oznaczanie temperatury wrzenia.....	58
4.6.2.	Oznaczanie temperatury topnienia	59
4.7.	Przykłady zestawów do prowadzenia reakcji.....	60
5.	TECHNIKI OCZYSZCZANIA I WYODRĘBNIANIA SUBSTANCJI ORGANICZNYCH	62
5.1.	Kryształizacja (też z mieszaniny rozpuszczalników).....	62
5.1.1.	Zasada działania	62
5.1.2.	Dobór rozpuszczalnika do kryształizacji.....	62
5.1.3.	Aparatura do kryształizacji.....	63
5.1.4.	Procedura kryształizacji.....	64
5.2.	Destylacja.....	66
5.2.1.	Destylacja prosta	66
5.2.2.	Destylacja frakcyjna.....	68
5.2.3.	Destylacja pod zmniejszonym ciśnieniem	69
5.2.4.	Destylacja z parą wodną.....	71
5.2.5.	Destylacja azeotropowa.....	74
5.3.	Ekstrakcja roztworu lub zawiesiny wodnej	76
5.3.1.	Zasada działania	76
5.3.2.	Dobór rozpuszczalnika do ekstrakcji.....	76
5.3.3.	Aparatura do ekstrakcji	77
5.3.4.	Procedura ekstrakcji ciecz-ciecz	77
5.3.5.	Suszenie warstwy organicznej	78
5.3.6.	Oddzielenie rozpuszczalnika	78
6.	TABLICE.....	79

WSTĘP

Niniejszy skrypt przeznaczony jest dla studentów odrabiających ćwiczenia z praktycznych zagadnień chemii organicznej, a więc: przepisów BHP i organizacji pracowni chemii organicznej; rodzajów, przeznaczenia i prawidłowego posługiwania się szkłem i aparaturą laboratoryjną; pracy z substancjami organicznymi; zaznajomienia z podstawami preparatyki organicznej. Wieloletnie doświadczenie dydaktyczne autorów tej publikacji, uwagi i sugestie nauczycieli akademickich prowadzących ćwiczenia, a także wnioski wypływające z przeprowadzonych ankiet studenckich zdecydowały o tym, że niniejszy skrypt stanowi formę praktycznego przewodnika, w którym materiał teoretyczny został ograniczony do niezbędnego minimum. Stąd też w celu szczegółowego zapoznania się np.: z podstawami fizykochemicznymi procesów przebiegających podczas opisywanych w skrypcie technik, należy sięgnąć do odpowiednich podręczników. Z tego samego powodu zrezygnowano z omówienia zastosowań prostego sprzętu laboratoryjnego np: zlewki, kolb stożkowych itp. zakładając że student poznał te zagadnienia na wcześniejszych etapach edukacji. W celu lepszego zobrazowania niektórych zagadnień oprócz odpowiednich zdjęć i rycin znajdują się kody QR, po zeskanowaniu których student uzyskuje dostęp do krótkich filmów, które ukazują jak dana technika przebiega w czasie. Za wszelkie uwagi i sugestie, które prosimy kierować w postaci mailowej na adres Zakładu Chemii Organicznej i Fizycznej lub w trakcie wypełniania ankiet studenckich, a które mogą przyczynić się udoskonalenia skryptu, będziemy niezmiernie wdzięczni.

Autorzy

1. Przepisy BHP

Specyfiką pracowni chemii organicznej jest praca z substancjami łatwopalnymi, lotnymi i toksycznymi, które ze względu na niską polarność z łatwością mogą przenikać do organizmu przez min. skórę. Sposób postępowania w laboratorium określają przepisy BHP, z którymi obowiązkowo i szczegółowo zapoznawani są studenci na pierwszych zajęciach. Przepisy te zawierają czynności i zachowania dozwolone i zabronione na pracowni, mimo to należy wziąć pod uwagę możliwość sytuacji nagłych. Przestrzeganie przepisów BHP, a także rozważa, myślenie, ostrożność, ciągła kontrola i analiza sytuacji, pozwalają zminimalizować ryzyko wypadku. Znajomość przepisów BHP jest sprawdzana przed przystąpieniem do wykonania danego preparatu przez osobę prowadzącą zajęcia. **Nieprzestrzeganie przepisów BHP obowiązujących na pracowni, świadczy o braku opanowania techniki laboratoryjnej i grozi natychmiastowym zawieszeniem w wykonywaniu ćwiczeń, dodatkowo kolokwium z przepisów BHP, a nawet usunięciem z pracowni.**

- 1. Przed każdym doświadczeniem należy zastanowić się, jakie reakcje chemiczne i okoliczności związane z ich przebiegiem mogą stanowić ewentualne zagrożenie i podjąć właściwie środki zaradcze. W przypadkach wątpliwych należy zgłosić się o poradę do asystenta.*
- 2. Każdy student ma obowiązek zapoznać się z kartami charakterystyk substancji niebezpiecznych, z którymi będzie miał do czynienia podczas wykonywania ćwiczeń.*
- 3. Aby zmniejszyć możliwość pomyłki, przed użyciem chemikaliów należy dwukrotnie odczytać etykietę na słoiku lub butelce.*
- 4. Każdy student ma obowiązek nosić okulary ochronne lub osłony twarzy szczególnie podczas wykonywania:*
 - destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem*
 - przelewaniu większych ilości stężonych kwasów i ługów*
- 5. Do pipetowania służą pipety zaopatrzone w specjalne urządzenia zasysające.*
 - nie wolno pipetować roztworów ustami !!!*
- 6. Przy rozcieńczaniu kwasów należy zachować szczególną ostrożność.*
 - zawsze wlewać kwas do wody, nigdy na odwrót !!!*

7. *Doświadczenia, w których używa się większych ilości trujących, żrących a zwłaszcza łatwopalnych substancji, wykonywać należy wyłącznie pod nadzorem asystenta. Należy także ostrzec osoby pracujące w pobliżu.*
8. *Doświadczenia, w czasie których wydzielają się trujące, żrące lub cuchnące gazy, należy wykonywać wyłącznie pod wyciągiem (dygestorium).*
9. *Chemikaliów, czy to stałych czy ciekłych, nie należy próbować językiem, ani dotykać palcami. Po pracy z substancjami trującymi należy dokładnie umyć ręce.*
10. *Palenie tytoniu, jedzenie, picie czy żucie gumy w pomieszczeniach laboratoryjnych jest zabronione.*
11. *Przy rozlaniu lub rozsypaniu, żrących lub łatwopalnych substancji należy niezwłocznie zawiadomić asystenta, który udzieli dokładnych wskazówek co do sposobu dalszego postępowania.*
12. *Nie wolno szczelnie zamykać naczyń i aparatów ogrzewanych lub takich, w których ciśnienie może wzrosnąć nas skutek zachodzącej reakcji.*
13. *Nie należy nachylać się nad naczyniami z ogrzewanymi płynami, jak również wkładać głowy pod dygestorium.*
14. *Przy ogrzewaniu probówek, kolb nie należy ich wylotu kierować ani na siebie, ani na sąsiada przy stole laboratoryjnym.*
15. *Nie wolno ogrzewać cieczy łatwopalnych w otwartych naczyniach, niezaopatrzonych w chłodnicę zwrotną.*
16. *W przypadku ogrzewania palnikiem należy zwrócić uwagę czy jego płomień nie przeskoczył do wnętrza. Jeżeli tak by się stało to należy palnik natychmiast zgasić, a następnie po ostygnięciu, wyregulowaniu dopływu gazu i powietrza zapalić na nowo.*
17. *Podczas sączenia cieczy łatwopalnych, zwłaszcza niskowrzących, należy usunąć z pobliża źródło ognia.*
18. *Palne rozpuszczalniki organiczne należy przechowywać z dala od ognia i nieostudzonych lub iskrzących urządzeń elektrycznych.*
19. *Należy unikać przegrzewania cieczy (substancja istniejąca w stanie ciekłym powyżej swojej temperatury wrzenia przy danym ciśnieniu). Do cieczy przegrzanych nie wolno wrzucać kamyczków wrzennych, ani węgla odbarwiającego, należy je przedtem ostudzić.*

20. *Wężę gumowe do łączenia aparatury należy nakładać bardzo starannie, zwracając uwagę, aby średnica węża była odpowiednio dobrana. Należy się upewnić, czy wąż nie jest uszkodzony.*
21. *Przy nakładaniu korków i wężę gumowych na rurki i pręty szklane ręce powinny być owinięte ręcznikiem. Zewnętrzne powierzchnie szkła należy zwilżyć wodą lub lepiej gliceryną w celu zmniejszenia tarcia pomiędzy szkłem a gumą.*
22. *Gdy po raz pierwszy usuwa się powietrze ze szklanego naczynia próżniowego (eksykator, kolba próżniowa) naczynie należy owinąć ręcznikiem z uwagi na niebezpieczeństwo implozji (nagle zapadnięcie się ścianek naczynia, przeciwieństwo eksplozji).*
23. *Nie wolno wytwarzać próżni w naczyniach cienkościennych (kolba stożkowa, kolba płaskodenna, butelki).*
24. *W przypadku stosowania elektrycznej aparatury pomiarowej należy zwracać szczególną uwagę na jakość połączeń elektrycznych i stosowane parametry.*
25. *Należy przestrzegać wszystkich zaleceń wymaganych przy pracy z urządzeniami elektrycznymi (nie obsługiwać mokrymi rękami, nie zdejmować osłon, nie wkładać przedmiotów przez otwory konstrukcyjne, nie zasłaniać otworów wentylacyjnych itp.).*
26. *Należy ściśle przestrzegać instrukcji obsługi danych aparatów.*

1.1. Przepisy porządkowe

Przepisy te mają za zadanie zwiększenie bezpieczeństwa, utrzymanie porządku i czystości w pomieszczeniach laboratoryjnych, usprawnienie przebiegu ćwiczeń i zwiększenie efektywności procesu dydaktycznego.

1. *W czasie ćwiczeń należy zachować spokój.*
2. *Odzież wierzchnią oraz dodatkowe torby lub plecaki należy zostawić w szatni*
3. *Ćwiczenia należy wykonywać ściśle wg odpowiedniej instrukcji.*

4. *Podczas pracy w laboratorium chemicznym obowiązuje:*
 - *fartuch ochronny – zapinany na guziki i uszyty z włókien naturalnych (nie wolno używać fartuchów z łatwopalnych włókien syntetycznych)*
 - *buty na płaskiej podeszwie, inne niż do chodzenia na zewnątrz*
 - *okulary ochronne*
 - *rękawice ochronne*
 - *bezwzględny zakaz noszenia rozpuszczonych długich włosów – należy je spiąć*
5. *Stół laboratoryjny powinien być zawsze czysty i suchy. Brudne naczynia laboratoryjne należy jak najszybciej umyć i wysuszyć. Na stole laboratoryjnym powinny znajdować się wyłącznie te przybory, które w danej chwili są potrzebne do pracy.*
6. *Gazu i wody, a przede wszystkim odczynników i wody destylowanej należy używać oszczędnie, w ilości jak najmniejszej, niezbędnej do wykonania doświadczenia.*
7. *Butelki i słoje z odczynnikami przeznaczonymi do wspólnego użytku natychmiast po użyciu należy odstawić na wyznaczone miejsca. Nie wolno zlewać lub wsypywać do tych naczyń resztek nie zużytych odczynników. Nie wolno również pozostawiać butelek otwartych. Korków od butelek nie wolno ani na chwilę odkładać na stół.*
8. *Resztek nie zużytych kwasów i ługów nie wolno wylewać bezpośrednio do zlewu, lecz dopiero po uprzednim unieszkodliwieniu. W przypadku wiania żrącego kwasu lub zasady do zlewu należy splukać go obficie bieżącą wodą.*
9. *Resztki substancji pozostające po ćwiczeniach (stałych i ciekłych) umieszcza się w specjalnie do tego celu przeznaczonych pojemnikach i naczyniach.*
10. *Każdy jest odpowiedzialny za porządek w miejscu, gdzie pracuje. Po skończonej pracy należy zrobić porządek na swoim stole, umieścić na właściwym miejscu odczynniki i przyrządy.*

1.2. Forma dokumentacji ćwiczeń

Przed przystąpieniem do wykonania ćwiczenia student powinien przedstawić asystentowi prowadzącemu zajęcia plan postępowania i dopiero po uzyskaniu akceptacji może przystąpić do wykonania ćwiczenia. W trakcie trwania ćwiczenia prowadzi się notatkę laboratoryjną, która musi zawierać sposoby wykonania poszczególnych czynności, ilości i stężenia reagentów, czas trwania poszczególnych operacji, wartości temperatury i ciśnienia oraz wszelkie obserwacje i spostrzeżenia. Opis ten powinien być na tyle dokładny, aby można było powtórzyć ćwiczenie, wyłącznie na podstawie informacji w nim zawartych. Przygotowany uprzednio plan i notatka laboratoryjna prowadzona na bieżąco są podstawą do sporządzenia sprawozdania, które z kolei jest formą dokumentacji pracy studenta i podlega ocenie.

1.3. Schemat sprawozdania:

Data rozpoczęcia/zakończenia ćwiczenia

Imię i Nazwisko studenta

Sprawozdanie z preparatu nr

Synteza (nazwa preparatu)

1. *Schemat reakcji syntezy*
2. *Mechanizmy biegnących reakcji*
3. *Lista stosowanych reagentów (nazwa; masa molowa; ilość moli masa, ewentualnie objętość użyta do syntezy)*
4. *Rysunki schematyczne aparatury*
5. *Dokładny opis przebiegu ćwiczenia na podstawie notatki laboratoryjnej*
6. *Masa otrzymanego produktu i wydajność syntezy*
7. *Charakterystyka produktu:*
 - *stan skupienia, postać, barwa*
 - *zakres temperatury topnienia lub wrzenia*
 - *interpretacja zestawu widm otrzymanych od asystenta prowadzącego*

1.4. Przykładowe sprawozdanie:

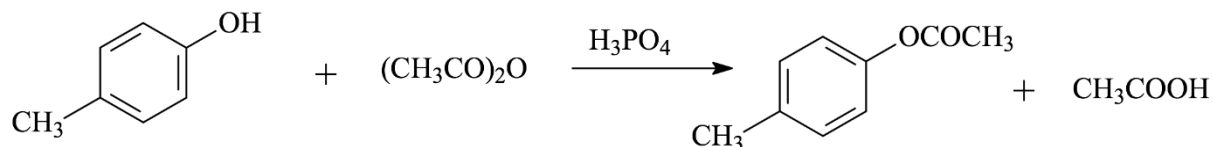
03.03.2024 / 10.03.2024

Jan Kowalski

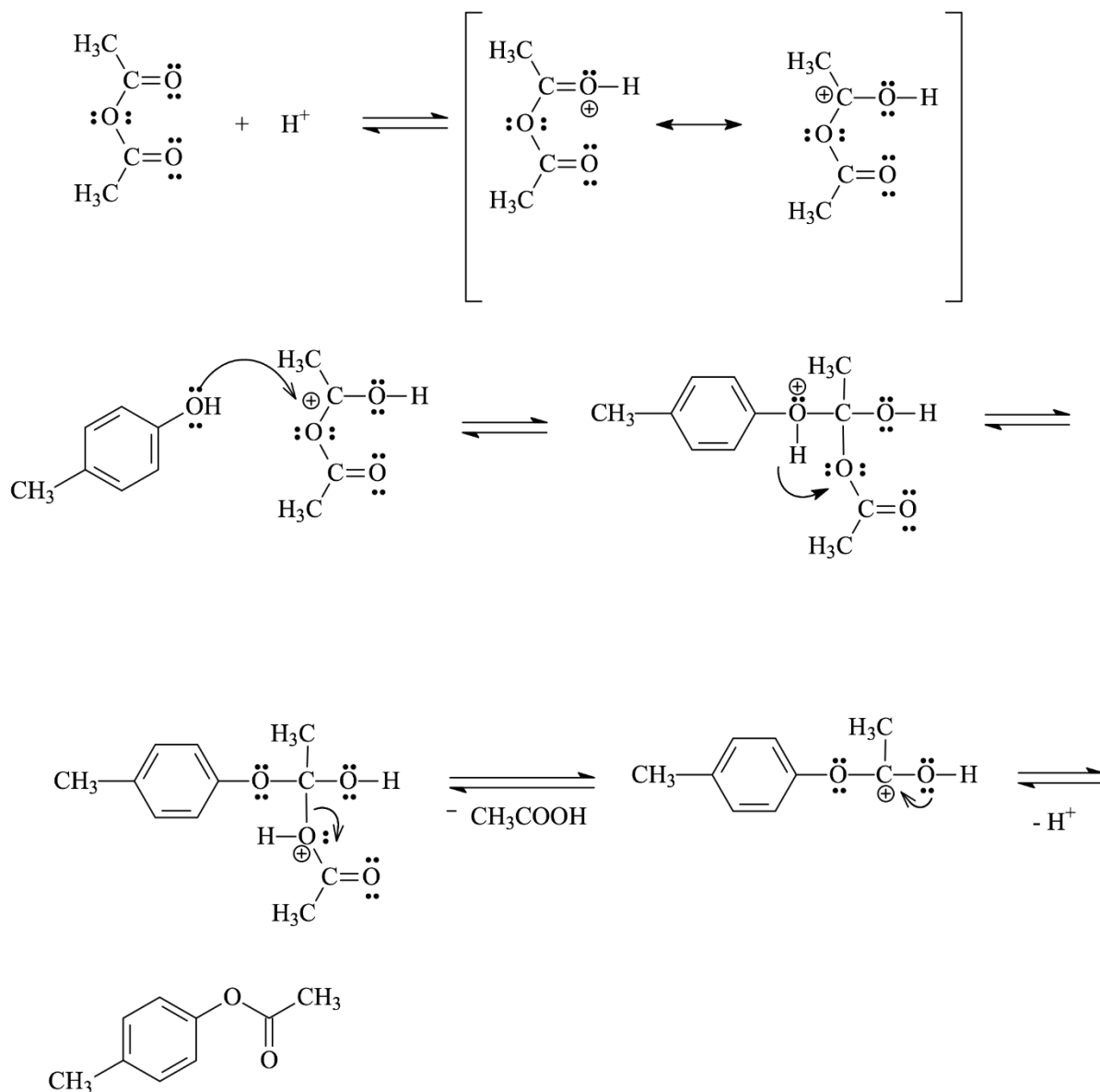
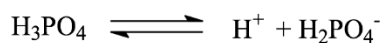
Sprawozdanie z preparatu nr 1

