

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
СХІДНОУКРАЇНСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
імені ВОЛОДИМИРА Даля

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
до виконання лабораторних робіт з дисципліни
«Аналіз хіміко–технологіческих систем
та устаткування виробництва органічного синтезу»
(для здобувачів вищої освіти спеціальності
161 Хімічні технології та інженерія)

ЗАТВЕРДЖЕНО
на засіданні кафедри
"Хімічної інженерії та екології".
Протокол № 12 від 26.05.2021 р.

Сєверодонецьк, 2020 р.

УДК 547

Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з дисципліни «Аналіз хіміко–технологіческих систем та устаткування виробництва органічного синтезу» (для здобувача вищої освіти спеціальності 161 Хімічні технології та інженерія) /Уклад.: І.М. Шаповалова . – Сєвєродонецьк: вид-во СНУ ім. В. Даля, 2020. – 36 с

Вказівки містять систематичний підбір питань та контрольні завдання з дисципліни. Матеріали розраховані здобувачів вищої освіти спеціальності 161 Хімічні технології та інженерія вищих навчальних закладів.

Укладач Ірина Миколаївна Шаповалова

Рецензент: І.В. Кравченко, к.т.н., доц.

© СНУ ім. В.Даля, 2020

Вступ

При виконанні лабораторних робіт необхідно дотримуватися наступних правил:

Лабораторні роботи виконують на листах формату А4; на першій сторінці пишуть: *прізвище, ім'я та по батькові, назву дисципліни, номер лабораторної роботи, , прізвище та ім'я по батькові студент та викладача.*

I ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ ПРИ ВИКОНАННІ ЛАБОРАТОРНИХ

I Загальні положення

1.1. Дана інструкція призначена для студентів (здобувачів вищої освіти) денної та заочної форм навчання при виконанні ними робіт в хімічних лабораторіях кафедри.

1.2. Порухення цієї інструкції не допускається. За порушення правил техніки безпеки винні притягуються до відповідальності згідно чинного законодавства.

1.3. Хімічні лабораторії кафедри хімічної інженерії та екології – це робочі приміщення, забезпечені газовими та водними комунікаціями, оснащені електронагрівальними приладами, електроприладами, витяжними шафами. У лабораторіях кафедри використовується великий перелік хімічних реактивів: кислоти, луги, солі, легкозаймисті рідини (ЛЗР). Всі лабораторні установки, в основному, зібрані зі скляної хімічного посуду і приладів.

1.4. Робочим місцем для здобувачів вищої освіти є хімічні лабораторії кафедри. Перебування в лабораторіях студентів обмежено часом, необхідним для проведення лабораторних і науково–дослідницьких робіт, підготовкою до них і прибиранням робочого місця після закінчення робіт, очищення хімічного посуду і приладів.

1.5 Здобувачі вищої освіти допускаються до виконання робіт в лабораторних приміщеннях кафедри ХІЕ тільки під керівництвом викладача після отримання ними інструктажу з реєстрацією в журналі встановленого зразка.

1.6. Здобувачам вищої освіти забороняється приступати до виконання робіт перебуваючи в стані алкогольного, наркотичного, токсичного сп'яніння.

1.7. Здобувачі вищої освіти допускаються до виконання лабораторного практикуму тільки при наявності спецодягу.

1.8. Здобувачі вищої освіти повинні дотримуватися правил особистої гігієни. Користуватися тільки особистим спецодягом. Зберігати спецодяг в установленому місці, окремо від чистого одягу.

1.9. Лабораторні приміщення кафедри повинні бути забезпечені укомплектованими медичними аптечками

1.10. У лабораторіях кафедри ХІЕ є такі небезпечні і шкідливі виробничі фактори:

- розчини кислот і лугів;
- легкозаймисті, займисті і вибухонебезпечні речовини;
- аміак і природний газ;
- отруйні, шкідливі і токсичні речовини.
- скляний посуд;
- балони із стисненими газами;
- нафта та продукти їх переробки;
- ураження електричним струмом.

1.11. Здобувачі вищої освіти зобов'язані знати заходи надання першої допомоги постраждалому у разі нещасного випадку та при необхідності вміти надати її.

1.12. Лабораторії кафедри ХІЕ повинні бути укомплектовані первинними засобами пожежогасіння: піском, вогнегасником, азбестовим полотном.

Здобувачі вищої освіти зобов'язані знати місце розташування первинних засобів пожежогасіння і вміти ними користуватися при необхідності.

1.13. У хімічних лабораторіях кафедри забороняється:

- використовувати технічний посуд в побутових цілях;
- приймати їжу в хімічній лабораторії;
- зберігати харчові продукти разом з хімічними реактивами;

- пробувати на смак хімічні реактиви;
- засмоктувати хімічні реактиви в піпетки ротом, для цього треба використовувати гумову грушу;
- самостійно займатися ремонтом приладів і обладнання;
- виробляти в лабораторії будь-які роботи, не пов'язані з лабораторним практикумом та науково-дослідними роботами.

2. Вимоги безпеки перед початком роботи.

- 2.1. Одягнути засоби індивідуального захисту.
- 2.2. Перевірити придатність посуду і апаратури правильність складання схеми її установа згідно методичних вказівок.
- 2.3. Перевірити наявність вентиляції у витяжній шафі, наявність води в системі, наявність видимого захисного заземлення (занулення).
- 2.4. Переконавшись в справності газових ліній і приладів, відсутності запаху газу в приміщенні.
- 2.5. Необхідно перевірити наявність реактивів і посуду, необхідного для проведення даної роботи.
- 2.6. У разі виявлення поломок обладнання необхідно повідомити викладача (керівника) про порушення.

Забороняється самостійно приступати до усунення порушень.

До виконання робіт дозволяється приступати тільки після усунення будь-яких несправностей і порушень.

- 2.7. Перед виконанням незнайомих операцій, а також перед роботою з новими речовинами необхідно отримати у викладача (керівника) детальний інструктаж.

- 2.8. Включити витяжну вентиляцію.

3. Вимоги безпеки під час виконання роботи.

- 3.1. Операції, пов'язані з підвищеною небезпекою, необхідно проводити тільки під безпосереднім наглядом викладача (керівника).

3.2. Всі роботи в хімічних лабораторіях необхідно проводити не менше, ніж двома здобувачами вищої освіти (студентами), щоб у разі потреби надати допомогу або викликати допомогу з боку технічних служб.

3.3. Всі роботи повинні проводитися при достатньому освітленні. Штучне освітлення повинно відповідати нормам, місцеве освітлення необхідно використовувати в комбінації із загальним. Застосовувати тільки місцеве освітлення забороняється.

3.4. Всі роботи з шкідливими, токсичними та отруйними речовинами необхідно проводити в витяжній шафі при спущених рамах.

3.5. У разі несподіваного відключення вентиляції роботу в витяжній шафі необхідно припинити і негайно повідомити про це викладача.

3.6. Під час нагрівання твердих або рідких речовин в колбах або пробірках забороняється направляти відкритий отвір на себе або сусіда, заглядати в отвір, щоб уникнути викиду гарячого або агресивного середовища.

4. Вимоги безпеки при роботі в витяжній шафі.

4.1. Для запобігання падінню фрамуги шафи на пальці рук фрамуги необхідно опускати на стопорне пристосування.

4.2. При роботах в витяжній шафі, з метою більш ефективної роботи тяги треба закріплювати необхідні фрамуги при піднятих на 1/3 або 1/4 її підйому, а решту тримати закритими.

4.3. Працюючи під тягою, голову треба тримати поза шафою, щоб уникнути вдихання шкідливих випарів, що виділяються при реакціях.

5. Вимоги безпеки при роботі з легкозаймистими, займистими та вибухонебезпечними речовинами.

