

Процеси випарювання та упарювання.

Тема: Висушування рідин.

Висушування рідин. Рідини, які містять відносно велику кількість вологи, спочатку висушують фізичними методами, а потім за допомогою адсорбентів або хімічних осушувальних реагентів.

Рідини, температури кипіння яких істотно відрізняються від температури кипіння води і не утворюють з нею азеотропних сумішей, сушать фракційною перегонкою в ефективній колонці.

Азеотропна перегонка використовується для висушування рідин, які утворюють з водою подвійні або потрійні азеотропні суміші

з температурою кипіння нижчою за температуру кипіння окремих компонентів. Цей фізичний метод часто застосовується для висушування в поєднанні з екстракцією. Для видалення водяного шару до рідини, що висушується, додають органічний розчинник, який не змішується з водою. Залишок води з органічного шару видаляють за допомогою азеотропної перегонки.

Більшість рідких органічних речовин з водних розчинів виділяють за допомогою висолювання. Для цього в суміш додають електроліт, який не розчиняється в органічній речовині, але розчиняється у воді. Електроліт додають у вигляді твердої речовини або концентрованого розчину, при цьому утворюється водна фаза, яку видаляють декантацією. Органічний шар досушують і очищають перегонкою. Наприклад, висолюванням за допомогою концентрованого розчину натрію хлориду вдається видалити частину води з водного розчину діетилового етеру.

Частіше висушування органічних рідин проводять при їх безпосередньому контакті з осушувальними речовинами. Щоб зменшити втрати речовини за рахунок адсорбції, осушник додають невеликими порціями (1—3 % від маси розчину). Посудину з рідиною, що висушується, закривають пробкою, яка, у разі виділення газоподібних речовин, забезпечується хлорокальцієвою трубкою. Періодично вміст посудини струшують. Утворений водний розчин осушеного реагенту відокремлюють у ділительній лійці. Якщо необхідно, операцію повторюють. Іноді рідину з речовиною-осушником нагрівають у колбі зі зворотним холодильником. Операція висушування може тривати від декількох годин до декількох діб. Висушену рідину фільтрують або декантують і переганяють.

Розчини невідомих речовин висушують індиферентними осушувачами (магнію сульфат). Водні розчини термічно нестійких речовин піддають ліофільному сушінню (рис. 1.50). Для цього розчин заморожують у тонкому шарі і витримують у вакуумі (1,33—2,66 Па (0,01—2 мм рт. ст.)). Завдяки швидкому випарюванню води за рахунок сублімації заморожений шар охолоджується. Адсорбенти вловлюють водяну пару, яка виділяється. Отриманий дрібнокристалічний продукт зберігає свою біологічну активність, підвищує-

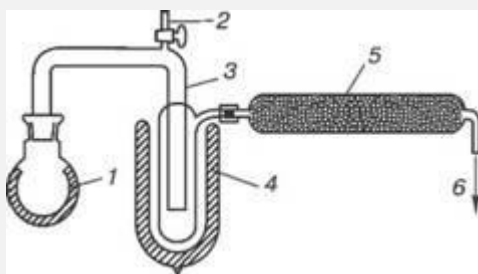


Рис. 1.50. Прилад для ліофільного сушіння: 1 — колба з речовиною, що висушується; 2 — кран для впуску повітря; 3 — охолоджувана пастка для парів води; 4 — посудина Дьюара; 5 — хімічний поглинач; 6 — відвід до високого вакууму

1.2. Основні операції під час роботи в лабораторії органічної хімії

Рис. 1.51. Колонка для висушування рідин: 1 — ємкість з осушуваною рідиною; 2 — колонка з цеолітом; 3 — приймач для сухої рідини

ся його розчинність, він захищений від окисного впливу кисню повітря.

Органічні рідини можна висушувати, пропускаючи їх через колонку, заповнену молекулярними ситами (динамічний метод) (рис. 1.51), або витримуючи над адсорбентом (статичний метод).

Висушування кристалічних речовин. При висушуванні кристалічних речовин рідину попередньо видаляють механічно (центрифугуванням, фільтруванням, пресуванням тощо).

Легколеткі домішки з кристалічних негігроскопічних речовин видаляють, розподіляючи речовину тонким (1—2 см) шаром на скляних, фільтркерамічних пластинках на відкритому повітрі при кімнатній температурі. Речовину, що висушується, для захисту від механічних забруднень покривають фільтрувальним папером.