Synteza octanu p-tolilu

1. Schemat syntezy



2. Mechanizm reakcji

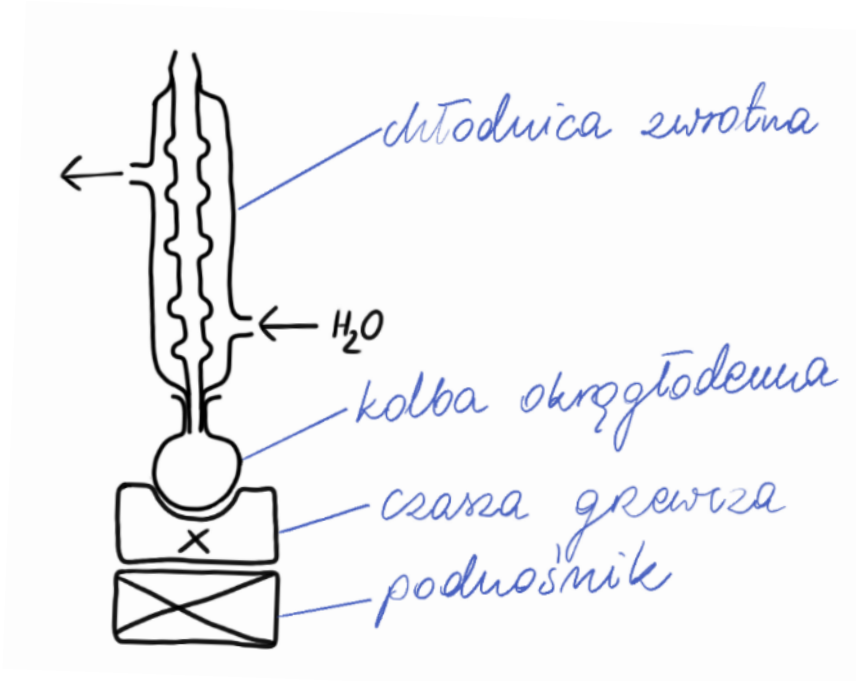


3. Lista reagentów

	Nazwa	Masa molowa [g/mol]	Ilość moli [mol]	Masa lub/i objętość (cieczy)
1	p-krezol	108	0,1 mol	10,8 g
2	bezwodnik octowy	102	0,1 mol	10,2 g, 9,4 cm ³
3	kwas ortofosforowy (V) 85%	98		1 g
4	chloroform	119		20 cm ³
5	wodorotlenek sodu	40		1,5 g
6	bezwodny siarczan (VI) magnezu do suszenia	120		około 5 g

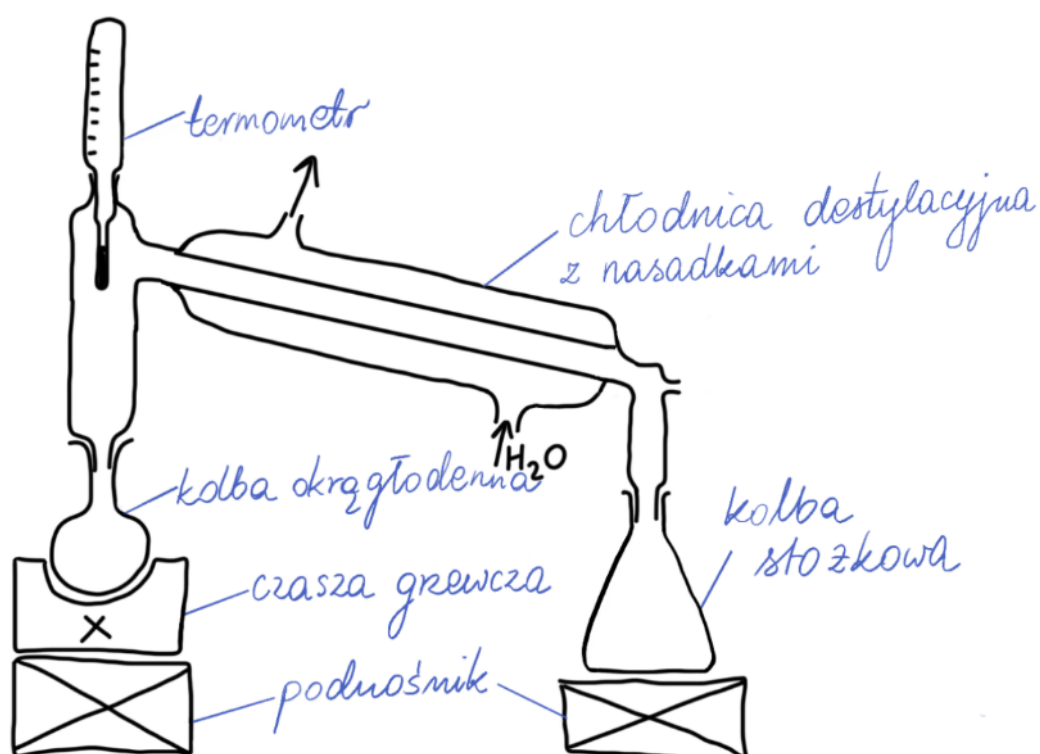
I etap: przeprowadzenie reakcji syntezy octanu p-toliu

4. Rysunek aparatury



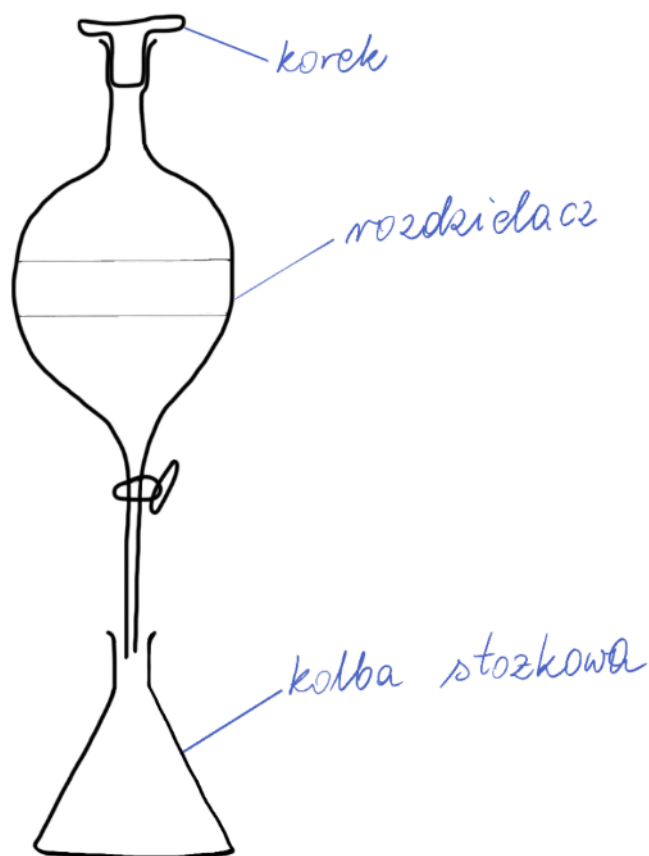
Do kolby okrągłodennej o pojemności 50 cm³ zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną (chłodzoną wodą) dodano 10,8 g p-krezolu, 9,4 cm³ bezwodnika octowego i 1 g kwasu fosforowego. Powstała bezbarwna jednorodna mieszanina. Następnie kolbę ogrzewano czasą grzewczą (około 50% mocy) utrzymując mieszaninę reakcyjną w łagodnym wrzeniu przez 3 godziny.

II etap: oddestylowanie kwasu octowego



Po krótkim ostudzeniu mieszaniny reakcyjnej, zdemontowano chłodnicę zwrotną i kolbę zaopatrzone w chłodnicę destylacyjną, również chłodzoną wodą. Pod wylot chłodnicy ustawiono kolbę stożkową o poj. 50 cm³ i rozpoczęto ogrzewanie zwiększając moc grzania o około 20% w porównaniu do poprzedniego etapu. Po około 5 minutach u wylotu chłodnicy pojawiły się pierwsze krople destylatu, proces prowadzono jeszcze przez około 10 minut, otrzymując w sumie około 5 cm³ bezbarwnej cieczy.

III etap: ekstrakcja produktu z mieszaniny poreakcyjnej

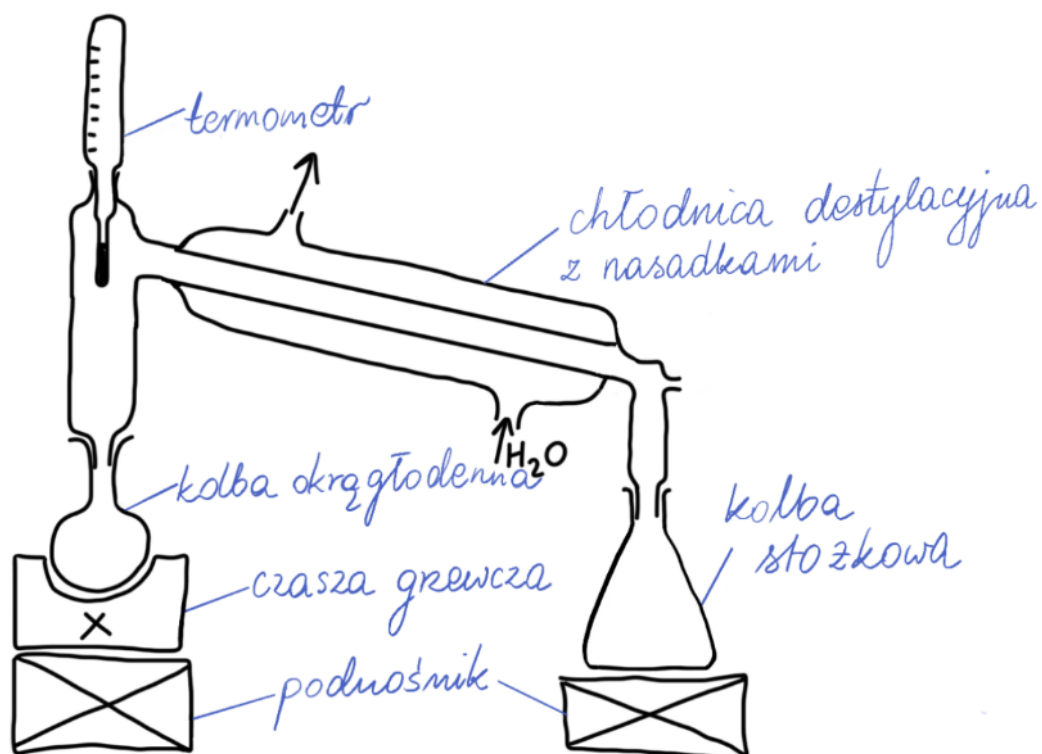


Po ochłodzeniu zawartość kolby przeniesiono do rozdzielacza, dodano 20 cm³ chloroformu a następnie dodano 30 cm³ uprzednio sporządzonego 5% wodnego roztworu wodorotlenku sodu (1,5 g NaOH w 28,5 g wody). Wkraplacz zamknięto korkiem i energicznie wytrząsano. Zaobserwowano silne pienienie się mieszaniny. Po każdym wytrzaśnięciu (w sumie trzy razy) zawartość rozdzielacza odgazowywano. Następnie z wkraplacza zdjęto korek i umieszczono w statywie, w celu rozdzielenia się warstw. Po około dwóch minutach we wkraplaczu można było zaobserwować dwie warstwy: dolną klarowną i górną lekko mętną. W celu upewnienia się która warstwa jest wodna, a która organiczna przeprowadzono test polegający na wypuszczeniu kilku kropli dolnej warstwy na szkiełko zegarkowe z wodą. Na wodzie zaobserwowano pojawienie się tłustych, opalizujących plam, które świadczą o tym, że dolna warstwa jest organiczna. Po odrzuceniu warstwy wodnej, warstwę organiczną przemyto dwukrotnie wodą.

IV etap: suszenie

Jako środka suszącego użyto bezwodny siarczan magnezu w ilości około 5 g, proces ten trwał około tygodnia (pomiędzy kolejnymi zajęciami).

V etap: otrzymanie czystego produktu za pomocą destylacji prostej



Po oddzieleniu środka suszącego za pomocą sączenia grawitacyjnego warstwę organiczną poddano destylacji prostej. W początkowej fazie destylacji, gdy zbierano chloroform (około 60°C), przez chłodnicę przepływała woda, następnie po zwiększeniu mocy grzania i osiągnięciu temperatury 140°, odłączono dopływ wody do chłodnicy. Czysty produkt zbierano jako frakcję wrzącą w temperaturze 208–209°C pod ciśnieniem atmosferycznym.

5. Masa otrzymanego produktu 9,8 g

Obliczenie wydajności:

10,8 g p-krezolu ----- 15,0 g octanu p-tolilu (100%)

15,0 g ----- 100%

9,8 g ----- W

W = 65,3%

6. Charakterystyka produktu:

Bezbarwna ciecz, o specyficznym zapachu

Temperatura wrzenia pod ciśnieniem atm. 208–209°C

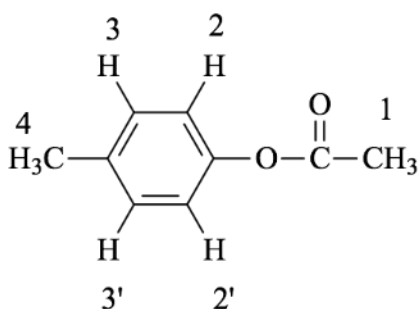
Interpretacja widm octanu p-tolilu:

Widmo IR w cieczy

Pasmo (cm^{-1})

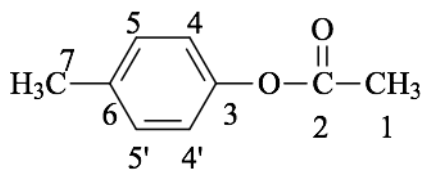
3036	$\nu_{\text{C-H}}$ alifat
2936	$\nu_{\text{C-H}}$ arom.
1762	$\nu_{\text{C=O}}$
1650, 1515	$\nu_{\text{C-C}}$ arom.
1120, 1044	$\nu_{\text{C-O}}$
770	$\gamma_{\text{C-C}}$ arom.

Interpretacja widma $^1\text{H-NMR}$



Nr atomu H	Przesunięcie (ppm)	Multipletowość
1	2,2	singlet
2, 2'	7,0	dublet
3, 3'	7,1	dublet
4	2,3	singlet

Interpretacja widma ^{13}C -NMR



Nr atomu C	Przesunięcie (ppm)
1	20
2	170
3	149
4, 4'	121
5, 5'	130
6	135
7	21

2. PODSTAWOWY SPRZĘT LABORATORYJNY

Sprzęt laboratoryjny do preparatyki organicznej obejmuje naczynia i przyrządy szklane oraz porcelanowe, sprzęt metalowy, aparaty i przyrządy pomiarowe, elementy montażowe i pomocnicze.