5.1. До легкозаймистих речовин, що використовуються в лабораторіях кафедри ХІЕ, належать такі органічні розчинники: ефіри; спирти; бензол; бензин; петролейний ефір; толуол; ксилол; ацетон; уксусно–етиловий,

бутиловий і етиловий ефіри, нафта та нафтопродукти і т.д. У лабораторіях використовуються горючі гази: метан і т.п.

5.2. Забороняється нагрівання або перегонка легкозаймистих речовин і ГР в скляному посуді об'ємом понад 0,5 л.

5.3. Забороняється проводити будь-які роботи з легкозаймистими, займистими речовинами поза витяжної шафи.

5.4. Забороняється проводити розчинення речовин в колбі без зворотнього холодильника, використовуючи легкозаймистих речовин як розчинник для перекристалізації.

5.5 Нагрівання легкозаймистих речовин можна робити тільки в приладах і установках, що забезпечують повну конденсацію утворення пари.

5.6. Забороняється виливати відходи легкозаймистих речовин в каналізацію. Їх слід виливати в спеціальну тару.

5.7. При протоці значної кількості легкозаймистих речовин (більше 1 л) слід усунути можливість займання парів (знеструмити електрообладнання в лабораторії загальним рубильником, погасити газові та спиртові горілки), одягнути протигаз і за допомогою водострумного насосу прибрати пролиту рідину. Залишки засипати піском, потім зібрати його пластмасовим совком і спалити в безпечному місці.

5.8. Забороняється змішування легкозаймистих речовин і ГР з кислотами, лугами або іншими окислювачами.

5.9. Забороняється перегонка легкозаймистих речовин на спиртівках, відкритих електричних плитках. Перегонку таких рідин необхідно проводити в круглодонних колбах, виготовлених з тугоплавкого скла, на водяній або піщаній банях.

5.10. Рекомендується використовувати замкнуту установку для гарячого фільтрування із занурювальною зворотною лійкою при гарячому фільтруванні насиченого розчину в органічному розчиннику, або ж замінити складну операцію гарячого фільтрування.

5.11. Не слід проводити упарювання органічних розчинників у відкритих посудинах на повітрі або в сушильній шафі. Упарювання проводиться під вакуумом з обов'язковою конденсацією парів на установці для перегонки речовин. Сушку необхідно проводити в ексикаторі або вакуум–сушильній шафі.

6. Вимоги безпеки при роботі з кислотами і лугами.

6.1. У лабораторіях кафедри застосовуються їдкі агресивні речовини: розчини кислот (хлорводневої, сульфатної, нітратної, фторидної), хромовий ангідрид, а також концентровані розчини лугів (їдкий натр, їдкий калій, розчини аміаку). Щоб уникнути опіків будь–які роботи з цими речовинами необхідно проводити в захисних окулярах, гумових рукавичках, прорезиненому фартусі.

6.2. Робота з димлячими кислотами (50 % розчином соляної кислоти, нітратної кислоти, олеум) повинна проводитися у витяжній шафі, а в окремих випадках і в протигазі.

6.3. При розведенні концентрованих кислот водою, особливо сірчаної кислоти, виділяється велика кількість тепла. Тому необхідно наливати кислоту в воду або міцну в слабку, а не навпаки. Розведення повинно проводитися тільки в скляному або фарфоровому посуді, який витримує нагрів, і вестися обережно, уникаючи сильного нагріву.

6.4. Розчиняти тверді луги слід у спеціально відведеному місці в термостійкому посуді, повільно додавати шматочки в воду, постійно перемішуючи. Шматочки лугу брати тільки щипцями.

6.5. Забороняється застосовувати сірчану кислоту в вакуум–ексикаторах як водо поглинаючу речовину.

6.6. Забороняється зберігати розчини кислот і лугів в тонкостінному посуді. Заповнення тари не повинно бути більше 80%.

6.7. Забороняється зливати відпрацьовані речовини в раковини. Вони зливаються в спеціально приготовлений керамічний посуд з кришкою, що знаходиться під тягою, і нейтралізується.

6.8. Слід пам'ятати, що міцні кислоти і луги не можна виливати в один посуд. У разі виділення отруйних газів або парів необхідно надягти протигаз.

6.9. Розлиті кислоти або луги необхідно негайно засипати піском, пісок прибрати, нейтралізувати розчином соди, потім змити водою. Розбите скло збирають за допомогою щітки і совка.

6.10. Слід знати, що дерево, папір, вата самозагоряються при попаданні на них міцної азотної кислоти.

6.11. Використовуючи хромову суміш, слід пам'ятати, що безводна хромова суміш за дією на шкіру і слизові оболонки небезпечніше а, ніж концентрована сірчана кислота. З органічними рідинами вона іноді реагує з вибухом. Вибухи є дуже небезпечними, так як вибухи хромової суміші при попаданні в очі викликають важкі ураження. Тому забороняється працювати з хромової сумішшю без гумових рукавичок, прогумованого фартуха і захисних окулярів або маски.

6.12. Хромову суміш необхідно налити в посуд, що міється, приблизно на 1/4 її об'єму і обережно обполоснути стінки, послідовно нахилиючи її в різні боки. Потім хромову суміш вилити в банку для зливу відпрацьованої хромової суміші.

7. Вимоги безпеки при роботі з шкідливими і токсичними речовинами.

7.1. До цієї категорії речовин, які застосовуються в лабораторіях кафедри ХІЕ, відносяться, наприклад: метиловий спирт, бензол і т.п..

7.2. Небезпечними вважаються такі концентрації зазначених вище речовин, які перевищують значення граничнодопустимих концентрацій (ГДК), так як вони можуть проникати в організм через: органи дихання, травні органи і через шкіру.

7.3. При роботі з шкідливими і токсичними речовинами необхідно дотримуватись наступних правил:

- а) працювати під витяжкою при включеній витяжній вентиляції;
- б) забороняється нахилитися до посудини, в якому йде реакція;

в) працювати тільки в спецодязі і гумових рукавичках, при собі мати напоготові спеціальні засоби захисту – протигаз;

г) не допускається попадання токсичних речовин на шкіру та одяг;

д) пролиту на стіл або на підлогу шкідливу речовину необхідно надійно знешкодити, а потім змити водою;

е) розсипану отруйну речовину слід негайно зібрати, а лабораторний стіл, на який вона потрапила, знешкодити і промити водою;

ж) забороняється злив в каналізацію відпрацьованих отруйних речовин, продуктів дегазації і промивних вод. Їх необхідно збирати в окрему тару, а потім знешкоджувати.

8. Заходи безпеки при роботі з ртуттю:

8.1. У лабораторіях кафедри використовуються ртутні прилади: термометри, контактні термометри. При механічному пошкодженні термометра може статися розлив ртуті, що міститься в ньому.

8.2. Пари ртуті та її сполуки високо токсичні: гранично–допустима концентрація парів ртуті в повітрі робочої зони складає 0,01 мг / м³.

8.3. При пролитті ртуті необхідно її зібрати в скляну ємність, зверху залити водою, щільно закрити пробкою і тримати в витяжній шафі.

8.4. У разі протоки навіть невеликих кількостей ртуті необхідно провести демеркуризацію приміщень, посуду, апаратури:

- невеликі кількості ртуті необхідно засмоктувати в спеціальні скляні пастки за допомогою гумової груші;

- дрібні кульки можна збирати пензликом в «кульок» з гладкого паперу, а потім переносити в банку.

- з заглиблень і щілин ртуть витягають за допомогою смужок або пензликів з білої жерсті, мідного або латунного дроту та інших амальгамуючих металів, які надалі зберігаються в спеціальних герметичних банках.