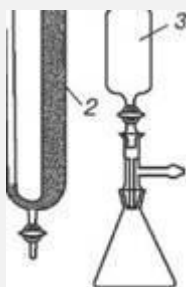
Ефективність висушування різко зростає з підвищенням температури. Термічно стійкі кристалічні речовини можуть бути висушені в сушильних шафах при температурі, яка має бути значно нижчою за температуру плавлення речовини. Не рекомендується таким способом видаляти леткі речовини (наприклад, залишки органічних розчинників), тому що суміш їхніх парів з повітрям при контакті з дріткою спіраллю нагрівника може вибухнути!

Дрібнокристалічні речовини в процесі висушування на поверхні утворюють кірку, тому для більш швидкого висушування їх багаторазово перемішують.

Для висушування речовин, нестійких при нагріванні, використовують вакуумні шафи, в яких регулюють температуру шляхом зміни тиску.

Ефективно висушувати кристалічні речовини дозволяє застосування ексикаторів, в яких повітря осушують хімічними реагентами. Для прискорення висушування використовуються вакуумні ексикатори. Вакуум у них підтримується за допомогою водоструминного насоса (рис. 1.52). Товстостінна посудина під вакуумом може вибухнути, тому перед роботою її потрібно обгорнути рушником або цупкою тканиною.

Осушувальний реагент для ексикаторів підбирають залежно від хімічних властивостей речовини, що висушується (див. табл. 1.3). Вуглеводневі розчинники (бензен, петролейний етер) видаляють



58

I. Техніка лабораторних робіт

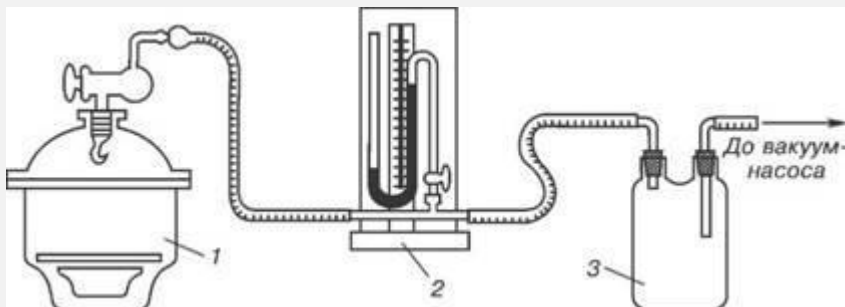


Рис. 1.52. Схема з'єднання вакуум-ексикатора з вакуум-насосом: 1 — вакуум-ексикатор; 2 — манометр; 3 — запобіжна склянка

за допомогою парафінових стружок або просоченого парафіном паперу.

Концентрована сульфатна кислота застосовується для висушування від залишків діетилового етеру, етанолу, основних речовин (аніліну, піридину). При її використанні для зменшення розбризкування і збільшення контактуючої поверхні нижню частину ексикатора заповнюють скляними або керамічними кільцями Раши-га; між ексикатором і водоструминним насосом установлюють запобіжну склянку Вульфа. Концентровану сульфатну кислоту не застосовують при підвищених температурах і для висушування у вакуумі (середньому і високому).

У вакуумних ексикаторах подачу і виведення повітря роблять через загнуту вверх або відгороджену шматочком картону капілярну трубку, яка захищає речовину, що висушується, і осушник від розбризкування.

Осушувальний пістолет (Фішера) (рис. 1.53) використовується для висушування відносно невеликих кількостей речовин при підвищеній температурі у вакуумі. У колбу до половини місткості заливають рідину з $t_{\text{КИП}}$ на $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ нижчою за $t_{\text{пл}}$ речовини, що висушується. Зазвичай використовують негорючі рідини (хлороформ, воду, тетрахло-рометан тощо). Пари рідини обігрівають корпус сушарки, усередині якого знаходиться човник з речовиною, яка висушується. У ретортоподібній колбі адсорбент уловлює леткі домішки, що виділяються. Висушування триває впродовж 1 год.

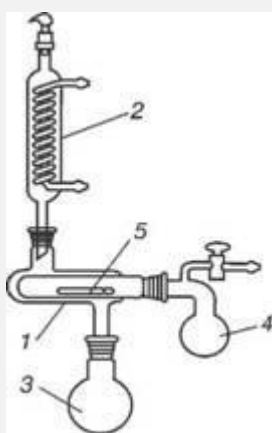


Рис. 1.53. Осушувальний пістолет: 1 — посудина; 2 — зворотний холодильник; 3 — колба; 4 — реторта; 5 — фарфоровий човник

Д\3 Опрацювати тему.