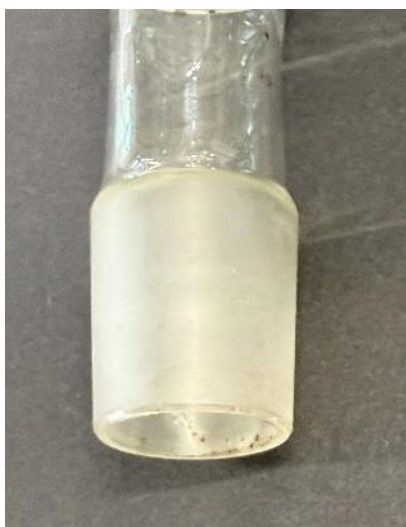
Podstawowy zestaw do ćwiczeń obejmuje:

- zlewki, krystalizatory, szkiełka zegarkowe, parownice szklane i porcelanowe; kolby stożkowe (erlenmajerki), kolby ssawkowe (próżniowe), kolby okrągłodenne z jedną i kilkoma szyjami, kolby destylacyjne Claisena z nasadką Vigreux; chłodnice, kolumny rektyfikacyjne (deflegmatory); zestawy do destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem, nasadki destylacyjne, rurki do chlorku wapnia; rozdzielacze i wkraplacze; cylindry miarowe; lejki zwykłe, sitowe i Schotta, lejki wysypowe, termometry, bagietki, ekсыkatory, komory do chromatografii cienkowarstwowej
- statywy metalowe, łapy, łączniki, trójnogi, siatki metalowe i z włókna szklanego, płaszcze metalowe do sączenia na gorąco, kociołki mosiężne do wytwarzania pary wodnej, szpatułki i łopatkі
- suszarki elektryczne, manometry, kriometry, wagi elektroniczne, wyparki próżniowe, łaźnie wodne, czasze grzewcze i regulatory mocy z okablowaniem
- korki szklane i z tworzyw sztucznych, uszczelki gumowe, węże do wody, kapilarki do kriometru.

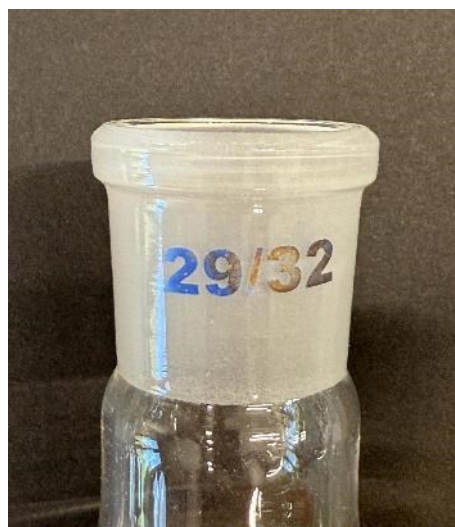
2.1. Szkło laboratoryjne

Szkło laboratoryjne do ćwiczeń spełnia wymagania zawarte w określonych normach dotyczących składu chemicznego, wytrzymałości termicznej, mechanicznej i chemicznej.

Proste i wygodne montowanie zestawów aparaturowych możliwe jest dzięki wyposażeniu poszczególnych elementów i naczyń szklanych w szlify. Połączenia te zapewniają dużą szczelność i lepiej chronią przed działaniem szkodliwym i korodującym chemikaliów. W zależności od kształtu i budowy wyróżnia się szlify: stożkowe (najpopularniejsze), kuliste (np: połączenie odbieralnika wyparki próżniowej), płaskie (np: w eksykatorze), cylindryczne (np: w prowadnicy mieszadła mechanicznego) – każdy z nich może być szlifem zewnętrznym (popularnie „męskim”) lub wewnętrznym („żeńskim). Dodatkowo poszczególne elementy złącza mogą być niewymienne, czyli stałe (oznaczenie S) lub wymienne (oznaczenie WS). Szlify znormalizowane produkowane są według norm, które szczegółowo określają średnicę, wysokość powierzchni szlifowanej, czy kąt nachylenia stożka (w przypadku szlifów stożkowych). W praktyce laboratoryjnej podaje się rozmiary szlifów jako stosunek zaokrąglonego wymiaru początkowej wewnętrznej średnicy stożka (w mm) do długości szlif (w mm) – wartość ta jest często naniesiona na naczynie laboratoryjne przez producenta.



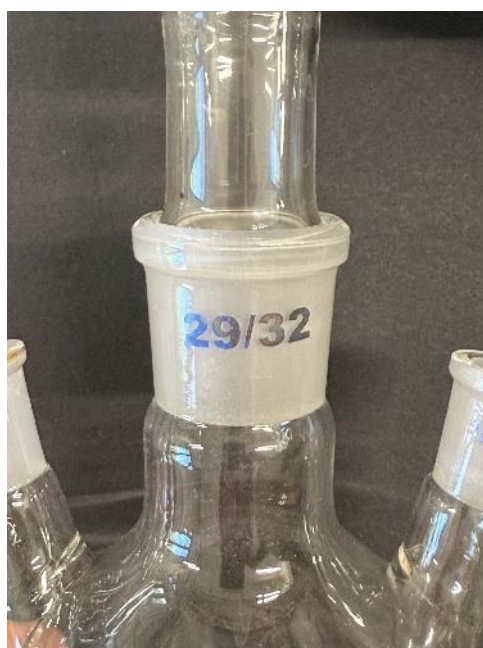
ZDJ. 1. SZLIF STOŻKOWY ZEWNĘTRZNY



**ZDJ. 2. SZLIF STOŻKOWY WEWNĘTRZNY
Z OZNACZENIEM ROZMIARU**



ZDJ. 3A. SPOSÓB ŁĄCZENIA SZLIFÓW



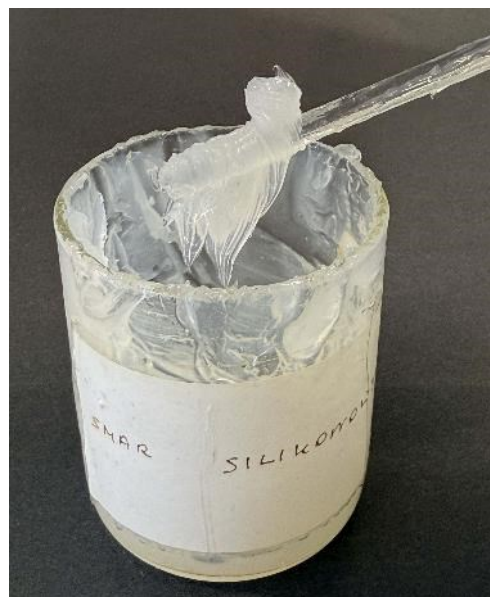
ZDJ. 3B. POŁĄCZENIE SZLIFÓW

Na ćwiczeniach stosowane jest szkło laboratoryjne ze szlifami wymiennymi, stożkowymi o rozmiarach 14/23, 19/26, 29/32.

Po zakończonym procesie jednostkowym lub syntezie demontaż połączeń na szlify powinien odbywać się gdy aparatura jest jeszcze ciepła – pozwoli to uniknąć tzw. zatarcia szlifu, który utrudnia lub uniemożliwia rozłączenie poszczególnych elementów szklanych. Do zatarcia korków szklanych w szyjce butelki lub kolby prowadzi również długotrwałe przechowywanie w tych naczyniach stężonych roztworów wodorotlenków (ługów). W celu zapobieżenia zatarciu szlifu, należy stosować smary silikonowe, które zapewniają również szczelność aparatury. Smary te mają odpowiednią odporność chemiczną i wysoką lepkość w szerokim zakresie temperatur. Oleje silikonowe stosuje się do zwilżenia powierzchni szlifów cylindrycznych w obracającej się prowadnicy mieszadła mechanicznego. W przypadku zatarcia szlifu należy zwrócić się o pomoc do personelu technicznego lub można zastosować kolejno następujące czynności: nanieść w szczelinę połączenia kilka kropli oleju silikonowego lub gliceryny i ostrożnie ostukiwać kawałkiem listewki drewnianej. Można też delikatnie polewać gorącą wodą zewnętrzną powierzchnię szlifu i próbować obrócić złączone elementy w przeciwnych kierunkach.



ZDJ. 4. OLEJ SILIKONOWY



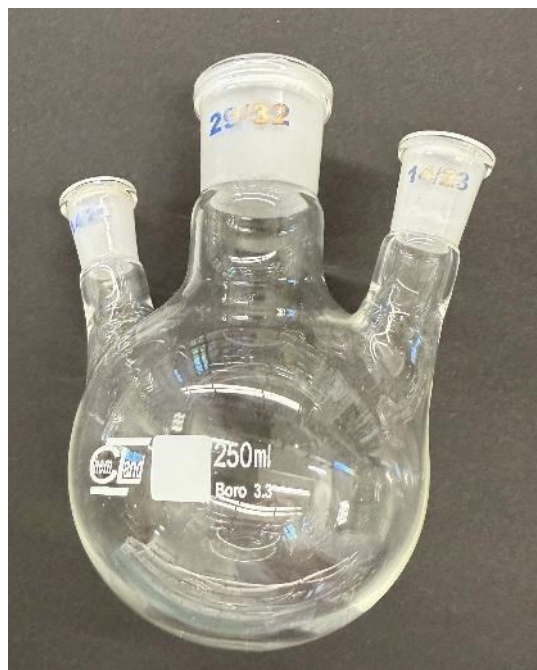
ZDJ. 5. SMAR SILIKONOWY

2.1.1. Kolby okrągłodenne

Kolby okrągłodenne to podstawowe naczynia reakcyjne. Mogą mieć różną pojemność i ilość szyj zakończonych otworami ze szlifem. Pojemność kolby (najczęściej od 100 do 1000 cm³) dobiera się w zależności od objętości mieszaniny reakcyjnej lub destylowanej cieczy – powinna ona wypełniać od 1/2 do maksymalnie 2/3 kolby. Kolby z kilkoma szyjami (kolby Witta) dobiera się do ilości prowadzonych jednocześnie operacji np: ogrzewanie pod chłodnicą zwrotną, pomiar temperatury i mieszanie wymaga zastosowania trójszyjnej kolby Witta. Skala w jakich prowadzi się syntezy studenckie wymaga stosowania kolb o pojemności 100–250 cm³. Zazwyczaj są to kolby jednoszyjne z krótką szyją i szlifem 29/32 lub 19/26 oraz kolby Witta trójszyjne (jedna szyja ze szlifem 29/32 i dwie ze szlifem 14/23). Kolby z jedną szyją o mniejszych pojemnościach stosuje się najczęściej jako odbieralniki podczas destylacji.



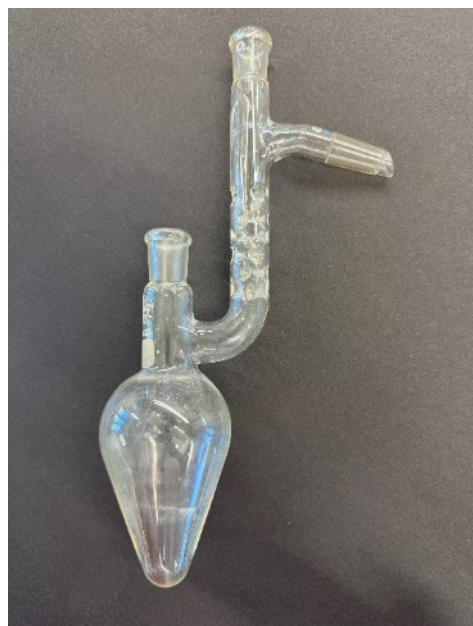
ZDJ. 6. KOLBA JEDNOSZYJNA



ZDJ. 7. KOLBA TRÓJSZYJNA

2.1.2. Kolby destylacyjne Claisena

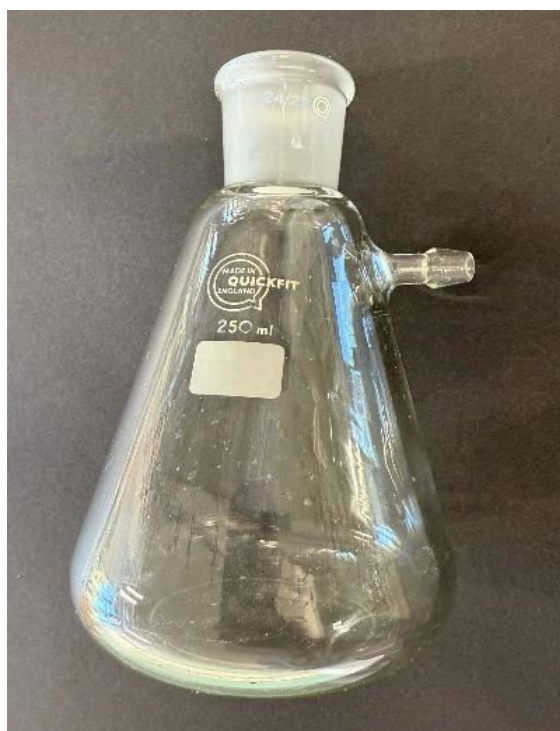
Kolby destylacyjne Claisena stosuje się do destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem. Kolby te mają sercowaty kształt i wykonane są ze szkła dostosowanego do pracy przy niskich wartościach ciśnienia. Zaopatrzone są w dwie szyje i boczną rurkę ze szlifami, dodatkowo są zespolone z kolumną Vigreux (czyt. „wigro”) – szklaną rurką z wtopionymi do wewnątrz wypustkami. W szyi położonej nad dnem kolby umieszcza się kapilarę szklaną, w bocznej szyi umieszcza się termometr, boczna rurka służy do połączenia z chłodnicą.



ZDJ. 8. KOLBA CLAISENA
Z NASADKĄ VIGREAUX

2.1.3. Kolby ssawkowe

Kolby ssawkowe (próżniowe) to grubościennie naczynia o kształcie stożka z bocznym tubusem. Służą do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem. Mimo podobieństwa do kolb Erlenmeyera nie wolno ich stosować zamiennie. Szyje kolb ssawkowych mogą być ze szlifem lub bez szlif. Wielkość kolby należy dobrać do ilości spodziewanego przesączu, tzn. tak aby nie doszło do zaciągnięcia przez tubus przesączu do instalacji wytwarzającej próżnię.



ZDJ. 9. KOLBA SSAWKOWA

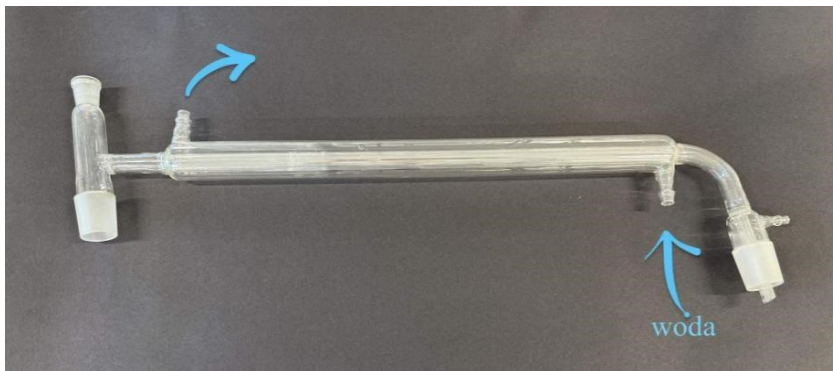
2.1.4. Chłodnice

Chłodnice służą do skraplania par substancji, które powstają podczas ogrzewania cieczy do wrzenia. W zależności od pełnionej funkcji chłodnice dzieli się na chłodnice zwrotne i chłodnice destylacyjne. Chłodnice zwrotne montuje się pionowo nad kolbą. Ich rolą jest zapobieganie odparowaniu ciekłych składników mieszaniny reakcyjnej poprzez zawracanie skroplonej cieczy do naczynia, w którym prowadzi się reakcję. Chłodnice destylacyjne stosuje się podczas destylacji i montuje się je ukośnie, tak aby umożliwiły zebranie skroplonej cieczy w odbieralniku. Niektóre chłodnice są zintegrowane z nasadkami umożliwiającymi łatwe i szczelne montowanie zestawów do destylacji. Ze względu na sposób konstrukcji chłodnice dzieli się na powietrzne i wodne. Chłodnica powietrzna to szklana rurka o odpowiedniej długości ze szlifem na obu końcach, stosuje się ją przy chłodzeniu cieczy wysokowrzących tzn. o temperaturze wrzenia wyższej niż 150°C.



ZDJ. 10. CHŁODNICA POWIETRZNA

Chłodnice wodne stosuje się do skraplania par substancji niskowrzących (tzn. poniżej 140°C). Skonstruowane są w ten sposób, że rurka we wnętrzu której następuje skraplanie par jest otoczona płaszczem szklanym, przez który przepływa zimna woda. Przepływ wody możliwy jest dzięki króćcom na które zakłada się węże gumowe doprowadzające i odprowadzające wodę z instalacji wodno-kanalizacyjnej. Wodę do chłodnicy doprowadza się króćcem dolnym (w chłodnicy zwrotnej) lub tak aby jej przepływ był przeciwny do kierunku ochładzanych par (w chłodnicy destylacyjnej). Długość chłodnicy i szybkość przepływu wody należy dobrać do skali prowadzonego procesu lub tak aby skraplanie par następowało do połowy chłodnicy (licząc od wylotu ogrzewanego naczynia).



**ZDJ. 11. CHŁODNICA DESTYLACYJNA Z NASADKAMI
Z ZAZNACZONYM KIERUNKIEM PRZEPIYWU WODY**



**ZDJ. 12. CHŁODNICA
ZWROTNA Z KIERUNKIEM
PRZEPIYWU WODY**



**ZDJ. 13. CHŁODNICA LIEBIGA, KULKOWA
I SPIRALNA Z EWNĘTRZNYM
CHŁODZENIEM**



**ZDJ. 14.
DEFLEGMATOR**

Aby zwiększyć efektywność chłodzenia stosuje się chłodnice o różnym kształcie i stopniu rozwinięcia powierzchni rurki skraplającej pary. Stąd do najczęściej stosowanych chłodnic należą: chłodnice proste (Liebiga), kulkowe (Allihna) i spiralne z chłodzeniem wewnętrznym oraz chłodnice z podwójnym płaszczem. Wszystkie z tych chłodnic mogą pełnić funkcję chłodnicy zwrotnej, natomiast jako chłodnice destylacyjne stosuje się chłodnice proste.