- найбільш надійні і доступні хімічні методи демеркуризації:

- обробка поверхні приміщення розчином хлориду заліза (III) FeCl_3 – 20% водним з розрахунку 10 л на 20–30 м² площі;

8.5. Посуд, в якому знаходилася ртуть, не можна мити звичайним чином. Над раковиною необхідно спершу ретельно демеркурізувати його, для чого дрібний посуд і деталі приладів цілком заливають розведеною нітратною кислотою в товстостінній склянці і залишають на кілька годин. Після обробки посуд миють водою.

9. Правила безпечної роботи з метанолом.

9.1. Метанол – сильна отрута, що вражає нервову систему і кровоносні судини. В організм людини він може надходити: через органи дихання і шкіру. Особливо небезпечний прийом метанолу всередину: 10 г метанолу викликає отруєння людини і втрату свідомості, 30 г – смертельна доза.

9.2. Роботи з метанолом проводять в витяжних шафах.

9.3. Розлитий метанол негайно слід змивати великою кількістю води.

9.4. Тару з–під метанолу після закінчення робіт слід двічі промити водою.

10. Вимоги безпеки при роботі з скляним посудом і приладами.

10.1. При виконанні робіт зі скляним посудом і приладами потрібно бути уважним і обережним, так як через крихкість скла існує велика ймовірність травмування працюючих (порізи, термічні і хімічні опіки).

10.2. Щоб уникнути травмування при різанні скляних трубок, збиранні та розбиранні вузлів, що виготовляються зі скла, необхідно дотримуватися наступних заходів безпеки:

- скляні трубки невеликого діаметру ламати після надрізання їх напилком, попередньо захистивши руки рушником;
- просвердлена пробка, в яку вставляють скляні трубки, не повинна упиратися в долоню, її слід тримати за бічну поверхню;

- трубку не можна сильно стискати, її необхідно тримати якомога ближче до кінця, що вставляється в пробку, обернувши руки рушником;
- колбу або інший скляну посудину, в який вставляють пробку, слід тримати за горло, по можливості ближче до пробки, що вставляється, обернувши при цьому руки рушником.

10.3. Не можна допускати нагрівання рідин в закритих судинах, які не мають сполучення з атмосферою.

10.4. Скалки розбитого посуду прибирають тільки за допомогою щітки і совка.

11. Вимоги безпеки при роботі з електрообладнанням і електроприладами.

11.1. При експлуатації електроприладів необхідно керуватися правилами, викладеними в технічному паспорті або методичних вказівках..

11.2. При порушенні роботи електроприладів (появі запаху, виділенні диму, зміні характеру шуму і т.д.), виявленні дефектів у ізоляції проводів, несправності пускачів, рубильників, штепселів, розеток, вилок та іншої арматури, а також заземлення і огорож , слід зупинити роботу і повідомити про неполадки викладачеві.

11.3. При роботі з електрообладнанням і приладами забороняється:

- самостійно виконувати ремонт електрообладнання та приладів;
- переносити включені в мережу прилади та залишати їх без нагляду;
- підключати кілька споживачів електроенергії до однієї розетки;
- допускати перевантаження електричних мереж;
- торкатися до обладнання мокрими або вологими руками;
- відключати прилади, тримаючись за електричний шнур. Прилади слід відключати тільки тримаючись за вилку.

11.4. У разі перерви в подачі електричної енергії негайно виключити обладнання.

11.5. Кожен працюючий повинен пам'ятати, що напруга вище 36 В змінного струму і 110 В постійного струму небезпечно для життя!

12. Вимоги безпеки при роботі з природним газом.

12.1. Газопроводи в лабораторіях на вводі, в доступному місці, повинні бути обладнані пристроями, що перекривають подачу газу до горілок.

12.2. Всі газові пристрої, що вимикають повинні мати вільний доступ і написи «Газ», «Повітря».

12.3. Газопроводи, підведені до робочих столів і витяжних шаф, повинні мати крани, що дозволяють відключати окремі пальники.

12.4 Шланги до газових пальників повинні бути спеціально призначені для роботи з газовим устаткуванням

12.5. В неробочому стані всі крани пальників повинні бути закриті.

12.6 Всі працюючі в лабораторії з газом повинні пройти інструктаж з оформленням запису в "Журналі реєстрації інструктажів з охорони праці студентів".

12.7 Слід завжди пам'ятати: газ в суміші з повітрям (5% –15%) – вибухонебезпечний, а при суміші (15% –60%) – пожежебезпечний. При наявності загазованості приміщення, в результаті заміщення кисню повітря газом, настає задуха і можливий вибух.

12.8. Забороняється експлуатація газових приладів при відсутності вентиляцію або несправності самих приладів.

12.9. При появі запаху в приміщенні, при припиненні подачі газу або зриві полум'я слід негайно припинити роботу на газових приладах і перекрити кран.

12.10. Забороняється застосування вогню для виявлення витоку газу. Для цих цілей слід застосовувати мильну піну.

12.11. Забороняється залишати без нагляду палаючі пальники.

12.12. Правила користування газовими пальниками:

- газові пальники користуються найбільшим поширенням в лабораторії. Вони бувають двох основних типів; Бунзена і Теклю; останні більш зручні у користуванні. Часто застосовують також пальники Меккера;

- газ підводиться через нижній боковий відвід і надходить в пальник після того, як відкритий газовий кран. У пальників Бунзена внизу, трохи вище бічного відведення, є два отвори для надходження повітря. При вільному доступі необхідної кількості повітря виходить прозоре, злегка блакитнувате полум'я, а при малому – закіптюжене, непрозоре;

- Пальники Бунзена бувають двох типів:

- без регулятора надходження повітря

- і з регулятором.

Пальники Бунзена другого типу мають регулювальну гільзу. Повертаючи її можна або зовсім закрити отвір для доступу повітря і отримати закіптюжене полум'я, або ж відкрити його і отримати прозоре полум'я з внутрішнім конусом різної величини. Від величини цього конуса залежить температура самого полум'я.

У пальниках Теклю подачу повітря регулюють за допомогою диска, який закриває в початковому положенні нижню розширену частину трубки горілки; при цьому повітря в пальник не надходить і виходить закіптюжений полум'я. Регулюючи диск, дають доступ повітрю, отримуючи прозоре полум'я.

Пальники Теклю, крім того, забезпечені також регулювальним гвинтом для подачі газу. Відкриваючи цей гвинт, можна за бажанням регулювати більшу чи меншу подачу газу.

- щоб запалити пальник, треба трохи відкрити газовий кран, почекати 2–3 секунди і потім на виході пальника піднести полум'я сірника або іншого палаючого пальника;

- якщо від неправильного запалювання або несправності пальника полум'я «проскакує», тобто горить всередині пальника, його слід негайно

погасити, закривши газовий кран, дати йому охолонути і тільки потім знову запалити. Особливо часто полум'я проскакує, коли подача газу зменшується в результаті зниження тиску в мережі;

- Якщо вчасно помітити проскакування полум'я, то часто вдається усунути його і отримати нормальне полум'я, не вимикаючи горілки. Для цього ребром долоні коротко вдаряють по гумовій трубці, по якій подається газ. Але це можна робити тільки тоді, коли пальник ще не нагрівся.

- Йти з робочого місця і залишати без нагляду запалені пальники та інші нагрівальні прилади забороняється.

- Не допускається вимикання пальника шляхом перекривання подачі газу регулювальним гвинтом без закриття крана газової мережі.

- Якщо близько палаючого пальника відчувається запах газу, потрібно негайно ж перевірити, чи правильно працює пальник і чи немає витоку газу з нього; справна гумова трубка, що з'єднує пальник з газовим краном, і чи не проходить газ через будь-які пошкодження її (тріщини, розриви та ін.), що можна установити, зануливши неглибоко гумову трубку в воду в той час, коли горілка горить; чи немає витоку газу з газового крана, що буде помітно, якщо кран змочити мильною водою. Якщо кран пропускає газ, утворюються бульбашки.