2.1.5. Deflegmatory

Deflegmatory (kolumny rektyfikacyjne) służą do destylacji frakcyjnej. Mają postać rurki szklanej różnej długości z wypełnieniem w postaci małych elementów szklanych lub kolumn typu Vigreux. Rozdział destylatu w deflegmatorze opiera się na wymianie ciepła procesów skraplania i parowania pomiędzy składnikami destylatu a wypełnieniem kolumny. Aby zapobiec stratom ciepła stosuje się deflegmator z płaszczem szklanym lub owija się go tkaniną z włókna szklanego (tzw. kocyk grzewczy).

2.1.6. Wkraplacze i rozdzielacze

Wkraplacze mają zastosowanie do dozowania substancji ciekłych, zazwyczaj podczas reakcji wymagających stosowania reżimu temperaturowego. Mają one kształt cylindryczny, kulisty lub gruszkowaty. W górnej części są zamykane korkiem, w dolnej zakończone cienką rurką szklaną (nóżką) z kranem szklanym lub teflonowym, często posiadają szlif. Większość wkraplaczy posiada rurkę odpowietrzającą, która wyrównuje ciśnienie po obydwu stronach kranu, gdy wkraplacz jest zamknięty szczelnie korkiem.

Rozdzielacze służą do rozdzielania cieczy niemieszających się. Wykorzystuje się je podczas ekstrakcji typu ciecz-ciecz, oraz do tzw. przemywania cieczy. Mają identyczną konstrukcję jak wkraplacze, z tą różnicą że nóżka rozdzielacza nie posiada szlifu.



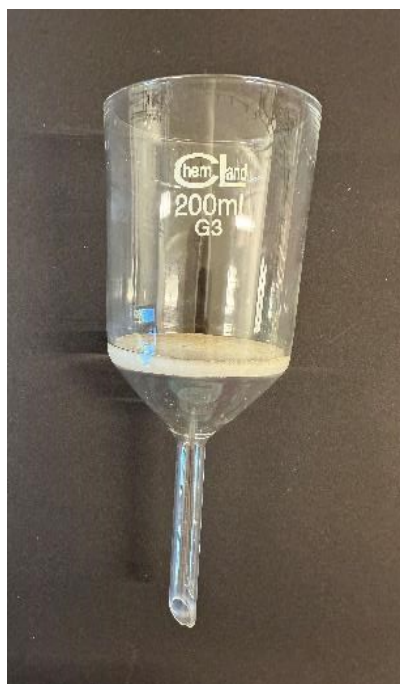
**ZDJ. 15. WKRAPLACZ
CYLINDRYCZNY
Z WYRÓWNIANIEM CIŚNIEŃ**



**ZDJ. 16. WKRAPLACZ CYLINDRYCZNY
I GRUSZKOWY BEZ WYRÓWNIANIA
CIŚNIEŃ**

2.1.7. Lejki

Oprócz zwykłych lejków szklanych szerokie zastosowanie w preparatyce organicznej mają lejki Schotta, lejki sitowe i lejki wyspowe. Lejki Schotta i lejki sitowe służą do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem. W lejkach Schotta elementem filtrującym jest wbudowana płytka ze spieku szklanego. Wielkość porów w płytce z jednej strony determinuje szybkość sączenia, z drugiej strony umożliwia zatrzymywanie osadów o określonej ziarnistości. Przyjmuje się oznaczenia wielkości porów od G0 (największa średnia wielkość porów) do G5 (najmniejsza średnia wielkość porów). Do sączenia preparatów studenckich największe zastosowanie mają lejki Schotta G3. Przez lejki Schotta nie wolno sączyć cieczy o silnie zasadowym odczynie (ługi), w przeciwnym razie dochodzi do zniszczenia spieku szklanego.



ZDJ. 17. LEJEK SCHOTTA



ZDJ. 18. LEKI SITOWE

Odmianą konstrukcję mają lejki sitowe – w płytce wtopionej w lejek znajdują się otwory tworzące sito. W celu odfiltrowywania zawiesiny, należy na płytce lejka umieścić odpowiedniej wielkości krążek z bibuły filtracyjnej. Lejki sitowe mogą być szklane lub porcelanowe (Büchnera). Lejki te stosuje się zwłaszcza do sączenia



ZDJ. 19. LEJKI WSYPOWE

zawiesin barwników, których doczyszczanie po sączeniu jest łatwiejsze niż lejków Schotta. Lejki wyspowe umożliwiają wygodne umieszczenie w kolbie reagentów stałych, mogą mieć kształt stożka lub dzwonu z szeroką nóżką i szlifem.

2.1.8. Nasadki, złącza, redukcje i ekspansje

Do łączenia poszczególnych elementów aparatury, gdy zachodzi konieczność doprowadzenia substratów lub odbierania produktów w określony sposób, bądź zabezpieczenia środowiska reakcji przed wpływem czynników środowiska zewnętrznego stosuje się różnego rodzaju nasadki i złącza. Do najczęściej stosowanych należą: redukcje, ekspansje, nasadki destylacyjne oraz rurki zabezpieczające przed dostępem wilgoci.

Redukcje i ekspansje mają na jednym końcu szlif wewnętrzny, a na drugim szlif zewnętrzny. Służą do łączenia poszczególnych elementów aparatury, które nie pasują do siebie rozmiarami szlifów, np: do połączenia kolby ze szlifem 29 i chłodnicy ze szlifem 19 należy zastosować redukcję 29 na 19, w odwrotnej sytuacji stosuje się ekspansję 19 na 29.



ZDJ. 20. EKSPANSJA I REDUKCJA

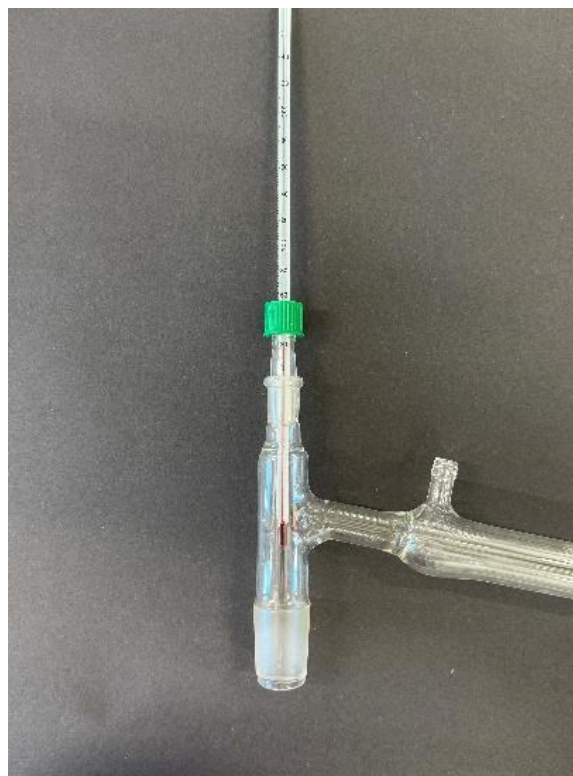


**ZDJ. 21. TERMOMETR ZE
SZLIFEM I TERMOMETR
Z KRÓCCEM**

Nasadki destylacyjne, mają różny kształt i potoczne nazwy, służą do łączenia kolby z chłodnicą i termometrem, a także do zbierania destylatu w odbieralniku. Często są zintegrowane z chłodnicą.



**ZDJ. 22. NASADKA DO DESTYLACJI
Z PARĄ WODNĄ Z PARĄ WODNĄ**



**ZDJ. 23. NASADKA DESTYLACYJNA
Z PRAWIDŁOWO ZAMONTOWANYM
TERMOMETREM**

Nasadka do destylacji z parą wodną umożliwia jednoczesne wprowadzenie gorącej pary wodnej do kolby z destylowaną mieszaniną i połączenie kolby z chłodnicą.

Nasadka do destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem („krówka”) dzięki swojej konstrukcji i możliwości obrotu umożliwia zmianę odbieralników destylatu.

Nasadka do destylacji azeotropowej (Deana-Starka) umożliwia w sposób ciągły jednoczesne oddestylowanie i rozdział azeotropu powstającego w trakcie reakcji chemicznej. Skala umieszczona na ramieniu nasadki zakończonym kranem umożliwia odczyt objętości oddestylowanej wody.

Nasadka do chlorku wapnia jest stosowana do zabezpieczenia środowiska reakcji przed dostępem wilgoci. Ma kształt zgiętej pod kątem ostrym rurki z kulistym wypukleniem oraz szlifem zewnętrznym. W rozszerzeniu rurki umieszcza się granulowany, bezwodny chlorek wapnia (substancja higroskopijna) zabezpieczony z obydwu stron luźno zwiniętymi kawałkami waty. Tak przygotowaną nasadkę montuje się na chłodnicy, czasami na jednej z szyj kolby.



ZDJ. 24. NASADKA DO DESTYLACJI POD ZMNIEJSZONYM CIŚNIENIEM („KRÓWKA”)



ZDJ. 25. NASADKA DEANA – STARKA



ZDJ. 26. NASADKA ODBIERAJĄCA DESTYLAT (FAJKA)



ZDJ. 27. NASADKA Z CHLORKIEM WAPNIA (PUSTA I NABITA)

2.1.9. Eksykatory

Eksykatory służą do przechowywania i suszenia substancji stałych. Są to szerokie naczynia szklane z pokrywą na szlif płaski. Na dnie eksykatora umieszcza się środek suszący a na specjalnym wkładzie (półce) z otworami, wykonanym najczęściej z porcelany, umieszcza się naczynie z suszoną substancją.



ZDJ. 28. EKSYKATOR

2.1.10. Mycie i suszenie szkła laboratoryjnego

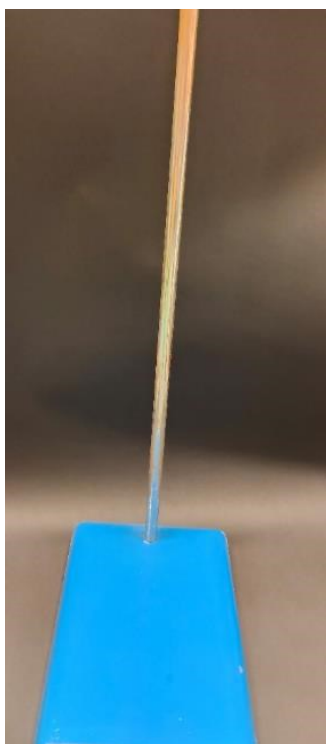
Zanieczyszczone szkło laboratoryjne nie może być stosowane do ćwiczeń, należy je sukcesywnie myć również z tego względu, że świeże zabrudzenia jest łatwiej usunąć. W pierwszej kolejności stosuje się ciepłą wodę z detergentem i zestaw odpowiednich szczotek, następnie naczynie przemywa się niewielką ilością acetonu (zlewki acetonu zbiera się do odpowiednich pojemników). W dalszej kolejności można zastosować rozpuszczalnik użyty do syntezy. Do wyjątkowo opornych zanieczyszczeń organicznych stosuje się mieszaninę chromową. Do osadów kamienia kotłowego i zanieczyszczeń nieorganicznych stosuje się rozcieńczone roztwory kwasów np: solnego. Umyte i przepłukane naczynia należy wysuszyć strumieniem ciepłego powietrza lub w suszarce elektrycznej, można też pozostawić na dłuższy czas do wyschnięcia.

2.2. Sprzęt metalowy

Do montażu zestawów aparaturowych niezbędny jest sprzęt metalowy do którego zalicza się statywy, łapy, kółka, łączniki i podnośniki. W niektórych przypadkach stosuje trójnogi, siatki ceramiczne, płaszcze grzewcze i kociołki mosiężne.

2.2.1. Statyw

Statyw stanowi pręt metalowy z podstawą. Do montowania bardziej złożonych zestawów aparaturowych wykorzystuje się kratownicę, czyli system połączonych poziomych i pionowych prętów metalowych zamontowanych na stole laboratoryjnym lub w komorze dygestorium.



ZDJ. 29. STATYW



ZDJ. 30. KRATOWNICA

2.2.2. Łapy i kółka

Kształt i wielkość obejmy łączy dobiera się do wielkości średnicy naczynia lub aparatu szklanego. Do montowania kolb stosuje się łapy okrągłe lub trójkątne (szyję kolby ujmują się w łapę na wysokości szlif), natomiast chłodnice mocuje się za pomocą łap czteropalczastych (mniej więcej w połowie długości chłodnicy). Kółka metalowe niepowlekane gumą stosuje się do mocowania płaszczy grzewczych podczas sączenia na gorąco, można również położyć

na nie siatkę ceramiczną, gdy zachodzi potrzeba ogrzewania palnikiem. Z kolei kółka metalowe powlekane gumą stosuje się podczas ekstrakcji do umieszczenia w nich rozdzielacza. Podczas wkraplania jednego z reagentów do zlewki lub kolby, gdy nie stosuje się złącza na szlify, również można zastosować kółko do zamocowania wkraplacza kulistego lub gruszkowego.



ZDJ. 31. (OD LEWEJ) ŁAPA OKRĄGŁA, TRÓJKĄTNA, CZTEROPALCZASTA, DO NACZYŃ O WĄSKIM PRZEKROJU



ZDJ. 32. KÓŁKA



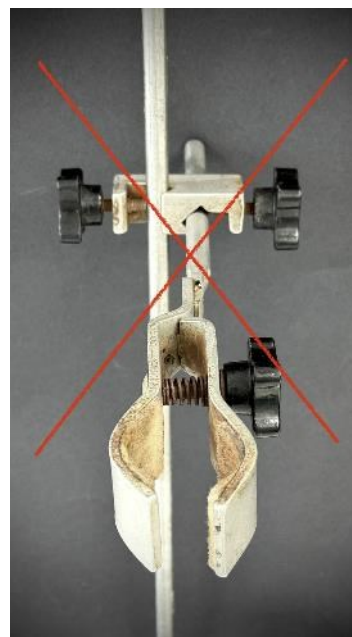
ZDJ. 33. ŁĄCZNIKI

2.2.3. Łączniki

Łączniki umożliwiają połączenie łapy lub kółka metalowego ze statywem lub kratownicą. Przy montażu łączników należy zwrócić uwagę, aby wszystkie śruby przytwierdzające łączniki do statywu były po jednej stronie, natomiast śruby stabilizujące łapy po przeciwnej stronie. Łapa musi spoczywać na łączniku, nie może być pod niego podwieszona.



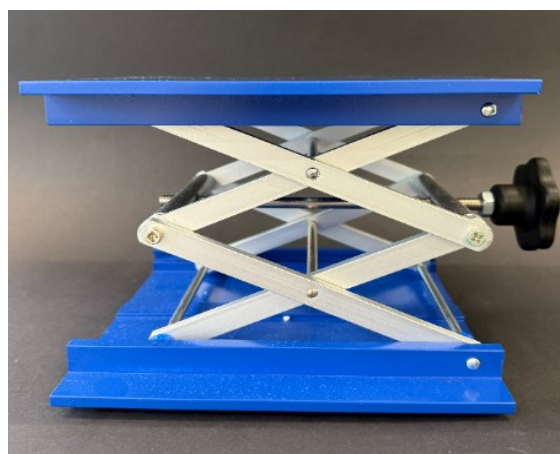
ZDJ.34A. ŁAPA ZAMONTOWANA PRAWIDŁOWO



ZDJ. 34B. ŁAPA ZAMONTOWANA NIEPRAWIDŁOWO

2.2.4. Podnośniki

Podnośniki służą do dodatkowej stabilizacji aparatury, umieszcza się na nich urządzenia grzewcze, mieszadła itp. Ze względu na swoją konstrukcję i zasadę działania umożliwiają szybkie odstawienie czaszy grzewczej i podmianę jej na łaźnię z zimną wodą, np.: by przerwać zbyt gwałtownie przebiegającą reakcję.



ZDJ. 35. PODNOŚNIK

2.2.5. Płaszcz grzewczy



ZDJ. 36. PŁASZCZ GRZEWCZY

Płaszcz grzewczy stosuje się do sączenia na gorąco. Po wlaniu do płaszcza gorącej wody (około 3/4 pojemności) ogrzewa się palnikiem boczny tubus. Woda cyrkuluje wewnątrz płaszcza i równomiernie rozprawdza ciepło, które umożliwia ogrzanie ścianek lejka szklanego umieszczonego wewnątrz płaszcza.

2.2.6. Kociołek mosiężny

Kociołek służy do wytwarzania pary wodnej podczas destylacji z parą wodną. W jego górnej części osadzona jest długa rurka szklana, która pełni rolę zaworu hydraulicznego – zapobiega on nadmiernemu wzrostowi ciśnienia, oraz otwór z wężykiem gumowym przez który wyprowadzana jest para wodna. Na ściance kociołka znajduje się wizjer umożliwiający kontrolowanie poziomu wody wewnątrz naczynia. W celu wytworzenia pary wodnej kociołek z wodą ustawia się na trójnogu i ogrzewa palnikiem gazowym.



ZDJ. 37. KOCIOŁEK MOSIĘŻNY

2.2.7. Montaż aparatury

Przed rozpoczęciem budowania zestawu należy przygotować i położyć na stole wszystkie niezbędne aparaty szklane i elementy metalowe, następnie orientacyjnie rozplanować przestrzeń na kratownicy uwzględniając: miejsce na podnośniki i czasze grzewcze, długość stosowanej chłodnicy, odległość od kranów z wodą, gniazdek elektrycznych czy zestawu do obniżania ciśnienia. Trzeba uwzględnić również łatwość dokonywania takich czynności jak odczyt temperatury czy podmiana odbieralników destylatu,



ZDJ. 38. TRÓJNÓG I SIATKA CERAMICZNA






itp. Właściwy montaż zaczyna się od stopniowego przytwierdzenia do statywu i łączenia ze sobą elementów szklanych tak aby zestaw był rozbudowywany od dołu do góry. Szczególnego wyczucia wymaga dokręcanie łap do naczyń szklanych – należy zwrócić uwagę, aby z jednej strony zapewnić stabilność, a z drugiej nie dopuścić do nadmiernych naprężeń szkła, które może skutkować pęknięciem. Prawidłowo zmontowany zestaw jest spionizowany, stabilny i szczelny w miejscach połączeń. Jeżeli wymaga tego specyfika prowadzonego procesu, to w następnej kolejności na chłodnicę nakłada się węże: doprowadzający i odprowadzający wodę i po odkręceniu kranu sprawdza szczelność. Szybkość strumienia wody powinna być tak dobrana aby z jednej strony zapewniać efektywne chłodzenie, a z drugiej nie doprowadzić do zbyt dużego wzrostu ciśnienia w układzie chłodzącym czego konsekwencją może być zsuniecie się węży z króćców chłodnicy i zalanie aparatury. Końcówkę węża odprowadzającego wodę do kanalizacji można dodatkowo obciążyć np: łącznikiem. Po skontrolowaniu i zatwierdzeniu aparatury przez asystenta można rozpocząć dodawanie odpowiednich odczynników (również zatwierdzonych przez asystenta). Na samym końcu uruchamia się aparaturę grzewczą.

3. ODCZYNNIKI LABORATORYJNE





3.1. Klasyfikacja i oznakowanie substancji niebezpiecznych

Praktycznie wszystkie substancje wykorzystywane do ćwiczeń należy traktować jako mniej lub bardziej niebezpieczne dla ludzi i środowiska. Obecnie obowiązujący w Unii Europejskiej, bardzo złożony system klasyfikacji i oznakowania chemikaliów CLP („*Classification-Labeling-Packing*”) oparty jest na Globalnym Zharmonizowanym systemie Klasyfikacji i Oznakowania Chemikaliów GHS („*Globaly Harmonized System of Classification and Labeling of Chemicals*”). Ze względu na właściwości fizykochemiczne, toksyczność, rodzaj zagrożeń dla zdrowia człowieka i oddziaływanie na środowisko wydzielono kilkanaście grup kategorii zagrożeń, przy czym dana substancja może zostać zaklasyfikowana do kilku grup jednocześnie. Opakowania z substancjami chemicznymi oznakowane są odpowiednimi znakami graficznymi (piktogramami), hasłami ostrzegawczymi, zwrotami wskazującymi rodzaj zagrożenia (zwroty H i EUH) i środki ostrożności (zwroty P).


Zagrożenia fizyczne:

				
GHS01	GHS02	GHS03	GHS04	GHS05
Substancje wybuchowe	Substancje łatwopalne	Substancje utleniające	Gazy pod ciśnieniem	Substancje korodujące metale

Zagrożenia dla zdrowia:

			
GHS06	GHS05	GHS07	GHS08
Substancje toksyczne	Substancje żrące	Substancje drażniące	Substancje rakotwórcze/ mutagenne

Zagrożenie dla środowiska:


GHS09
Substancje szkodliwe dla środowiska

W laboratoriach, mogą znajdować się również opakowania z oznaczeniami stosowanymi we wcześniej obowiązujących systemach kategoryzacji substancji niebezpiecznych.

3.2. Karty charakterystyki

Karta charakterystyki to dokument sporządzany przez producenta lub dystrybutora zawierający wyczerpujące informacje na temat danej substancji, które umożliwią użytkownikom powzięcie odpowiednich środków bezpieczeństwa podczas pracy z tą substancją oraz ochronę środowiska. Układ i zawartość karty regulują odpowiednie rozporządzenia. W odpowiednio ponumerowanych sekcjach zawarte są następujące informacje:

1. Identyfikacja substancji chemicznej/przedsiębiorstwa
2. Identyfikacja zagrożeń
3. Skład/informacja o składnikach
4. Środki pierwszej pomocy
5. Postępowanie w przypadku pożaru
6. Postępowanie w przypadku niezamierzonego uwolnienia do środowiska
7. Postępowanie z substancjami i mieszaninami
8. Kontrola narażenia/środki ochrony indywidualnej
9. Właściwości fizyczne i chemiczne
10. Stabilność i reaktywność
11. Informacje toksykologiczne
12. Informacje ekologiczne
13. Postępowanie z odpadami
14. Informacje dotyczące transportu
15. Informacje dotyczące przepisów prawnych
16. Inne informacje

Większość kart charakterystyk dostępna jest w formie cyfrowej, co umożliwia wygodne zapoznanie się z nimi przed ćwiczeniami. Znajomość podstawowych właściwości i sposobu postępowania z substancjami wykorzystywanymi do syntez oraz możliwych zagrożeń i środków ochrony osobistej jest bezwzględnym obowiązkiem każdego studenta.

3.3. Czystość odczynników

Na podstawie obowiązujących w Polsce i zagranicą norm, wyróżnia się następujące klasy czystości odczynników chemicznych:

- techniczny (techn.)
- czysty (cz., p., pure, purum)
- czysty do analizy (cz.d.a., p.a., for analysis, analytical chemical grade)
- chemicznie czysty (ch.cz., C.P., chemical pure)
- spektralnie czysty (spektr.cz)

W zagranicznej nomenklaturze spotyka się również oznaczenia extra pure (ekstra czysty) oraz GR (guaranteed reagent for analysis – odczynniki o gwarantowanej czystości). W standardowej praktyce laboratoryjnej, w tym do celów dydaktycznych stosuje się odczynniki o następujących klasach czystości: techniczny, czysty oraz czysty do analizy. Podczas nieprawidłowego magazynowania lub długiego przechowywania substancji, zwłaszcza po otwarciu opakowania, może dojść do nieporządanych przemian, które mogą mieć wpływ na przebieg, wynik i wydajność syntezy. Należy rozważyć wówczas oczyszczenie tej substancji bezpośrednio przed zastosowaniem (np: benzaldehyd, bezwodnik octowy, czynniki sieciujące, monomery). Istotne zanieczyszczenie stanowi woda pochłaniana z powietrza, stąd po odmierzeniu odpowiedniej ilości substancji należy natychmiast zamknąć słoje lub butelkę.

3.4. Nomenklatura

Opanowanie zasad nomenklatury chemicznej jest niezbędne do prowadzenia prac laboratoryjnych. Opublikowana stosunkowo niedawno „Nomenklatura Związków Organicznych. Rekomendacje IUPAC i Nazwy Preferowane 2013” w istotny sposób zmienia część dotychczasowych zasad nazewnictwa, stąd należy mieć na względzie to, że dla danej substancji może funkcjonować kilka nazw. Pożyteczna jest też znajomość niektórych nazw zwyczajowych czy dawniej używanych określeń, co w niektórych przypadkach pozwoli uniknąć pomyłki i nieporozumień, np: lodowaty kwas octowy – chodzi o czysty kwas octowy – określenie to wzięło się stąd, że krzepnie on w temperaturze poniżej 16°C tworząc kryształy podobne do lodu.

3.5. Uwagi techniczne

Odczynniki wydawane są na podstawie informacji pisemnej podpisanej przez asystenta, która zawiera imię i nazwisko studenta oraz nazwę i ilość substancji (stałych w gramach, ciekłych w cm^3). W razie potrzeby obliczenia objętości cieczy skorzystać z **Tabeli 1.** str. 81. Naczynia do pobierania odczynników muszą być czyste i suche, a dla substancji łatwo chłonących wilgoć dodatkowo z przykryciem. Szczególnej ostrożności wymaga praca z bromem: wszelkie czynności z tą substancją należy wykonywać wyłącznie pod wyciągiem, w rękawicach i okularach ochronnych, w obecności asystenta prowadzącego. Dodatkowo w pobliżu należy postawić płaskie naczynie (mały krystalizator) z wodnym roztworem amoniaku do neutralizacji par bromu.

4. PODSTAWOWE CZYNNOŚCI LABORATORYJNE

Otrzymanie końcowego produktu syntezy zwykle wymaga zastosowania wielu czynności pomocniczych, do których zalicza się min. ogrzewanie, chłodzenie, mieszanie, sączenie, suszenie, odparowywanie, oznaczenie temperatury topnienia i wrzenia. Sposób wykonania i rodzaj zastosowanego sprzętu zależy od specyfiki i skali danej syntezy oraz właściwości reagentów, rozpuszczalników itp.

4.1. Ogrzewanie i chłodzenie

4.1.1. Czasze grzewcze

Do bezpiecznego, równomiernego i trwającego przez dłuższy czas ogrzewania kolb okrągłodennych stosuje się czasze grzewcze. Ciepło dostarczane jest za pomocą odpowiednio zwiniętej i zaizolowanej włóknem szklanym elektrycznej spirali. Urządzenia te produkowane są w różnych rozmiarach, z wbudowaną regulacją mocy lub regulacją za pomocą autotransformatora. Przy pracy z czaszą grzewczą należy zwrócić szczególną uwagę na jakość połączeń elektrycznych oraz na niebezpieczeństwo zalania np: wodą z chłodnicy.



ZDJ. 39. CZASZA I AUTOTRANSFORMATOR



ZDJ. 40. CZASZA Z REGULACJĄ MOCY

4.1.2. Płyty elektryczne

Do ogrzewania naczyń płaskodennych najwygodniejsze jest stosowanie płyt elektrycznych. Urządzenia tego typu zaopatrzone są w termometr kontaktowy (sondę), dzięki któremu możliwe jest utrzymywanie i regulacja temperatury na zadanym poziomie przez dłuższy czas. Większość z nich dzięki specjalnej konstrukcji może pełnić również funkcję mieszadeł magnetycznych.



ZDJ. 41. MIESZADŁO MAGNETYCZNE



ZDJ. 42. MIESZADŁO MAGNETYCZNE Z SONDĄ

4.1.3. Bloki grzewcze

Bloki grzewcze (Heat-On) stosuje się do ogrzewania kolb okrągłodennych na płytach elektrycznych. Zastępują one łaźnie olejowe i czaszki grzewcze, zapewniają doskonałe przewodnictwo cieplne, ochraniają płyty grzewcze i zapobiegają rozlaniu.



ZDJ. 43. BLOK GRZEW CZY HEAT-ON

Źródło: <https://radleys.lon1.digitaloceanspaces.com/wp-content/uploads/2019/03/22093108/E18-Heat-On-Block-System.jpg>

4.1.4. Łaźnie wodne i olejowe

Łaźnie to naczynia wypełnione różnego rodzaju cieczami. Fabryczne łaźnie to metalowe naczynia jedno- lub wielostanowiskowe nakrywane krążkami (fajerkami) umożliwiającymi ogrzewanie naczyń różnej wielkości. Wbudowana regulacja mocy lub termometr kontaktowy pozwala na pracę łaźni w zadanej temperaturze. Łaźnia wodna umożliwia ogrzewanie zawartości naczynia do temperatury poniżej 100°C. Graniczna temperatura pracy łaźni olejowej zależy od zastosowanego oleju (co należy sprawdzić na etykiecie) i wynosi zwykle poniżej 300°C.

W niektórych przypadkach łaźnię można zbudować samodzielnie, wypełniając medium grzewczym odpowiednie naczynie (zlewkę, większy krystalizator) i ustawiając je na płycie



ZDJ. 45. ŁAŹNIA OLEJOWA

grzewczej, a za pomocą termometru kontaktowego zanurzonego w medium grzewczym medium grzewczym regulować temperaturę łaźni.

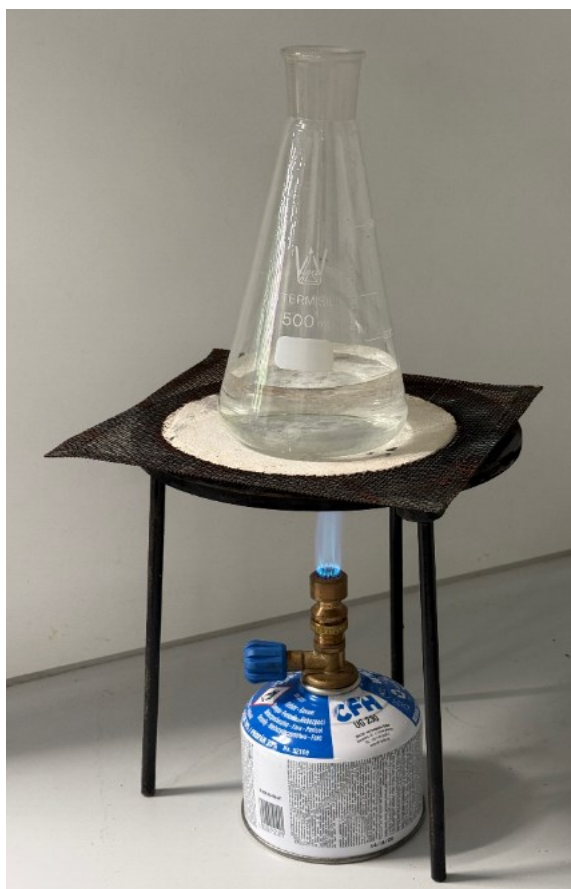


ZDJ. 44. ŁAŹNIA WODNA

Przy pracy z łaźniami należy zwrócić uwagę na stopień napełnienia łaźni odpowiednim medium grzewczym uwzględniającym rozszerzalność temperaturową cieczy oraz odpowiedni stopień zanurzenia naczynia z mieszaniną reakcyjną. Nie wolno dopuścić do przegrzania się medium grzewczego, ani zanieczyszczenia go innymi substancjami. Ze względów bezpieczeństwa z łaźniami olejowymi pracuje się wyłącznie pod dyktando.

4.1.5. Ogrzewanie palnikiem gazowym

Ten sposób stosuje się wyłącznie do ogrzewania roztworów wodnych. Bezpośrednim płomieniem palnika można ogrzewać niewielkie ilości cieczy w odpornych termicznie probówkach. W przypadku konieczności ogrzewania większych ilości cieczy w zlewkach czy kolbach stożkowych, palnik ustawia się pod płytką lub siatką z wkładem ceramicznym umieszczoną na trójnogu. Zadaniem płytki jest równomierne rozprowadzenie ciepła, co zapobiega miejscowemu przegrzaniu, naprężeniom szkła i pęknięciu naczynia.



ZDJ. 46. KOLBA STOŻKOWA OGRZEWANA PALNIKIEM NA SIATCE

4.1.6. Ogrzewanie pod chłodnicą zwrotną

Niezależnie od zastosowanych sposobów doprowadzania ciepła, ogrzewane naczynia z substancjami zwłaszcza niskowrzącymi i palnymi muszą być zabezpieczone chłodnicą zwrotną (zawraca pary lotnych substancji do ogrzewanej kolby). Aby zapobiec miejscowemu przegrzaniu cieczy (co może skutkować gwałtownym wrzeniem i wyrzuceniem zawartości kolby na zewnątrz) stosuje się tzw. kamyczki wrzenne (sita molekularne), które dodaje się przed rozpoczęciem ogrzewania.



ZDJ. 47. ZESTAW DO OGRZEWANIA Z CHŁODNICĄ ZWROTĄ

4.1.7. Chłodzenie

W zależności od wykonywanych czynności i docelowej temperatury stosuje się różne sposoby schładzania zawartości naczyń laboratoryjnych. Powolne schłodzenie do temperatury pokojowej gorącej zawartości kolby po zakończonej reakcji nie wymaga specjalnych zabiegów i wystarczy odstawienie urządzenia grzewczego. Bezpośrednie polewanie naczynia strumieniem bieżącej wody wodociągowej pozwala znacznie przyspieszyć ten proces. W zależności od pory roku temperatura wody waha się w granicach 4–15°C, osiągnięcie niższej temperatury możliwe jest po umieszczeniu naczynia w mieszaninie wody z lodem. Lód posypany solą kuchenną pozwala osiągnąć temperaturę około -15°C. Odbieranie ciepła w czasie prowadzonej reakcji, prowadzi się umieszczając naczynie reakcyjne w łaźni wypełnionej odpowiednim medium chłodzącym, łaźnię tę umieszcza się na podnośniku tak, aby w razie potrzeby można ją było odstawić. Cały proces kontroluje się za pomocą termometru.