- Пальник потрібно перевірити, особливо ті місця, де можливий пропуск газу. Для цього приєднують пальник до газового крану, запалюють його та перевіряють, як працює гвинт, який регулює подачу газу, легко він обертається, чи не хитається і як збільшується або зменшується полум'я пальника. Добре працюючим гвинтом можна навіть припинити подачу газу.

- У разі виявлення несправності гумової трубки пальник гасять, трубку змінюють. Гумова трубка довжиною не більше 1,5 м повинна бути щільно надіта на штуцер пальники і крана газової мережі. Якщо гумова трубка пропускає газ у крана або близько пальника, її відрізають та міняють на нову.

- Якщо виявлена несправність газового крана, для ремонту потрібно не повільно викликати майстра-фахівця.

13. Вимоги безпеки після закінчення роботи.

13.1. Після закінчення роботи в приміщеннях кафедри необхідно:

- відключити лабораторну установку від електричного струму, газу. Не розбирати установку до повного її охолодження. Не відключати витяжну вентиляцію, якщо лабораторна установка змонтована під витяжкою, до повного охолодження всіх її вузлів;
- перекрити подачу води на установку після повного охолодження вузлів установки, реактивів в колбах;
- обережно від'єднати всі реакційні вузли установки, що вимагають їх очищення та миття;
- злити (зсипати) отриманий продукт синтезу в скляну ємність, підписати її, вказавши назву продукту, його формулу, дату отримання та виконавця проведеної роботи. Якщо немає необхідності використовувати отриманий продукт в лабораторному практикумі, утилізувати його керуючись правилами утилізації хімічних речовин, які викладені в даній інструкції. Непотрібні продукти реакції підлягають утилізації згідно даної інструкції;
- провести очищення та миття хімічного посуду згідно даної інструкції;
- поставити хімічний посуд, прилади і реактиви на відведені для цього місця;
- протерти скло захисних окулярів, маски і повісити ці заходи індивідуального захисту на відведене для них місце;
- протерти вологою ганчіркою горизонтальну поверхню лабораторного столу, витяжної шафи;
- після проведення цих робіт вимити руки з милом;
- зняти спецодяг, повісити його в спеціально відведене місце.

13.2. Доповісти викладачу (керівнику) про закінчення роботи.

II ТЕОРЕТИЧНІ ОСНОВИ

Сульфуванням називається процес введення сульфогрупи – SO_2OH в органічне сполука. Продуктами реакції є сульфонові кислоти (сульфо кислоти). Сульфирование широко використовується в лабораторній практиці і промисловості.

Сульфо кислоти та їх похідні знаходять різноманітне застосування: вони є напівпродуктами у виробництві фенолів і нафтолов; багато похідні сульфо кислот використовуються у виробництві азобарвників, миючих засобів, лікарських препаратів, поверхнево–активних речовин, застосовуються також як аніліруючі агенти і дезінфікуючі засоби.

Для введення сульфогрупи застосовуються різні сульфируют агенти: сірчана кислота різних концентрацій, олеум, сірчаний ангідрид, сірчистий ангідрид і кисень, сірчиста кислота у вигляді солей лужних металів, сірчистий ангідрид і хлор, хлорсульфонова кислота.

Парафінові карбонгیدрогени стійкі до дії звичайних сульфируют агентів. Вищі парафіни (від гексану) сульфируют 15% –ним олеумом при температурі кипіння

Велике промислове значення має сульфування парафінів і циклопарафинов сумішшю сірчистого газу і хлору (сульфохлорування), а також сумішшю сірчистого газу і кисню (сульфоокислення).

Сульфирование ароматичних сполук

Одне з характерних відмінностей аренів від парафінів – легкість з якої ароматичні сполуки сульфируют сірчаною кислотою.

Найбільш легко сульфируют поліциклічні ароматичні вуглеводні (антрацен, фенантрен і ін.), Важче нафталін, ще важче бензол.

Сульфирование сірчаною кислотою – зворотний процес.

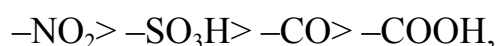
Вода, що виділяється при реакції, знижує концентрацію сірчаної кислоти, яка при цьому втрачає свої сульфируют властивості, і викликає

зворотну реакцію—гідроліз утворюється сульфокислоти. Тому при сульфированні застосовують великий надлишок сірчаної кислоти (від двох до п'ятикратного) або ж використовують олеум з таким вмістом сірчаного ангідриду, який достатній для зв'язування виділяється води.

Вода, що виділяється при реакції, знижує концентрацію сірчаної кислоти, яка при цьому втрачає свої сульфуючі властивості, і викликає зворотну реакцію—гідроліз утворюється сульфокислоти. Тому при сульфированні застосовують великий надлишок сірчаної кислоти (від двох до п'ятикратного) або ж використовують олеум з таким вмістом сірчаного ангідриду, який достатній для зв'язування виділяється води.

При дослідженні кінетики реакції сульфування було встановлено, що сульфуєчим агентом є іон сульфонний SO_3^{3+} утворюється по реакції

Легкість сульфування похідних ароматичних вуглеводнів залежить також від характеру їх заступників. Заступники першого роду, розташовані в порядку убутання їх впливу $\text{OH} > \text{OR} > \text{NH}_2 > \text{NHCOR} > \text{R}$ (де R—алкіл) полегшують введення сульфогрупи; заступники другого роду:



а також галогени ускладнюють введення сульфогрупи.

Для отримання полісульфокислот ароматичного ряду сульфуєчим сполука обробляють або відразу необхідною кількістю сірчаної кислоти або олеума, або проводять сульфування східчасто, вибираючи для кожної «щаблі» оптимальну температуру і відповідну концентрацію; при цьому потрібні вже більш жорсткі умови, ніж для отримання моно—сульфокислот.

Важливим фактором, що впливає на перебіг реакції сульфування, є температура. Підвищення температури не тільки прискорює процес, але і сприяє утворенню різних побічних продуктів (полісульфокислот, сульфонов, продуктів реакції окислення і реакції конденсації). проте не тільки тому при кожному процесі сульфування повинна підтримуватися строго певна оптимальна температура. Часто температурний режим обумовлює місце входження сульфогрупи в ароматичне ядро.

При сульфированні сполук із заступниками першого роду підвищення температури сприяє збільшенню виходу *para*-ізомери. Так, наприклад, при 0°C з толуолу утворюється *o*-і *n*-толуолсульфокислоти приблизно в рівних кількостях, а при 100°C виходить 79% *para*-ізомери і лише 13% *ortho*-ізомера. При сульфированні сполук із заступниками першого роду підвищення температури сприяє збільшенню виходу *para*-ізомери. Так, наприклад, при 0°C з толуолу утворюється *o*-і *n*-толуол сульфокислота приблизно в рівних кількостях, а при 100°C виходить 79% *para*-ізомери і лише 13% *ortho*-ізомера.

Сульфирование фенолу при кімнатній температурі призводить до утворення фенолсульфокислоти, а при 100°C до *para*-ізомери.

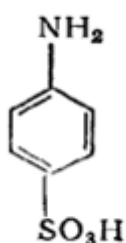
Напрямок реакції сульфування нафталіну також в основному залежить від температури. При сульфированні 100% -ної сірчаної кислотою при 89–90°C головним чином виходить α -нафталінсульфокислоти; поряд з нею утворюється β -ізомер в співвідношенні 96: 4. В результаті сульфирования нафталіну при 160°C виходить переважно β -нафталінсульфокислоти, але поряд з нею утворюється також α -ізомер і продукти подальшого сульфирования дисульфокислоти. Пояснюється це тим, що при сульфированні нафталіну протікає дві оборотні реакції з утворенням α - і β -ізомерів:

При низьких температурах швидкість утворення α -нафталінсульфокислоти в кілька разів вище, ніж β -ізомери, тому головним чином і виходить α -нафталінсульфокислоти з домішкою β -ізомери. При підвищенні температури α -нафталінсульфокислоти гідролізується в 16 разів швидше, ніж β -ізомер, отже кількість α -нафталінсульфокислоти зменшується, а β -ізомера – дедалі збільшується. Таким чином, при високій температурі рівновага реакції сульфування нафталіну зрушено для α -ізомери вліво, а для β -ізомери, як більш стійкого до гідролізу, вправо.