ZDJ. 48. KOLBA W ŁAŹNI LODOWEJ

4.2. Mieszanie

Mieszanie stosuje się w celu zhomogenizowania mieszaniny reakcyjnej i równomiernego rozprowadzenia w niej ciepła, zwłaszcza w układach heterofazowych (dwie niemieszające się ciecze lub ciało stałe i ciecz) oraz podczas wkraplania substratów. Rodzaj zastosowanego mieszania zależy od lepkości i gęstości mieszaniny reakcyjnej. Mieszadło magnetyczne z regulacją obrotów (często z płytą grzewczą) umożliwia poruszanie zatopionego w teflonie magnesu (dipola), który umieszcza się w naczyniu reakcyjnym. W zależności od kształtu i wielkości naczynia dobiera się rozmiar i kształt dipola. Naczynie z mieszaną zawartością należy ustawić, tak aby dipol znajdował się w geometrycznym środku.



ZDJ. 49. KOLBA POLEWANA ZIMNĄ WODĄ



ZDJ. 50. MIESZADŁO MAGNETYCZNE Z KOLBĄ STOŻKOWĄ



ZDJ. 51. DIPOLE – RÓŻNE ROZMIARY I KSZTAŁTY

Do mieszania cieczy i zawiesin o dużej lepkości stosuje się mieszadło mechaniczne. Element mieszający stanowią łopatki teflonowe zamocowane na pręcie szklanym lub metalowym osadzonym w prowadnicy i napędzanym za pomocą silnika z możliwością regulacji obrotów. Prowadnica zaopatrzona jest w szlif stożkowy umożliwiającą połączenie jej z kolbą reakcyjną i szlif cylindryczny, w którym obraca się pręt z łopatkami. Trzon mechanizmu napędzającego i pręt prowadnicy mieszadła łączy się za pomocą kawałka gumowego węża. W trakcie montażu należy zwrócić szczególną uwagę na to, aby obracający się pręt prowadnicy i trzon mieszadła były umieszczone współosiowo, ponadto nie mogą występować żadne naprężenia i tarcia, co należy wcześniej sprawdzić. Powierzchnię zetknięcia szlifów prowadnicy i obracającego się w niej pręta szklanego należy posmarować odpowiednim olejem silikonowym.



ZDJ. 52. MIESZADŁO MECHANICZNE



ZDJ. 53. PROWADNICA

4.3. Sączenie

Sączenie służy do rozdzielenia fazy stałej (kryształów substancji po krystalizacji, zanieczyszczeń mechanicznych, węgla aktywnego) od fazy ciekłej (np: ługu pokryształacyjnego). Może być wykonywane pod normalnym lub zmniejszonym ciśnieniem, na zimno lub na gorąco. Faza stała zatrzymywana jest na porowatym materiale filtracyjnym (bibuła, spiek szklany) umieszczonym na lejku, a faza ciekła (przesącz) po przejściu przez materiał filtracyjny zbiera się w odpowiednim naczyniu.

4.3.1. Sączenie na zimno pod normalnym ciśnieniem

Sączenie to stosowane jest najczęściej do oddzielania zanieczyszczeń mechanicznych i środka higroskopijnego od suszonej cieczy. Zestaw do sączenia na zimno pod normalnym ciśnieniem składa się z lejka szklanego (ewentualnie umieszczonego w kółku metalowym) i kolby stożkowej). Wielkość tych naczyń dobiera się do ilości osadu i przesączu. W lejku szklanym umieszcza się odpowiednio zwinięty i przycięty do krawędzi lejka krążek bibuły filtracyjnej. Aby uniknąć rozpryskiwania się sączonej zawiesiny, należy wprowadzać ją po bagietce porcjami na zwilżony wcześniej rozpuszczalnikiem sączek. Do zwiększenia szybkości sączenia stosuje się sączki karbowane. Sączki wykonane z bibuły nie nadają się do sączenia substancji niszczących ten materiał tzn. stężonych kwasów, zasad i substancji silnie utleniających.



**ZDJ. 55. ZESTAW DO SĄCZENIA
NA ZIMNO POD NORMALNYM
CIŚNIENIEM**

4.3.2. Sączenie na gorąco

Sączenie to wykorzystuje się do oddzielenia zanieczyszczeń nierozpuszczalnych na gorąco w procesie krystalizacji. Ogrzewanie ścianek lejka zapobiega krystalizacji szybko stygnącego, nasyconego roztworu na sączku. Zestaw do sączenia na gorąco składa się z lejka szklanego z szeroką nóżką i sączka karbowanego, płaszcza grzewczego, kółka metalowego i kolby stożkowej. Odpowiednio wcześniej do płaszcza grzewczego nalewa się wody i umieszcza w nim lejek szklany, całość montuje się za pomocą kółka do statywu i za pomocą palnika ogrzewa się metalowy tubus płaszcza. Bezpośrednio przed sączeniem, zwłaszcza cieczy łatwopalnych, należy zgasić palnik.



ZDJ. 56 ZESTAW DO SĄCZENIA NA GORĄCO



ZDJ. 54. SĄCZEK GŁADKI I KARBOWANY

4.3.3. Sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem

Ten rodzaj sączenia stosuje się do szybkiego i dokładnego oddzielenia krystalicznego osadu od roztworu. Zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem składa się z lejka Schotta lub Büchnera, uszczelki gumowej i grubościennej kolby

ssawkowej. Za pomocą grubościennego węża gumowego kolbę ssawkową łączy się poprzez naczynie zabezpieczające z pompką wodną. Po zmontowaniu zestawu, uruchamia się pompkę wodą (poprzez odkręcenie zaworu z wodą). Po naniesieniu zawiesiny na lejek zamyka się zawór na kolbie zabezpieczającej, co powoduje zaciąganie przesączu do kolby ssawkowej. Po odsączeniu, przemyciu i odcisnięciu osadu korkiem szklanym od resztek ługu pokrystalicznego otwiera się zawór na naczyniu zabezpieczającym. Na końcu zamyka się zawór odcinający dopływ wody do pompki wodnej.



ZDJ. 57. ZESTAW DO SĄCZENIA POD ZMNIEJSZONYM CIŚNIENIEM

4.3.4. Przemywanie osadów

Otrzymany po krystalizacji osad należy przemyć od resztek zaadsorbowanych zanieczyszczeń. Czynność tą wykonuje się na lejku Schotta (czasami na lejku z sączkiem bibułowym) poprzez nanoszenie na osad niewielkich porcji czystego rozpuszczalnika zastosowanego do krystalizacji i ostrożnego zamieszania bagietką, a następnie odciągnięcie cieczy. Przed naniesieniem porcji rozpuszczalnika na osad, należy odłączyć próżnię.



ZDJ. 58. POMPKA WODNA

4.4. Suszenie

Końcowy etap wykonania preparatu obejmuje suszenie, które polega na usunięciu głównie wody, a czasami resztek rozpuszczalnika organicznego po procesach krystalizacji czy ekstrakcji.



ZDJ. 59. SUSZARKA ELEKTRYCZNA



ZDJ. 60. WNĘTRZE SUSZARKI ELEKTRYCZNEJ

4.4.1. Suszenie ciał stałych

Ciała stałe niehigroskopijne suszy się na powietrzu na rozłożonej bibule filtracyjnej, szalce Petriego, szkiełku zegarkowym lub krystalizatorze. Substancje o wyższych temperaturach topnienia można suszyć w suszarkach elektrycznych, przy czym należy pamiętać, aby suszenie prowadzić w temperaturze niższej o 20–50°C niż temperatura topnienia danego związku. Suszenie substancji higroskopijnych prowadzi się w eksykatorach nad odpowiednio dobranym środkiem suszącym.

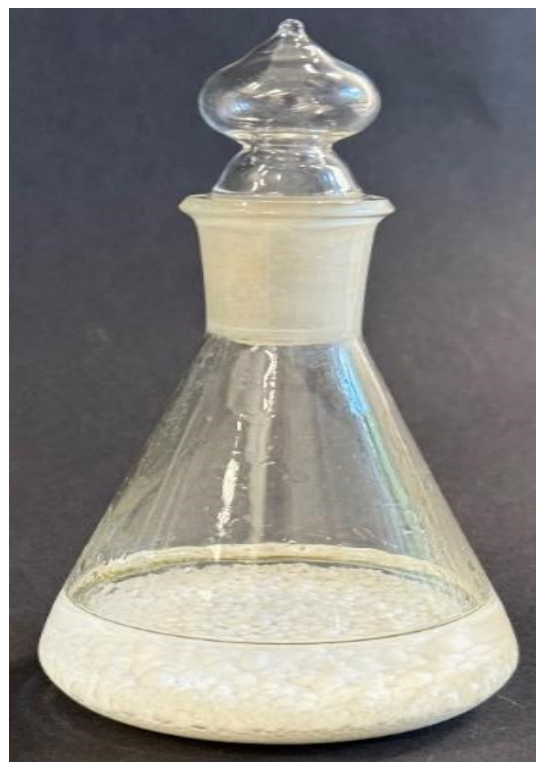


ZDJ. 61. EKSYKATOR Z SUSZONĄ SUBSTANCJĄ

4.4.2. Suszenie cieczy

Suszenie cieczy polega na dodaniu do kolby z wilgotną substancją odpowiedniego środka suszącego, zamknięciu korkiem i odstawieniu na pewien czas.

Bardzo istotny jest wybór środka suszącego, który nie może reagować z substancją suszoną i powinien dać łatwo się od niej oddzielić. Wybór ten jest zdeterminowany również przez stan skupienia, właściwości chemiczne i stopień zawilgocenia substancji suszonej. Środki suszące dzieli się pod względem charakteru chemicznego (kwasowe, zasadowe i obojętne) i mechanizmu działania (tworzące hydraty, adsorbujące na powierzchni). Do najczęściej stosowanych środków suszących należą bezwodne sole: siarczan(VI) magnezu, siarczan(VI) sodu,



ZDJ. 62. SUBSTANCJA CIEKŁA SUSZONA W KOLBIE ZAMKNIĘTEJ KORKIEM

chlorek wapnia. Do suszenia amin stosuje się wodorotlenki sodu i potasu. Przy suszeniu rozpuszczalników organicznych (toluen, dichlorometan, chloroform, metanol) często stosuje się sита molekularne.

4.5. Zagęszczanie roztworów

Zagęszczanie roztworów, poprzez odparowanie rozpuszczalnika, stosuje się, gdy zachodzi potrzeba wyodrębnienia substancji z roztworów o niskim stężeniu. Proces ten można przeprowadzić za pomocą wyparki obrotowej. Dzięki obniżonemu ciśnieniu (za pomocą pompki wodnej) i dużej powierzchni parowania (uzyskanej podczas obracania kolby) zagęszczanie roztworu jest szybkie, wygodne i zachodzi we względnie niskiej temperaturze. Kolejność wykonywanych czynności podczas pracy z wyparką jest następująca:

1. Podłączyć kolbę z rozcieńczonym roztworem do wyparki i zabezpieczyć ją przed zsunięciem się ze szlifu
2. Uruchomić pompkę wodną i zamknąć zawór odpowietrzający na wyparce.
3. Uruchomić mechanizm obracający kolbę
4. Za pomocą dźwigni opuścić blok wyparki tak, aby obracająca się kolba była częściowo zanurzona w ciepłej łaźni wodnej
5. Kontrolować proces wrzenia, aby nie przebiegał on zbyt gwałtownie

Po uzyskaniu zagęszczonego roztworu należy postępować w odwrotnej kolejności czyli: podnieść blok wyparki, wyłączyć silnik, odpowietrzyć aparaturę i zdjąć kolbę.



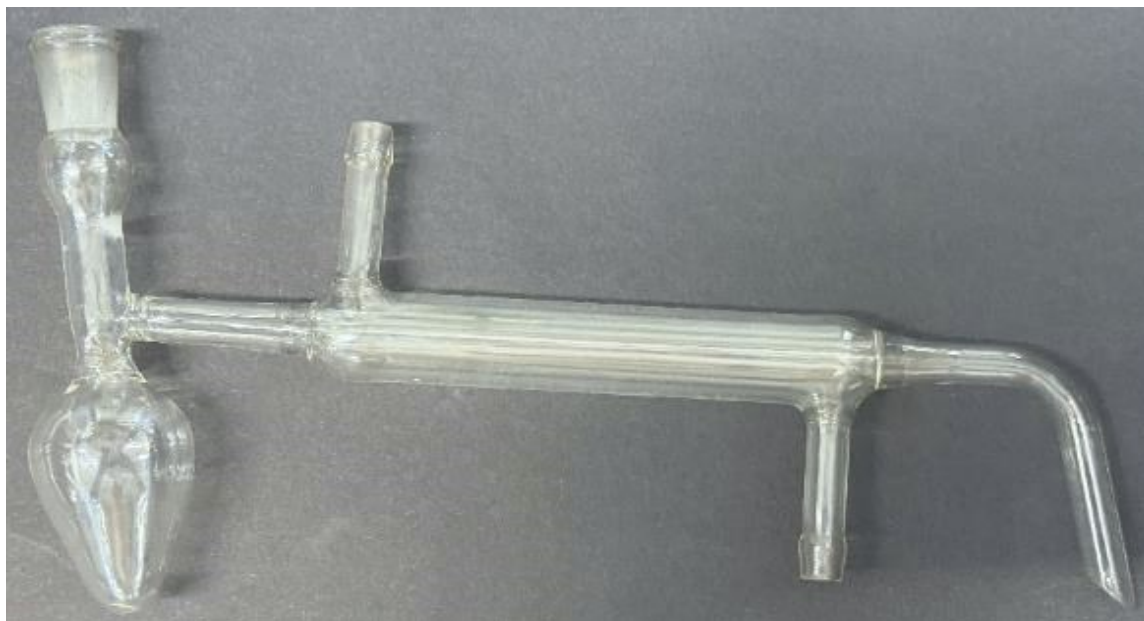
ZDJ. 63. WYPARKA

4.6. Oznaczanie temperatury topnienia i wrzenia

Do podstawowych właściwości fizycznych charakteryzujących dany związek organiczny należą temperatura topnienia i temperatura wrzenia. Ich oznaczenie i porównanie z danymi literaturowymi stanowi prosty sposób identyfikacji i określenia czystości otrzymanych związków. Dla czystych związków wartości te są ostre tzn. mieszczą się w zakresie 0,5–1°C.

4.6.1. Oznaczanie temperatury wrzenia

Do wrzenia cieczy dochodzi w momencie, w którym prężność pary nasyconej nad cieczą zrówna się z ciśnieniem zewnętrznym. Temperatura, w której obserwuje się wrzenie to temperatura wrzenia. Istnieje ścisły związek między jej wartością a ciśnieniem, stąd przy podaniu wartości temperatury wrzenia (z dokładnością do 1–2°C) należy zaznaczyć czy dotyczy ona ciśnienia atmosferycznego (normalnego) czy obniżonego i podać jego wartość. Oznaczenie temperatury wrzenia wykonuje się w aparaturze, w której prowadzi się destylację lub w jej zminiaturyzowanej i zintegrowanej wersji zwanej aparatem do oznaczania temperatury wrzenia.



ZDJ. 64. APARAT DO OZNACZANIA TEMPERATURY WRZENIA

4.6.2. Oznaczanie temperatury topnienia

Temperatura topnienia to temperatura, w której dostarczona energia powoduje zrywanie wiązań pomiędzy cząsteczkami (jonami) w sieci krystalicznej. Obserwuje się wówczas przejście danej substancji ze stanu stałego w stan ciekły. Oznaczenie temperatury topnienia polega na ogrzewaniu niewielkiej ilości substancji stałej w rurce kapilarnej, w aparacie zwanym kriometrem. Na poniższym zdjęciu przedstawiono aparat, w którym główną część stanowi ogrzewany blok metalowy. W odpowiednim otworze umieszcza się kapilarę z badaną substancją, a następnie prowadzi stopniowe ogrzewanie bloku, poprzez lunetkę obserwuje się zachowanie badanej substancji, zwracając jednocześnie uwagę na



ZDJ. 65. NABITA KAPILARA



ZDJ. 66. KRIOMETR

wskazania termometru. Kriometry cyfrowe umożliwiają precyzyjną regulację szybkości ogrzewania bloku i dokładny odczyt temperatury.

4.7. Przykłady zestawów do prowadzenia reakcji

Na zdjęciach przedstawiono najczęściej spotykane zestawy aparatury do prowadzenia syntez studenckich.



ZDJ. 67. ZESTAW DO OGRZEWANIA POD CHŁODNICĄ ZWROTNĄ/CZASZA



ZDJ. 68. ZESTAW DO OGRZEWANIA POD CHŁODNICĄ ZWROTNĄ Z ZABEZPIECZENIEM PRZED WILGOCIĄ



ZDJ. 69. ZESTAW DO OGRZEWANIA POD CHŁODNICĄ ZWROTNĄ/ŁAŹNIA WODNA



ZDJ. 70. ZESTAW DO OGRZEWANIA Z ODDESTYLOWANIEM PRODUKTU UBOCZNEGO (ACETANILID)



**ZDJ. 71. ZESTAW Z WKRAPLANIEM/
MIESZADŁO MECHANICZNE**



**ZDJ. 72. ZESTAW Z MIESZADŁEM
MAGNETYCZNYM/CHŁODZENIE/
WKRAPLACZ/ TERMOMETR**



**ZDJ. 73. ZESTAW Z MIESZADŁEM
MAGNETYCZNYM I WKRAPALANIEM/
KOLBA STOŻKOWA**

5. TECHNIKI OCZYSZCZANIA I WYODRĘBNIANIA SUBSTANCJI ORGANICZNYCH

5.1. Krystalizacja (też z mieszaniny rozpuszczalników)

Krystalizacja to technika oczyszczania substancji stałych polegająca na wytrąceniu czystych kryształów z roztworu. Wykorzystuje się ją, gdy chcemy oddzielić substancję od zanieczyszczeń w sposób fizyczny, przy użyciu różnic w rozpuszczalności w różnych temperaturach.

5.1.1. Zasada działania

Krystalizacja polega na rozpuszczeniu substancji w odpowiednim rozpuszczalniku lub mieszaninie rozpuszczalników w wysokiej temperaturze, odsączeniu nierozpuszczalnych zanieczyszczeń mechanicznych a następnie stopniowym schładzaniu roztworu. W wyniku tego procesu czysta substancja wytrąca się w postaci kryształów, ponieważ jej rozpuszczalność w danym rozpuszczalniku zmniejsza się wraz z obniżaniem temperatury (roztwór staje się przesycony).

5.1.2. Dobór rozpuszczalnika do krystalizacji

Skuteczność procesu krystalizacji w dużej mierze zależy od prawidłowego doboru rozpuszczalnika. Powinien on spełniać następujące warunki:

- **Rozpuszczalność substancji krystalizowanej** – dobrze rozpuszcza krystalizowaną substancję w temperaturze wrzenia, zaś słabo w temperaturze pokojowej, co umożliwia jej wytrącenie podczas chłodzenia.
- **Zachowanie wobec zanieczyszczeń** – bardzo dobrze rozpuszcza zanieczyszczenia (pozostają w ługu pokrystalicznym), lub bardzo słabo je rozpuszcza – wówczas są usuwane poprzez sączenie gorącego roztworu.

- **Parametry fizyczne i bezpieczeństwo** – ma stosunkowo niską temperaturę wrzenia, co ułatwia jego usunięcie z powierzchni kryształów podczas suszenia,
- nie reaguje chemicznie z oczyszczaną substancją, – jest, o ile to możliwe, nietoksyczny, niepalny i tani.

W praktyce laboratoryjnej często stosuje się jako rozpuszczalniki: wodę, etanol, metanol, aceton, octan etylu, toluen oraz ich mieszaniny z wodą lub innymi cieczami – w zależności od właściwości oczyszczanego związku.

5.1.3. Aparatura do krystalizacji

Zestaw aparatury wykorzystywanej do krystalizacji zależy od parametrów stosowanego rozpuszczalnika. Jeżeli rozpuszczalnikiem jest woda, można użyć kolby stożkowej ustawionej na płytce ceramicznej na trójnogu nad palnikiem i nie jest konieczne zastosowanie chłodnicy zwrotnej. Pary rozpuszczalnika są niepalne i nietoksyczne. Jeżeli wykorzystywany jest rozpuszczalnik palny, należy zestawić aparaturę składającą się z kolby okrągłodennej i wodnej chłodnicy zwrotnej umocowanych za pomocą łap do kratownicy lub statywu. Do ogrzewania takiego zestawu należy unikać stosowania bezpośredniego źródła ognia np. palnika, wykorzystuje się tutaj czasze grzewcze lub łaźnie wodne. Niezależnie od rodzaju stosowanego rozpuszczalnika zalecane jest stosowanie zestawu aparatury jak na zdjęciu 74.



**ZDJ. 74. APARATURA
DO KRYSTALIZACJI
– ROZPUSZCZALNIK PALNY**



**ZDJ. 75. ZESTAW DO SĄCZENIA
NA GORĄCO**



**ZDJ. 76. ZESTAW DO SĄCZENIA POD
ZMNIJSZONYM CIŚNIENIEM**

Dodatkowo wykorzystuje się zestaw aparatury do sączenia na gorąco (patrz rozdział 4.3.2.) oraz zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem (patrz rozdział 4.3.3.).

5.1.4. Procedura krystalizacji

1. Rozpuszczenie substancji: W kolbie (dobrej tak, by ciecz wypełniała ją do około 1/2 objętości) umieścić zanieczyszczoną substancję, kamyczek wrzenny a następnie dodać minimalną ilość rozpuszczalnika (do przykrycia osadu). Doprowadzić do wrzenia poprzez ogrzewanie na czaszy grzewczej lub w łaźni wodnej. Należy unikać przekroczenia temperatury wrzenia rozpuszczalnika. Jeśli osad nie ulegnie rozpuszczeniu, kolejne porcje rozpuszczalnika można dodawać do ogrzewanej kolby przez chłodnicę aż do uzyskania klarownego roztworu.
2. Sączenie na gorąco: w przypadku występowania w oczyszczanym związku zanieczyszczeń mechanicznych gorący roztwór sączyć, wykorzystując zestaw do sączenia na gorąco (patrz rozdział 4.3.2.).

Uwaga: Operację tę prowadzić szybko celem uniknięcia przedwczesnej krystalizacji. Jeżeli podczas sączenia na gorąco, osad wykrystalizuje na sączku, można spłukać sączek niewielką ilością gorącego rozpuszczalnika. W przypadku

większych strat, sączeek umieścić ponownie w kolbie okrągłodennej, zalać niewielką porcją rozpuszczalnika, ogrzać do wrzenia i przesączyć na gorąco wykorzystując nowy sączeek karbowany.

3. Schładzanie: Przesącz pozostawić do samoczynnego schłodzenia, następnie umieścić kolbę w łaźni wodnej lub lodowej. Ze schłodzonego przesączu powinny wytrącić się kryształy oczyszczonej substancji.

Uwaga: Jeśli kryształy nie powstają, krystalizację trzeba zainicjować pocierając lub drapiąc ścianki naczynia szklaną bagietką. Krystalizację przyspieszyć można przez tzw. zaszczepienie tj. dodać czysty związek stanowiący zarodek krystalizacji.

4. Oddzielenie kryształów od roztworu – sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem (patrz rozdział **4.3.3**): Zamieszać zawartość kolby i przelać mieszaninę na lejek Schotta lub lejek Büchnera (zaopatrzony w krążek bibuły filtracyjnej zwilżony rozpuszczalnikiem). Po przeniesieniu mieszaniny, zeszkrobać ewentualny osad pozostający w kolbie i słucać niewielką ilością przesączu lub czystego rozpuszczalnika. Niekiedy na tym etapie konieczne jest dodatkowe odmycie ługu pokrystalicznego z osadu: na osad umieszczony na lejku nalewać małe porcje czystego rozpuszczalnika. Na czas przemywania wyłącać próżnię, osad mieszać starannie z rozpuszczalnikiem przy pomocy bagietki szklanej i dopiero wówczas odsączać. Osad na sączeniu odciskać bagietką szklaną lub korkiem szklanym.
5. Suszenie: Aby usunąć resztki rozpuszczalnika, otrzymane kryształy przenieść na szkiełko zegarkowe lub do krystalizatora i suszyć w eksykatorze albo w suszarce w temperaturze niższej niż temperatura topnienia danej substancji, zwykle 40–50°C.
6. Oznaczanie temperatury topnienia: po wyschnięciu oznaczyć t.t. oczyszczonej substancji (patrz rozdział **4.6.2**).
7. Ważenie: Produkt należy zważyć celem obliczenia wydajności syntezy/krystalizacji.

Wariant – krystalizacja z węglem aktywnym

- 1'. Rozpuszczenie substancji: tak jak opisano powyżej.
- 2'. Jeśli gorący roztwór jest zanieczyszczony smolistymi lub barwnymi zanieczyszczeniami, wskazane może być zastosowanie węgla aktywnego, który zaadsorbuje zanieczyszczenia na swojej powierzchni. Przed dodaniem węgla aktywnego częściowo schłodzić roztwór. Unieść chłodnicę zwrotną,

przytrzymać ją w łapie czteropalczastej, do kolby dodać węgla aktywnego w ilości ok 1–2% w stosunku do masy związku. (Nie dodawać węgla do wrzącego roztworu, ponieważ może nastąpić silne pienienie!) Opuścić chłodnicę. Następnie tak przygotowaną zawiesinę ponownie doprowadzić do wrzenia i utrzymywać we wrzeniu ok 3–7 minut. Z reguły węgiel aktywny działa lepiej w roztworach wodnych niż w niepolarnych rozpuszczalnikach organicznych.

- 3'. Sączenie na gorąco: w czasie ogrzewania mieszaniny z węglem aktywnym przygotować zestaw do sączenia na gorąco, a następnie gorącą zawiesinę przesączyć (patrz rozdział 4.3.2.).
- 4'. Schładzanie, oddzielanie kryształów od roztworu, suszenie i oznaczanie temperatury topnienia: tak jak opisano powyżej.

5.2. Destylacja

Destylacja to proces rozdziału mieszanin ciekłych oparty na różnicy temperatur wrzenia ich składników. Polega na ogrzaniu cieczy do wrzenia, skropleniu powstających par i zebraniu kondensatu. Wykorzystywana jest do:

- oczyszczania cieczy z mniej lotnych zanieczyszczeń,
- rozdzielania mieszanin cieczy o różnych temperaturach wrzenia.

Czysta ciecz wrze w stałej temperaturze, natomiast mieszaniny wykazują zmienność temperatury podczas procesu. Moment wrzenia następuje, gdy ciśnienie pary nasyconej cieczy zrówna się z ciśnieniem zewnętrznym.

5.2.1. Destylacja prosta



Destylacja prosta jest stosowana w przypadku mieszanin, które różnią się temperaturą wrzenia o co najmniej 80°C. Jest to najczęściej wykorzystywana technika do oddzielania składników o wyraźnych różnicach w temperaturach wrzenia.

5.2.1.1. Aparatura do destylacji prostej

Aparatura do destylacji prostej składa się z kolby destylacyjnej (okrągłodennej) umocowanej do statywu lub kratownicy za pomocą łapy okrągłej lub trójkątnej. Do ogrzewania kolby wykorzystuje się czaszę grzewczą lub łaźnię wodną. Kolbę zaopatrjuje się w nasadkę destylacyjną, w której umieszczony jest termometr do pomiaru temperatury par wychodzących do chłodnicy (zwrócić uwagę na to, aby zbiornik z barwną cieczą termometru był na wysokości rurki wyprowadzającej pary destylatu do chłodnicy), odpowiednią chłodnicę



ZDJ. 77. ZESTAW DO DESTYLACJI PROSTEJ

prostą (Liebiga), umocowaną za pomocą łapy czteropalczastej do statywu lub kratownicy. W chłodnicy następuje skraplanie par, destylat spływa do odbieralnika (kolby stożkowej ustawionej na podnośniku lub kolby okrągłodennej umocowanej do statywu lub kratownicy za pomocą łapy okrągłej lub trójkątnej). Należy przygotować odpowiednią liczbę odbieralników, dostosowując ich objętość do spodziewanej objętości otrzymanego destylatu. Pojemność kolby destylacyjnej należy zaś dobrać tak, by ciecz zajmowała 1/2 do 2/3 objętości.

5.2.1.2. Procedura destylacji prostej

1. Przygotowanie: Do kolby destylacyjnej wlać oczyszczaną mieszaninę, dodać kamyczki wrzenne. Podłączyć chłodnicę z nasadką, a w nasadce umieścić termometr (sprawdzić zakres temperatur). W razie konieczności, włączyć przepływ wody w chłodnicy. Przygotować odbieralniki.
2. Ogrzewanie: Umieścić kolbę na czaszy grzewczej. Rozpocząć ogrzewanie.
3. Skraplanie i odbiór cieczy: Gdy ciecz zacznie wrzeć, para przejdzie do chłodnicy i skropi się, a następnie zbierze w odbieralniku.

- Zbieranie frakcji czystej: Zbierać destylat, gdy temperatura się ustabilizuje, monitorując temperaturę wrzenia. Zakończyć odbiór danej frakcji, gdy temperatura zacznie się zmieniać, w tym celu należy zmienić odbieralnik na nowy.
- Kontynuacja wg. punktów 2,3,4 – zbieranie kolejnych frakcji do kolejnych odbieralników.
- Ważenie: Produkt należy zważyć celem obliczenia wydajności syntezy.

5.2.2. Destylacja frakcyjna



Destylacja frakcyjna jest wykorzystywana do rozdzielania składników mieszanin o zbliżonych wartościach prężności pary nasyconej (a zatem o zbliżonych wartościach temperatur wrzenia).

5.2.2.1. Aparatura do destylacji frakcyjnej

Dodatkowym elementem aparatury do destylacji frakcyjnej, różniącym ją od destylacji prostej, jest deflegmator (kolumna rektyfikacyjna), którą umieszcza się między kolbą a nasadką.

5.2.2.2. Procedura destylacji frakcyjnej

- Przygotowanie: Do kolby destylacyjnej wlać oczyszczaną mieszaninę, dodać kamyczki wrzenne. Zamontować deflegmator, podłączyć chłodnicę z nasadką, a w nasadce umieścić termometr. W razie konieczności włączyć przepływ wody w chłodnicy.
- Ogrzewanie: Umieścić kolbę na czaszy grzewczej. Rozpocząć ogrzewanie.
- Skraplanie i odbiór cieczy: Gdy ciecz zacznie wrzeć, para przejdzie do chłodnicy i skropi się w odbieralniku.



ZDJ. 78. ZESTAW DO DESTYLACJI FRAKCYJNEJ

4. Zbieranie frakcji czystej: Zbierać destylat, gdy temperatura się ustabilizuje, monitorując temperaturę wrzenia. Zakończyć odbiór danej frakcji, gdy temperatura zacznie się zmieniać, w tym celu należy zmienić odbieralnik na nowy.
5. Kontynuacja wg. punktów 2,3,4 – zbieranie kolejnych frakcji do kolejnych odbieralników.
6. Ważenie: Produkt (produkty) należy zważyć celem obliczenia wydajności syntezy.

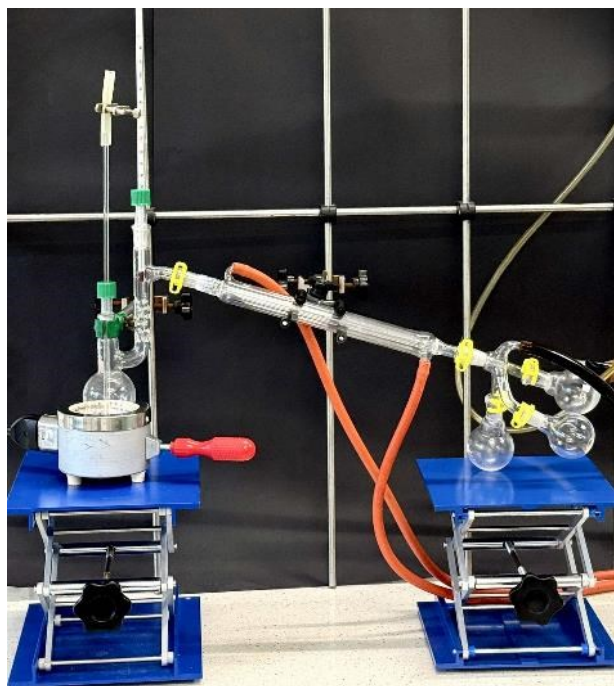
5.2.3. Destylacja pod zmniejszonym ciśnieniem



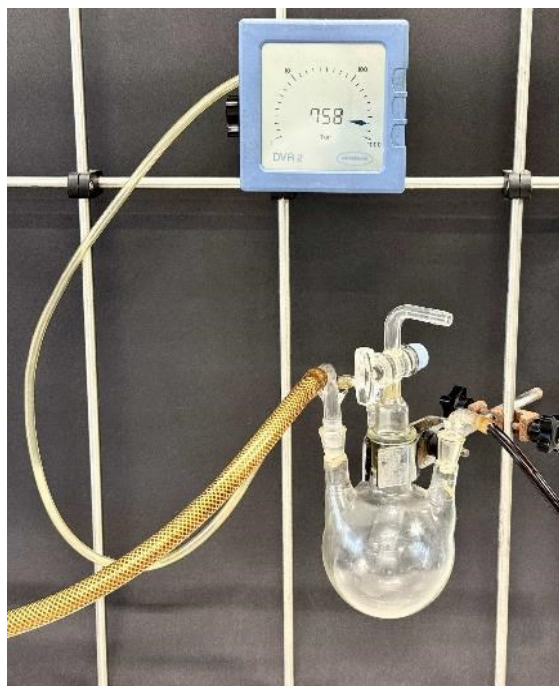
Destylacja pod zmniejszonym ciśnieniem jest techniką wykorzystywaną do rozdzielania składników, których temperatura wrzenia jest zbyt wysoka, co mogłoby prowadzić do ich rozkładu lub niepożądanych reakcji chemicznych. W tej metodzie obniża się ciśnienie atmosferyczne, co powoduje obniżenie temperatury wrzenia.