У деяких випадках місце вступу сульфогрупи залежить від каталізатора. Так при сульфированні антрахинона без каталізатора утворюється головним чином β -антрахінонсульфокислота, а в присутності незначний-ного кількості солей ртуті виходить α -антрахінонсульфокислота.

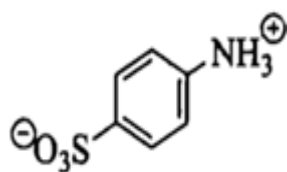
Сульфокислоти є важко характеризуються речовинами, так як більшість з них не має певних температур плавлення і кипіння. Крім того, при виділенні вільних сульфокислот важко освободиться від неорганічних домішок. У зв'язку з цим сульфокислоти виділяються зазвичай у вигляді солей, які можуть бути очищені кристалізацією, і багато хто з них мають характерні температури плавлення.

III СИНТЕЗ СУЛЬФАНИЛОВОЇ КИСЛОТИ



Сульфанілова кислота відноситься до ароматичних сульфокислот і амінів і має формулу $\text{H}_2\text{N}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{SO}_3\text{H}$ або дана речовина має декілька поширених назв: сульфанілова, анілін-4-сульфоновою кислота, п-амінобензол-сульфо кислота і ін. В основі будови сульфанілової кислоти лежить бензольне кільце. Тому зв'язку $\text{C}-\text{C}$ і $\text{C}-\text{N}$ матимуть ту ж довжину, що і у бензолу, тобто $1,39\text{\AA}$ і $1,09\text{\AA}$ відповідно. Атоми вуглецю в кільці знаходяться в sp^2 гібридизації і лежать в одній площині. Негібридизовані р-орбіталі перпендикулярні площині кільця і паралельні один одному. Вони перекриваються між собою, утворюючи єдину π -систему. Атоми водню не впливають на розподіл електронної щільності в кільці. Однак в складі сульфанілової кислоти присутні два заступники – аміногрупа і сульфогрупа. Через різницю в електронегативності ($\text{EOC}=2,5$, $\text{EON}=3,07$, $\text{EOO}=3,5$, $\text{EOS}=2,6$) обидва заступники мають негативним індукційним ефектом, тобто електронна щільність по системі σ -зв'язку зміщена до гетероатому (N, S), причому індукційний ефект аміногрупи більше, ніж індукційний ефект сульфогрупи. З іншого боку аміногрупа за своєю природою є електродонором (нуклеофілом). Атом азоту аміногрупи має неподілену електронну пару, а, отже, має позитивний мезомерний ефект, вступаючи в сполучення з π -електронною системою бензольного ядра. Сульфогрупа ж навпаки має негативний мезомерний ефект, будучи за своєю природою електроакцептором (електрофілом). У бензольному кільці двох заступників: аміногрупа (NH_2-) і

сульфогрупа ($\text{HO}_3\text{S}-$). Аміногрупа є заступником першого роду, тобто активує бензольне кільце і орієнтує наступні заступники в орто– і пара–положення. Сульфогрупа є заступником другого роду, тобто дезактивує бензольне кільце і направляє заступник в мета–положення. Отже в даній речовині спостерігається узгоджена орієнтація заступників. Таким чином, для сульфанілової кислоти характерні хімічні властивості як підстави (за аміногрупою), так і кислоти (за сульфогрупою), а також реакції електрофільного заміщення в бензольне кільце. Водень сульфогрупи досить рухливий, а азот аміногрупи має частковим негативним заряд (через негативний індукційний ефект, що чинить на бензольне кільце). Тому сульфанилову кислоту зазвичай представляють у вигляді внутрішньої солі, утвореної за рахунок взаємодії двох груп – аміногрупи і сульфогрупи:



3.1 Отримання сульфанілової кислоти

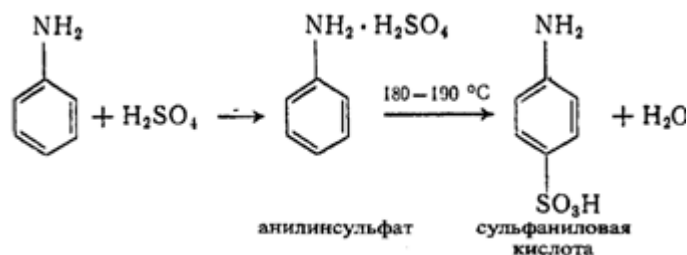
Для отримання сульфанілової кислоти та інших моносульфокіслот первинних ароматичних амінів зазвичай застосовується метод, заснований на тому, що при нагріванні протягом декількох годин при $180 - 190^\circ\text{C}$ гідросульфати багатьох первинних амінів переходять в сульфокислоти, переважно в пара–положення.

З реакційної суміші, отриманої нагріванням аніліну з 3 молями сірчаної кислоти (концентрованої) протягом 4–5 годин при $180-190^\circ\text{C}$, можна виділити чисту сульфанилову кислоту з виходом 50–60%.

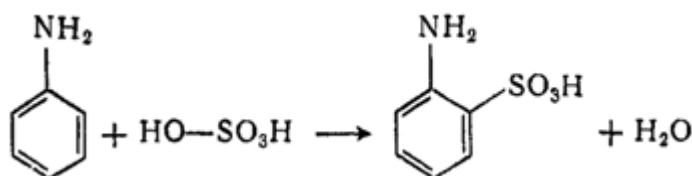
Кращим технічним методом отримання сульфанілової кислоти є нагрівання моносульфата аніліну протягом 8 годин при 180°C . Сульфанілова кислота утворюється також при кип'ятінні аніліну з 2 ваговими частинами

олеума протягом декількох хвилин, однак при цьому відбувається сильне розкладання.

Сульфанілова кислота утворюється разом з іншими сполуками при дії на анілін етилового ефіру хлорсульфоновой кислоти. Її можна отримати також нагріванням аніліновою солі етілсірчаної кислоти. Основні реакції, що протікають при отриманні сульфанілової кислоти, можуть бути записані таким чином:



Паралельно йде і побічна реакція – утворення ортанілової кислоти (о-амінобензолсульфокислоти):



Мала розчинність кислоти в холодній воді полегшує її відділення від надлишку сірчаної кислоти і від дисульфокислоти.

3.2 Фізичні властивості сульфанилової кислоти

Сульфаниловая кислота являє собою безбарвну кристалічну речовину, з молярною масою 173,18 г/моль. Розкладається («обвуглюється» не плавлячи) при температурі $280-300^\circ\text{C}$. Горюча, у вогні виділяє дратівливі і токсичні пари. Подразнює шкіру і слизові оболонки.

IV ЕТАПИ СИНТЕЗУ

4.1 Приготування вихідних реактивів та збирання приладу

Анілін являє собою безбарвну рідину, швидко темніють при зберіганні в результаті окислення. Сірчана кислота – безбарвна масляниста рідина.

Для проведення синтезу (за методикою) нам необхідний свіжоперегнаний анілін. При тривалому зберіганні анілін вступає в реакцію з повітрям, що призводить до його розкладання. Для того щоб запобігти розкладання анілін потрібно очистити методом перегонки з водяною парою. Схема приладу для перегонки з водяною парою зображена на рисунку 1:

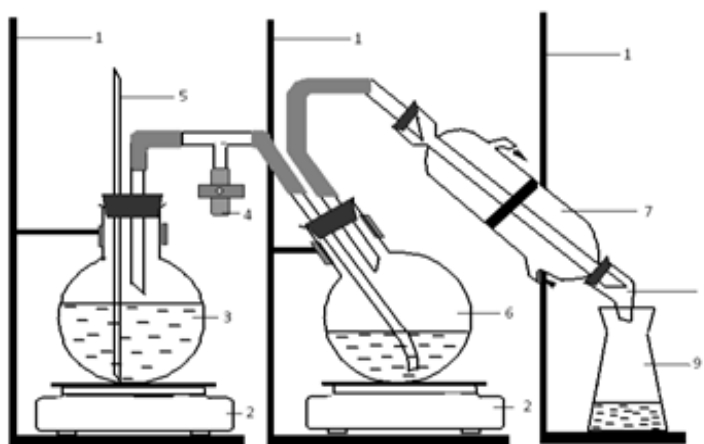


Рис. 1 – Установка для перегонки водяним паром

1–штатів, 2–електроплитка, 3 парообразователь–круглодонная колба, 4 – трійник, 5 – запобіжна трубка, 6 – перегінна круглодонная колба, 7 – холодильник Лібіха, 8 – алонж, 9 – приймач–конічна колба, 10 – скляна трубка, 11 – гумова трубка.

Для відділення аніліну від парів води використовується метод фракційної перегонки. Прилад для фракційної перегонки представлений на рисунк 2:

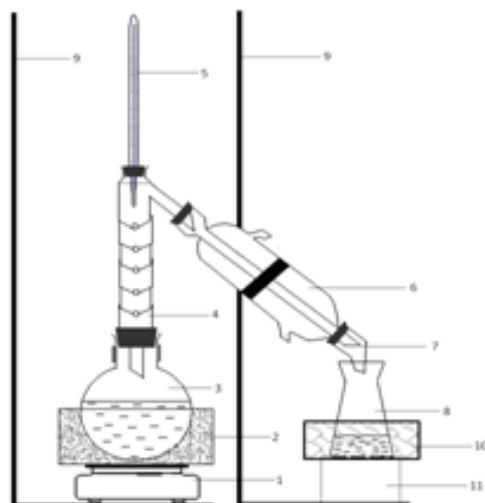
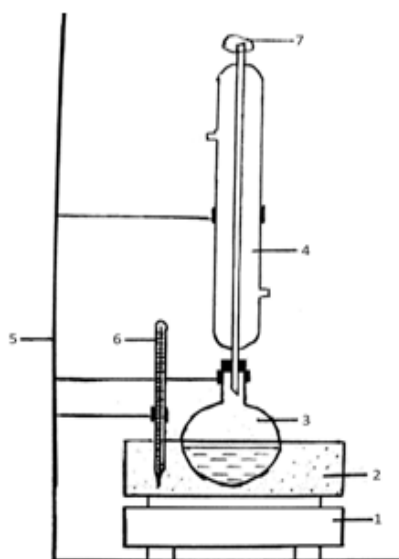


Рис. 2 – Прилад для фракційної перегонки

1 – електроплитка, 2 – піщана баня, 3 – круглодонная колба, 4 – дефлегматор, 5 – термометр, 6 – холодильник Лібіха, 7 – алонж, 8 – конічна колба, 9 – штатив, 10 – крижана баня, 11 – підставка..

В якості допоміжного реактиву в синтезі сульфанілової кислоти використовується 10% –ний розчин гідроксиду натрію. Для його приготування в хімічний стакан наливаємо 45 мл води і додаємо 5 г лугу невеликими частинами.

Безпосередньо для синтезу необхідно зібрати установку, представлену на рисунку 3.



1 – електроплитка; 2 – піщана баня; 3 – круглодонна колба об'ємом 100 мл; 4 – повітряний холодильник Лібіха; 5 – штатив; 6 – термометр; 7 – вата.

Рис. 3 – Схема лабораторної установки для нагрівання анілінсульфата

Синтез проводиться у витяжній шафі. Щоб уникнути втрат реагуючих речовин відкритий кінець холодильника прикривається ватним тампоном.

4.2 Виконання синтезу (варіант №1)

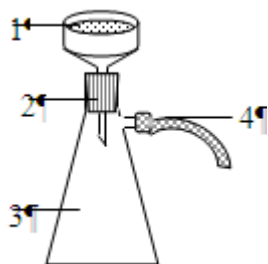
Мета роботи: Вивчення реакцій сульфування на прикладі отримання сульфанилової кислоти. Виділення і характеристика сульфанилової кислоти. Порівняння констант отриманої кислоти з літературними термінами виходу.

В круглодонну колбі на 100 мл до 9 мл свіжоперегнаного аніліну, при постійному перемішуванні (скляною паличкою) доливають 16,8 мл сірчаної кислоти з масовою часткою 87,69%. Потім колбу з сумішшю закріплюємо в установці (малюнок 2) і нагріваємо в витяжній шафі на піщаній бані при 180–190°C 3–4 години. Після трьох годин нагрівання піпеткою відбираємо пробу, розбавляємо водою і гідроксидом натрію. Сульфат аніліну розчинний в лузі, але якщо реакція не закінчилася, то з сульфату аніліну буде виділятися вільний анілін і викликати помутніння. В цьому випадку необхідно продовжити нагрівання.

Коли проба перестане виділяти анілін, суміш охолоджуємо.

4.3 Відділення отриманого речовини від супутніх продуктів

Охолоджену реакційну суміш виливаємо при постійному помішуванні в стакан з невеликою кількістю холодної води, відфільтровує випали кристали сульфанилової кислоти за допомогою приладу для відсмоктування рисунок 4, промиваємо їх невеликою кількістю води і сушимо на повітрі.



1 – воронка Бюхнера з паперовим фільтром, 2 – гумова пробка, 3 – колба Бунзена, 4 – гумова трубка до вакуум-насоса.

Рис.4 – Устаткування для відсмоктування

4.4 Очищення сирого речовини

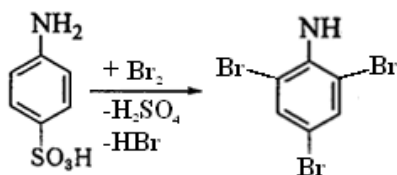
Для очищення отриманого речовини використовуємо метод перекристалізації. Для цього розчиняємо очищується речовина в гарячій воді, кип'ятимо розчин з активованим вугіллям для знебарвлення, фільтруємо і охолоджуємо. Випали кристали знову відфільтровує і сушимо на повітрі.

За методикою вихід сульфанілової кислоти близько 10 г.

4.5 Ідентифікація

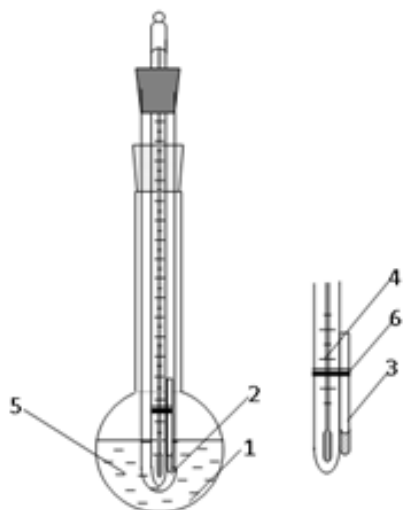
Для ідентифікації отриманої речовини необхідно провести ряд досліджень.

Якісною реакцією для ідентифікації сульфанілової кислоти є реакція гідролітичного відщеплення сульфогрупи. Для проведення цієї реакції до гарячого водного розчину сульфанілової кислоти додають бромної води. В результаті цієї взаємодії утворюється триброманіліну, який випадає у вигляді дрібнокристалічного осаду:



сульфанілова 2,4,6–триброманіліну кислота

Визначення температури плавлення отриманого речовини проводиться за допомогою приладу представленого на рисунку 5:



1 – круглодонная
длинногорлая колба; 2 – пробирка; 3 –
капляр; 4 – термометр; 5 –
теплопередающей среде; 6 –
резиновое кольцо

Рис. 5 – Устаткування для
визначення температури плавлення.

Розчинність синтезованого речовини визначається в воді, ацетоні, етиловому спирті, етиловому ефірі.

Зіставивши отримані результати з літературними даними можна визначити, чи відповідає отримана речовина шуканого продукту, і, якщо відповідає, визначити ступінь чистоти продукту.

4.6 *Хід синтезу (практична частина)*

Під час синтезу сульфанілової кислоти використовувався не свіжоперегнаний анілін. Це не вплинуло на хід синтезу, але відбилося на виході кінцевого продукту.

При змішуванні аніліну і сірчаної кислоти виділилося велику кількість тепла, суміш стала густою, змінила колір з червоно–коричневого на ліловий. При нагріванні колір змінився на темно–зелений. При температурі лазні близько 55°C загусла суміш почала плавитися і синіти. Через 25 хвилин після початку нагрівання температура пісочної бані досягла 180°C. За 2 години при температурі 180 °C суміш придбала рожево–бузковий колір. Через три години після початку нагрівання була взята перша проба: при додаванні розчину гідроксиду натрію суміш помутніла. Через 4 години 15 хвилин взята друга проба: при додаванні розчину гідроксиду натрію суміш перестала виділяти вільний анілін.

При вливанні охолодженої реакційної суміші в стакан з холодною водою з розчину малинового кольору випадають рожеві пластинчасті кристали. Тривалість синтезу 4 години 40 хвилин. Отримані кристали фільтруються за допомогою приладу для відсмоктування (рис. 4) і сушаться на повітрі. Після висихання кристали придбали бузково-сірого відтінку. Маса отриманої кислоти до очищення 6,8 г. Розчин синтезованої речовини (розчинено в гарячій воді для очищення перекристалізацією) має сіро-бузковий колір. Після кип'ятіння з активованим вугіллям і фільтрування розчин став майже безбарвним. Кристали, що випали з очищеного розчину, мають світло-сірий відтінок. Після очищення маса сульфанилової кислоти дорівнює 5,7 г.

Варіант №2

Для отримання сульфанилової кислоти та інших моносольфокислот первинних ароматичних амінів зазвичай застосовується метод, заснований на тому, що при нагріванні протягом декількох годин при 180–190⁰С кислі сірчаноокислий солі багатьох первинних амінів переходять в сольфокислоти, переважно в пара-положення. Анілін сольфуриують легко, при цьому в якості побічного продукту утворюється ортанілова кислота (о-амінобензолсольфокислота), яку з хорошим виходом можна отримати при сольфуванні аніліну хлорсольфоновою кислотою в органічних розчинниках.

Сульфанилова кислота (п-амінобензолсольфокислота) – безбарвна кристалічна речовина. Мовляв. вага 173,18; температура розкладання 280–300⁰С. З водного розчину викристалізовується двуводний гідрат при 0–21⁰С з мовляв. Вагою 209, моногідрат – при 21–40⁰С, при більш високій температурі – безводна сульфанилова кислота.

Застосовується в промисловості для виробництва азобарвників, в лабораторії – для визначення нітрилів, виявлення осмію, рутенію і ін. Аміді сульфанилової кислоти застосовуються у виробництві лікарських речовин.

Реактиви, посуд, прилади

Анілін, свіжеперегнанного – 9,3г або 9мл (0,1 мл)

Сірчана кислота ($d = 1,84$) – 16,3мл (0,3мл)

Їдкий натр – 4г

Соляна кислота, 2н розчин

Активоване вугілля

Ступка фарфорова – 1

Чашка порцелянова – 1

Колба Бунзена – 1

Воронка Бюхнера – 1

Термометр – 1

У порцелянову ступку поміщають 5,5мл концентрованої сірчаної кислоти і постійно, невеликими порціями доливають 9,3г свіжеперегнанного аніліну. Утворюється кисле сірчаноокисла сіль аніліну, яку ретельно розтирають товкачем і переносять в порцелянову чашку. Останню накривають шматком азбестового картону і через отвір в картоні опускають в сіль аніліну термометр. При нагріванні на повітряній бані і протягом 3–4 ч при 175–180⁰С утворюється суха тверда сульфанилова кислота реакція вважається закінченою, коли розбавлена розчином лугу проба сульфомаси не виділятиме крапель аніліну.

Після закінчення реакції гарячу сульфаниловую кислоту подрібнюють в спирті і для очищення розчиняють в розчині 4г їдкого натру в 400мл води. Потім розчин кип'ятять 5 хв. З активованим вугіллям для знебарвлюючи-ня, фільтрують і виділяють сульфаниловую кислоту, підкисляючи соляною кислотою до кислої реакції (по конго червоного). Розчин охолоджують холодною водою і через 20 хв. Відсмоктують випали кристали сульфанилової кислоти через воронку Бюхнера. Потім кристаллогидрат сульфанилової кислоти перекристалізовивають з води і сушать.

Вихід сульфанилової кислоти ~ 11г.

Варіант 3.

У круглодонную колбу на 100 мл поміщають 9,3 г аніліну і поступово при постійному охолодженні додають по краплям 16,3 мл концентрованої сірчаної кислоти з інтенсивним перемішуванням. Суміш нагрівають у витяжній

шафі на масляній бані при 50–160°C до тих пір, поки розбавлена водою проба при додаванні розчину їдкого натру не перестане виділяти анілін (3–4 г).

Сірчаноокислий анілін розчинний в лузі; якщо реакція не закінчилася, то з сірчаноокислого аніліну при цьому виділяється вільний анілін, який через погану розчинність викликає помутніння.

Охолоджену реакційну суміш виливають при помішуванні в стакан з невеликою кількістю холодної води. Перекристалізовують кислоту з гарячої води (у разі потреби із застосуванням активованого вугілля).

Вихід сульфанилової кислоти ~ 10 м.

Кристалізація

Кристалізацією називається процес утворення і росту кристалів з розплаву, розчину або газової фази.

Зазвичай органічні сполуки, одержувані в результаті тієї чи іншої реакції, представляють собою «сирі» продукти, забруднені домішками. Щоб перекристалізованої речовина, його поміщають в колбу, щоб уникнути перегріву рідини і поштовхів при кипінні розчину, в колбу перед нагріванням вносять «кипелки». Після цього в колбу вливають воду в кілька меншій кількості, ніж необхідно для повного розчинення речовини, і нагрівають суміш до кипіння, так як зазвичай крива розчинності поблизу точки кипіння розчинника різко піднімається вгору. Нагрівання ведуть на водяній бані, потім обережно додають таку кількість води, щоб при кип'ятінні все речовина розчинилося повністю. Іноді тверде неочищена речовина містить забарвлені домішки смолистих продуктів; такі забруднення важко відокремлюються перекристалізацією. У подібних випадках для знебарвлення розчину додають активоване вугілля. Щоб уникнути адсорбції основного продукту, не слід брати занадто багато вугілля. Зазвичай його додають 1–2% від кількості речовини яку очищують.

Перед внесенням активованого вугілля потрібно дещо остудити розчин, тому що вугілля виділяє багато повітря, і це може привести до сильного вспенивання і викиду рідини. Потім суміш кип'ятять 5–10 хв. і фільтрують ще

гарячий розчин. Якщо отриманий гарячий насичений розчин містить будь-які механічні домішки або муть, його фільтрують. Якщо ж отриманий розчин абсолютно прозорий і не містить механічних домішок, то фільтрування зайве, тому що воно пов'язане з втратою певної кількості речовини яка кристалізується речовини.

Після того як всі механічні домішки будуть видалені, гарячий прозорий розчин або залишають в посудині, накритим годинним склянкою для повільного охолодження, або швидко охолоджують розчин, помістивши колбу в холодну воду або сніг. При швидко охолодженні виходять дрібні кристали, а при повільному великі.

Зазвичай намагаються отримати середнього розміру, так як великі кристали містять включення маточного розчину, а дрібні утворюють густу кашку між окремими кристалами якої також міцно утримувати матковий розчин. Якщо кристалізація проходить повільно, то можна центри кристалізації створити штучно, вносячи «затравки» у вигляді декількох кристалів того ж самого чистого речовини. Кристалізацію можна прискорити, якщо потерти склянкою паличкою стінки судини з розчином.

Кристалізація вважається закінченою, коли подальшого виділення кристалів не спостерігається; утворилися кристали відділяють від маткового розчину фільтруванням з відсмоктуванням на воронці Бюхнера. Після відсмоктування вакуум відключають, заливають кристали невеликою кількістю води, перемішують їх склянкою паличкою, знову включають вакуум і відсмоктують розчин. Зазвичай буває досить дворазової промивання кристалів холодним розчинником. Після відсмоктування і промивання осад віджимають, а потім переносять на фільтрувальний папір і сушать на повітрі.

Чистоту одержуваного при кристалізації речовини визначають по температурі його плавлення після висушування. Якщо речовина плавиться при більш низькій температурі, ніж вказано в довіднику, то повторюють кристалізацію до тих пір поки не отримають речовина з вказаною температурою плавлення. Слід зазначити, що з кожною новою перекристаллизацией кількість

речовини буде зменшуватися, так як втрати при кристалізації неминучі, як би ретельно вона не велася.

Відмітна реакція

При обробці бромної водою в гарячому водному розчині сульфанілова кислота перетворюється в триброманіліну, який випадає у вигляді мелкокристаллического осаду.

Загальні вимоги:

Після проведення експериментів і аналізу продуктів необхідно провести розрахунки проаналізувати результати, зробити висновки, оформити звіт.

Звіт оформляється на аркушах формату А4, прошивається і включає наступні розділи:

- введення (в ньому необхідно відобразити значення і застосування процесів окислення в ТООНС);
- літературний огляд (методи отримання, фізико–хімічні та токсичні властивості отриманого продукту, промислові методи, їх порівняльну характеристику. Основний метод отримання, застосовуваний в даній лабораторній роботі розглядається докладно із зазначенням хімізму, теоретичних основ виробництва, технологічної схеми, конструкції реактора);
- експериментальна частина (опис дослідів і їх результатів, малюнків установки, обговорення результатів і виведення, список літератури);
- заповнити таблиці 1,2.

Таблиця 1 – Завантажувальна таблиця

Наіменування сировини, формула	Молекулярна маса	Концентрація %	Вага, г		Вага за методу	Густина г/см ³	Об'єм V, мл
			технічний	100%			
1	2	3	4	5	6	7	8

Таблиця 2 – Таблиця з техніки безпеки

Речовина	Фізіологічна дія	ПДК	Вогнечутливість
----------	------------------	-----	-----------------

1	2	3	4

V КОНТРОЛЬНИ ПИТАННЯ

1. Що називається сульфуванням.
2. Де застосовуються сульфокислоти.
3. сульфируют агенти і їх характеристика.
4. Чому при сульфированні застосовуються великий надлишок сірчаної ки–слоти.
5. Вплив замісників на процес сульфирования.
6. Умови отримання полісульфокіслот ароматичного ряду.
7. Вплив температури на процес сульфирования.
8. Чому сульфокислоти є важко характеризуються речовинами.
9. Характеристика процесу отримання сульфанилової кислоти.
10. Як визначити кінець реакції сульфанилової кислоти.
11. Призначення і суть очищення, одержуваної сульфанилової кислоти.
12. Основи процесу кристалізації.
13. Як проводять очищення отриманої сульфанилової кислоти активованим вугіллям.

ВИСНОВОКИ

Сульфанілова кислота являє собою білі до сірого кольору кристали, що розкладаються при 280–300 °С,

Синтезована сульфанілова кислота добре розчиняється в гарячій воді, важко розчиняється у воді при кімнатній температурі, не розчиняється у етиловому спирті, етиловому ефірі, ацетоні.

Якісна реакція гідролітичного відщеплення дала позитивний результат. При додаванні до гарячого водного розчину отриманої речовини бромної води утворився дрібнокристалічний осад.

Вихід продукту від теоретичного склав 32.95%, і від зазначеного в методиці 57% . В ході роботи не визначалась температура плавлення, тому як температура плавлення (з розкладанням) досліджуваної речовини досить висока. Лабораторний прилад для визначення температури плавлення не дозволяє вимірювати настільки високі температури.

Так як синтезоване речовина кристалічна, його показник заломлення також не визначається.

Сульфанілова кислота використовується як аналітичний реагент. Застосовується в синтезі барвників. У лабораторії сульфанілову кислоту використовують для визначення нітритів і виявлення деяких металів (осмію, рутенію і ін.). Застосування в медицині знайшов амід сульфанілової кислоти: $\text{H}_2\text{N}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{SO}_2\text{NH}_2$, сульфаніламід, званий білим стрептоцид, і деякі його похідні (альбуцид, сульгин, сульфідін, сульфадимезин, сульфазол).

ЛІТЕРАТУРА

1. А.А.Петров, Х.В. Бальєн, А.Т. Трощенко. Органічна хімія. М.: Вища школа, 1981.–529с.
2. Р.Моррісон, Р.Бойда, органічна хімія Пер. з англ. / Под ред. Н.К. Коробицино. –М.: Світ, 1974.–1132с.
3. А.Н.Несмеянов, Н.А.Несмеянов. Початок органічної хімії. М.: Хімія, 1974.–1367с.
4. Н.Н.Лебедев. Хімія і технологія основного органічного синтезу і нафтохімічного синтезу. М.: Хімія, 1988.–605с.
5. М.Н.Храмкіна. Практикум з органічного синтезу. М.: Хімія, 1988.–312с.
6. П.Сайко. Механізм реакцій в органічній хімії.–3е. видання. – М.: Хімія, 1977.–319с.
7. А.С.Днепровскій, Т.І.Темнікова. Теоретичні основи органічної хімії. Л.: Хімія.1979.–520с.
8. Лабораторні роботи з органічної хімії. / Под ред. О.Ф.Гінзбурга і А.А. Петрова. –М.: Вищу школу, 1982.–270с.

9. Довідник хіміка Л.М.: Хімія, 1964.

НАВЧАЛЬНЕ ВИДАННЯ

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

до виконання лабораторних робіт з дисципліни
«Аналіз хіміко–технологіческих систем та устаткування виробництва органічного синтезу»
(для здобувачів вищої освіти спеціальності 161 Хімічні технології та інженерія)
Укладач Ірина Миколаївна Шаповалова

Оригінал–макет

І.М. Шаповалова

Підписано до друку _____, 2020.
Формат 60x84 ¹/₁₆. Папір типогр. Гарнітура Times.
Друк офсетний. Умов. друк. арк. 1,4. Обл.–вид. арк. ____.
Тираж ____ екз. Вид. № _____. Замов. № _____. Ціна договірна.

Видавництво Східноукраїнського національного університету імені Володимира Даля

Свідомство про реєстрацію: серія ДК № 1620 від 18.12.03 р.
Адреса університета: просп. Центральний 59–А
м. Сєвєродонецьк, 93400, Україна

e–mail: vidavnictvoSNU.ua@gmail.com.