5.2.3.1. Aparatura do destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem

Aparatura do destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem przypomina zestaw do destylacji prostej, wymaga jednak dodatkowych elementów umożliwiających pracę w warunkach obniżonego ciśnienia. Składa się z umieszczonej na czaszy grzewczej kolby destylacyjnej Claisena z nasadką Vigreux, w której szyjach umieszczone są odpowiednio termometr i kapilara, chłodnicy prostej (Liebiga), nasadki do odbioru frakcji („krówki”), odbieralników (kolby okrągłodenne), pompy próżniowej (wodnej lub mechanicznej) i manometru – do kontroli ciśnienia.



ZDJ 79. ZESTAW DO DESTYLACJI POD ZMNIJSZONYM CIŚNIENIEM



ZDJ 80. KOLBA ZABEZPIEZAJĄCA Z MANOMETREM

Wszystkie połączenia powinny być wykonane z użyciem szlifów lub węży gumowych. Aby zapewnić szczelność układu wszystkie szlify należy smarować smarem silikonowym przystosowanym do pracy w warunkach obniżonego ciśnienia.

5.2.3.2. Procedura destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem

1. Przygotowanie: W kolbie destylacyjnej umieścić oczyszczaną ciecz. Zmontować szczelnie całą aparaturę, łącznie z chłodnicą i odbieralnikami. Podłączyć pompę próżniową przez węży gumowy.
2. Obniżenie ciśnienia: Powoli uruchomić pompę próżniową. Obserwować wartości ciśnienia na manometrze. Przed rozpoczęciem ogrzewania należy ustabilizować układ pod odpowiednim, bezpiecznym ciśnieniem.
3. Destylacja: Rozpocząć delikatne ogrzewanie kolby destylacyjnej na czaszy grzewczej. Monitorować temperaturę wrzenia – niższą niż pod ciśnieniem atmosferycznym (patrz Uwaga 1 na końcu podrozdziału). Gdy ciecz zacznie wrzeć, pary przechodzą do chłodnicy, gdzie ulegają skropleniu, a następnie są zbierane w odbieralniku.
4. Zbieranie frakcji czystej: W przypadku mieszanin – zbierać kolejne frakcje zgodnie ze zmianami temperatury, zmieniając odbieralnik po każdej ustalonej zmianie temperatury wrzenia. Zmiana odbieralnika polega na zmianie ustawienia „krówki”.

Notować wartość temperatury wrzenia każdej frakcji zawsze wraz z aktualną wartością ciśnienia.

5. Zakończenie: Po zakończeniu destylacji należy najpierw wyłączyć ogrzewanie, ostudzić układ, a dopiero później powoli wyrównać ciśnienie otwierając zawór na kolbie zabezpieczającej, aby zapobiec gwałtownemu zasysaniu powietrza. Dopiero potem można odłączyć pompę próżniową.

6. Ważenie: Produkt (produkty) należy zważyć celem obliczenia wydajności syntezy.

Uwaga: Aby obliczyć wartość temperatury w układzie po obniżeniu ciśnienia skorzystać można z **Tabeli 2.** – str. 80.

5.2.4. Destylacja z parą wodną



Destylacja z parą wodną jest techniką rozdzielania i oczyszczania substancji nierozpuszczalnych w wodzie, które są jednocześnie wystarczająco lotne, aby ulegać odparowaniu w obecności pary wodnej. Znajduje zastosowanie podczas oczyszczania olejków eterycznych i innych związków aromatycznych, izolacji substancji z surowców roślinnych, oczyszczaniu cieczy o wysokiej temperaturze wrzenia.

5.2.4.1. Aparatura do destylacji z parą wodną



ZDJ. 81 ZESTAW DO DESTYLACJI Z PARĄ WODNĄ Z MOSIĘŻNYM KOCIOŁKIEM

Destylacja z parą wodną wymaga zestawu aparatury umożliwiającej wprowadzenie pary do mieszaniny zawierającej związku lotne z parą wodną. Standardowy układ laboratoryjny jest zbliżony do zestawu stosowanego w destylacji prostej, jednak z pewnymi modyfikacjami. Kolbę destylacyjną przymocowuje się ukośnie do statywu, co umożliwia bardziej kontrolowany przepływ pary wodnej i minimalizuje ryzyko jej przypadkowego przedostania się do chłodnicy. Kolbę umieszcza się na czaszy grzewczej i zaopatruje w nasadkę wyposażoną w rurkę doprowadzającą parę wodną oraz rurkę odprowadzającą opary do chłodnicy destylacyjnej.



ZDJ. 82. ZESTAW DO DESTYLACJI Z PARĄ WODNĄ Z KOLBĄ OKRĄGŁODENNĄ

Jako generatora pary używa się kociołka mosiężnego (patrz rozdział 2.2.6) ustawionego na trójnogu nad palnikiem lub też kolby okrągłodennej zaopatrzonej w nasadkę z dwoma króćcami, umożliwiającą kontrolowany przepływ pary i odpowietrzenie układu. Pierwszy króciec, znajdujący się powyżej lustra wody, służy do wyprowadzenia wytwarzającej się pary wodnej, zaś drugi króciec, zanurzony w wodzie, pełni funkcję odpowietrzającą, zapobiegając nadmiernemu wzrostowi ciśnienia w generatorze oraz umożliwiając ucieczkę powietrza z kolby podczas ogrzewania. Oba wyloty należy zaopatrzyć w odpowiednio dopasowane węże gumowe, wąż z rurki odpowietrzającej kierowany jest wylotem do góry (mocować koniec węża do kratownicy), co zapobiega przypadkowemu zalaniu układu, zaś wylot pary wodnej łączy się węzłem gumowym z nasadką umieszczoną w kolbie destylacyjnej.

Dalszy ciąg aparatury obejmuje chłodnicę prostą (Liebiga), skierowaną lekko w dół w kierunku odbieralnika (np. kolby stożkowej).



ZDJ. 83. NASADKA Z DWOMA KRÓĆCAMI

5.2.4.2. Procedura destylacji z parą wodną

1. Przygotowanie: W przypadku użycia kolby okrągłodennej jako generatora pary, do kolby wlać wodę, wrzucić kilka kamyczków wrzennych, zaopatrzyć ją w nasadkę z dwoma króćcami i rozpocząć ogrzewanie. W przypadku użycia kociołka mosiężnego, kociołek napełnić wodą ustawić na trójnogu nad palnikiem i rozpocząć ogrzewanie. Substancję poddawaną destylacji umieścić w kolbie okrągłodennej na czaszy grzewczej, połączyć z chłodnicą i odbieralnikiem.
2. Destylacja: Rozpocząć wstępne ogrzewanie kolby z mieszaniną (ażeby para wodna dostarczana do układu nie ulegała kondensacji w mieszaninie destylowanej). Gdy woda w generatorze pary zacznie wrzeć, należy połączyć wąż gumowy, poprzez który para wodna wydostaje się z generatora, z nasadką destylacyjną (używać rękawic chroniących przed wysoką temperaturą!). Podczas destylacji para wodna unosi się razem z substancją oczyszczaną, przechodzi przez chłodnicę i ulega skropleniu.
3. Zbieranie destylatu: Kondensat zbierany jest w odbieralniku. Jeśli jest to układ heterogeniczny (dwie niemieszające się ciecze), który po destylacji można oddzielić na warstwy mechanicznie (np. przy użyciu rozdzielacza).
4. Zakończenie: Po zakończeniu destylacji kondensat należy w razie potrzeby dalej oczyszczać poprzez ekstrakcję lub suszenie warstwy organicznej.

5.2.5. Destylacja azeotropowa



Destylacja azeotropowa jest stosowana wobec mieszanin, które nie mogą być rozdzielone zwykłą destylacją (ponieważ nie dochodzi do rozdziału frakcyjnego) natomiast mieszanina tworzy azeotrop, czyli mieszaninę o stałej temperaturze wrzenia, której skład nie zmienia się podczas destylacji. Aby rozdzielić składniki takiej mieszaniny, stosuje się dodanie substancji, która zmienia skład pary. Destylację azeotropową stosuje się między innymi, gdy wymagane jest uzyskanie substancji o bardzo wysokiej czystości lub celem usunięcia śladów jednej z cieczy (np. wody z rozpuszczalnika organicznego).

Zasada działania polega na dodaniu do mieszaniny trzeciego składnika (tzw. czynnika azeotropowego), który tworzy nowy azeotrop z jednym ze składników

mieszaniny. Ten nowy azeotrop ma inną temperaturę wrzenia i może być oddzielony poprzez zwykłą destylację. Przykładem jest benzen lub cykloheksan dodawany do mieszaniny etanol-woda.

5.2.5.1. Aparatura do destylacji azeotropowej z wykorzystaniem nasadki Deana-Starka

Zestaw aparatury składa się z umocowanej do kratownicy kolby destylacyjnej, chłodnicy zwrotnej i nasadki Deana-Starka, która umożliwia połączenie kolby z chłodnicą oraz oddzielenie nowo powstałego azeotropu jeśli tworzy on układ heterogeniczny (np. dwie niemieszające się fazy cieczy). Pod wyskalowaną rurką z zaworem nasadki umieszcza się odbieralnik.

5.2.5.2. Procedura destylacji azeotropowej

1. Przygotowanie: Do kolby okrągłodennej wlać mieszaninę substratów poddawanych reakcji oraz odpowiedni czynnik azeotropowy. Dodać kamyczki wrzenne. Zamontować nasadkę azeotropową Deana-Starka oraz chłodnicę zwrotną. Funkcję odbieralnika pełnić może kolba stożkowa.
2. Destylacja: Rozpocząć ogrzewanie. Azeotrop powstaje i ulega odparowaniu jako pierwszy. Pary azeotropu ulegają skropleniu w chłodnicy i kierowane są do nasadki. Jeśli tworzy układ dwufazowy, można go łatwo oddzielić w odbieralniku rozdzielającym, skroplony azeotrop gromadzi się w pionowej rurce nasadki Deana-Starka ze skalą.
3. Kontynuacja: Gdy wypełniona zostaje cała nasadka, lżejszy składnik wraca do kolby, cięższy składnik (np. wodę) można oddzielić poprzez otwarcie kranu w dolnej części ramienia nasadki azeotropowej.



ZDJ. 84. ZESTAW DO DESTYLACJI AZEOTROPOWEJ

Po usunięciu niepożądanego składnika, dalsza destylacja może być prowadzona w celu oczyszczenia głównego rozpuszczalnika.

4. Zakończenie: Po zakończeniu destylacji należy pamiętać o właściwej utylizacji użytych rozpuszczalników azeotropowych.

5.3. Ekstrakcja roztworu lub zawiesiny wodnej

Ekstrakcja to technika rozdzielania składników mieszaniny cieczy lub ciecz-ciało stałe, oparta na różnicach w rozpuszczalności poszczególnych związków chemicznych w dwóch niemieszających się ze sobą cieczach. W preparatyce organicznej metoda ta znajduje szerokie zastosowanie m.in. w izolacji produktu z mieszaniny poreakcyjnej lub usuwaniu zanieczyszczeń. Najczęściej stosuje się układ rozpuszczalników woda – rozpuszczalnik organiczny.

5.3.1. Zasada działania

Proces ekstrakcji ciecz-ciecz polega na przechodzeniu substancji rozpuszczalnej z jednej cieczy (wody) do drugiej, niemieszającej się z nią cieczy organicznej, w której dana substancja wykazuje wyższą rozpuszczalność. Po dokładnym wymieszaniu i rozdzieleniu warstw, wynikającym z różnicy ich gęstości, substancja docelowa koncentruje się w jednej z warstw, zazwyczaj w warstwie organicznej.

5.3.2. Dobór rozpuszczalnika do ekstrakcji

Rozpuszczalnik stosowany do ekstrakcji powinien spełniać następujące kryteria:

- nie mieszać się z wodą (lub inną cieczą stanowiącą drugą fazę),
- dobrze rozpuszczać ekstrahowaną substancję,
- nie rozpuszczać niepożądanych składników,
- mieć niską temperaturę wrzenia (dla łatwego usunięcia po ekstrakcji),
- nie powinien tworzyć trwałych emulsji z fazą wodną, aby umożliwić sprawne rozdzielenie warstw po ekstrakcji,
- być stosunkowo nietoksyczny i bezpieczny w użyciu.

Przykładowe rozpuszczalniki to: chloroform, dichlorometan, eter dietylowy, octan etylu, toluen.

5.3.3. Aparatura do ekstrakcji

Do wykonania ekstrakcji wykorzystuje się rozdzielacz zaopatrzony w korek, umieszczony w kółku metalowym przymocowanym do statywu lub kratownicy oraz naczynia do zbierania oddzielonych warstw (np. kolby Erlenmeyera). Objętość rozdzielacza powinna być około dwukrotnie większa od objętości ekstrahowanej mieszaniny. Przed przystąpieniem do ekstrakcji należy sprawdzić szczelność wszystkich elementów szlifowych rozdzielacza.



ZDJ. 85. ZESTAW DO EKSTRAKЦИИ

5.3.4. Procedura ekstrakcji ciecz-ciecz

1. Przygotowanie: Mieszaninę zawierającą izolowany produkt (zwykle poreakcyjny roztwór lub zawiesinę wodną) umieścić w rozdzielaczu (kran powinien pozostać w pozycji zamkniętej – poziomo) i dodać pierwszą porcję odpowiedniego rozpuszczalnika organicznego (np. 1/3 całej objętości).
2. Wytrząsanie mieszaniny: Rozdzielacz szczelnie zamknąć korkiem i wyjąć z kółka, ostrożnie odwrócić do góry dnem, przytrzymując jedną ręką korek, a drugą kran, wytrząsnąć zdecydowanie, ale ostrożnie kilka razy. Następnie obrócić rozdzielacz skośnie ku górze i otworzyć na chwilę kran celem odgazowania układu (często powstają nadciśnienia). Czynność powtarzać kilkakrotnie, a następnie, po wyrównaniu ciśnienia, wytrząsać energicznie zawartość rozdzielacza przez około 2-3 minuty.
3. Rozdzielenie warstw: Po pozostawieniu rozdzielacza na kółku i zdjęciu korka ciecze rozdzielają się na dwie warstwy: dolną (zwykle gęstszy rozpuszczalnik organiczny, np. chloroform) i górną (najczęściej woda). Dolną warstwę zlać ostrożnie poprzez otwarcie kranu do osobnego naczynia.
4. Powtórzenie procedury z użyciem kolejnych porcji świeżego rozpuszczalnika: Dla zwiększenia efektywności procesu zaleca się kilkakrotne ekstrahowanie

tej samej fazy wodnej świeżymi, mniejszymi porcjami rozpuszczalnika organicznego, zamiast jednorazowego użycia jego całej objętości rozpuszczalnika. Po każdej ekstrakcji warstwę organiczną zlać do osobnego odbieralnika. Zebrane porcje fazy organicznej połączyć przed dalszymi etapami oczyszczania.

5. Przemycanie warstwy organicznej: aby usunąć ewentualne resztki substancji polarnej (np. zasady, kwasu), warstwę organiczną można kilkakrotnie przemycać wodą lub roztworami wodnymi – stosowana procedura jest analogiczna do procedury samej ekstrakcji.

5.3.5. Suszenie warstwy organicznej

Po ekstrakcji warstwa organiczna zazwyczaj zawiera pewne ilości wody. W celu jej usunięcia stosuje się odpowiednie środki suszące (patrz rozdział 4.4.2). Po dodaniu środka suszącego mieszaninę pozostawia się na odpowiedni czas a następnie przesącza na sączku bibułowym umieszczonym w zwykłym lejku.

5.3.6. Oddzielenie rozpuszczalnika

Warstwę organiczną zawierającą produkt można poddać odparowaniu rozpuszczalnika (najczęściej na wyparce próżniowej lub przez destylację), uzyskując w ten sposób czysty produkt.

6. TABLICE

Tabela 1. Gęstości i temperatury wrzenia wybranych substancji

Nazwa substancji	Gęstość [g/cm ³] w temp. 20°C	Temp. wrzenia [°C] pod ciśn. 1013 hPa
anilina	1,0	183
aceton	0,8	56
benzaldehyd	1,0	179
bezwodnik octowy	1,1	136
brom	3,2	59
chloroform	1,5	61
cykloheksan	0,8	81
dichlorometan	1,3	40
etanol	0,8	78
n-heksan	0,6	69
ksylen (mieszanina izomerów)	0,9	140
kwaz azotowy (V) (65%)	1,4	
kwaz octowy	1,0	118
kwaz ortofosforowy (V) (85%)	1,7	
kwaz siarkowy (VI) (98%)	1,8	
kwaz solny (36%)	1,2	
metanol	0,8	65
nitrobenzen	1,2	211
octan etylu	0,9	77
toluen	0,9	111

Tabela 2. Nomograf do wyznaczania temperatury wrzenia cieczy podczas destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem

