

Простая перегонка

органического вещества при атмосферном давлении

Перегонкой называют процесс, в ходе которого жидкое вещество нагревается в соответствующей аппаратуре до кипения, образовавшийся пар конденсируется в холодильнике и полученный конденсат отводится через холодильник в приёмник.

Перегонку применяют для отделения жидких веществ от нелетучих примесей, для отделения друг от друга летучих жидких веществ, отличающихся по температуре кипения. Существуют три способа перегонки жидкостей: а) при нормальном давлении (простая и фракционная перегонка); б) при пониженном давлении (перегонка в вакууме); в) перегонка с водяным паром.

Простую перегонку применяют, когда основное вещество надо отделить от нелетучих примесей или когда разница в температурах кипения веществ, входящих в состав разделяемой смеси, значительна (не менее 80-100 °С).

Для проведения простой перегонки собирают установку из круглодонной колбы с боковым отводом (колба Вюрца), термометра, нисходящего прямого холодильника (холодильник Либиха), алонжа и приёмника, нагревательного устройства и бани (рис. 1). Установку закрепляют на двух штативах при помощи необходимого количества лапок и муфт.

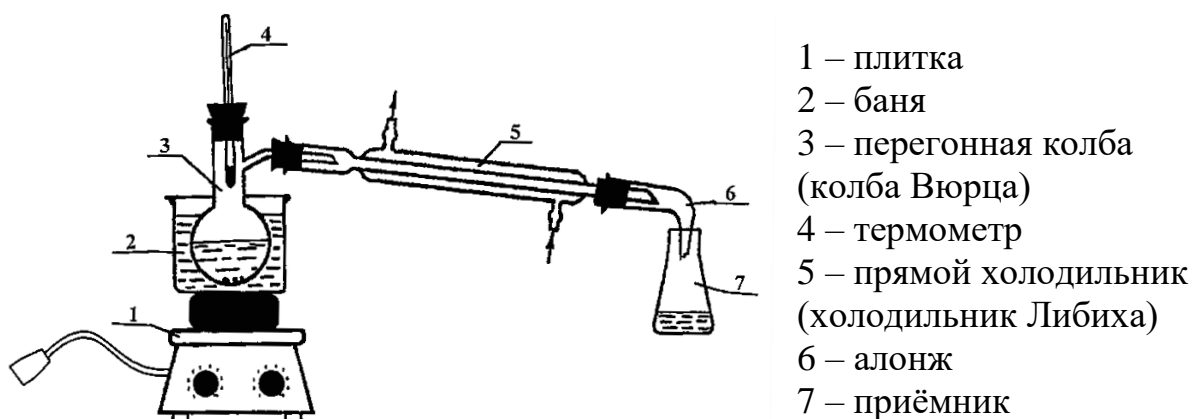


Рис. 1 *Схема установки простой перегонки жидких веществ*

При сборке прибора следует обратить внимание на следующие моменты:

1. Термометр, показывающий температуру паров перегоняемой жидкости, вставляют в колбу Вюрца вертикально и так, чтобы ртутный шарик находился на 0,5 см ниже отверстия отводной трубки и полностью омывался парами кипящей жидкости.

2. Вода из водопроводного крана поступает в нижний отвод холодильника, а выпускается в верхний отвод.
3. Охлаждение проточной водой в холодильнике применяют при перегонке жидкостей, кипящих до 120-130°C, а при перегонке веществ с температурой кипения 130-160°C охлаждение производят непроточной водой или в холодильнике без воды; при перегонке веществ при температуре 160°C и выше пользуются воздушным холодильником.
4. Установку собирают в вытяжном шкафу обычно так, как показано на рис. 1, т.е. слева нагревательный прибор, справа – приёмник. Если в вытяжном шкафу работают два студента, то по технике безопасности лучше собирать установки навстречу друг другу, чтобы нагревательные приборы находились на максимальном расстоянии от приёмников с перегнанными летучими жидкостями.

Техника проведения перегонки заключается в следующем: колбу Вюрца заполняют определённым количеством жидкости (объём жидкости не должен превышать 2/3 объёма колбы). После этого колбу соединяют с холодильником и термометром, помещают в баню (перегонная колба и холодильник должны быть закреплены на отдельных штативах). Перед началом перегонки в колбу для равномерного кипения помещают несколько «кипятильников» (кусочки неглазурованного фарфора). Включают воду и нагревательный прибор.

Температуру перегонки записывают. Заканчивают перегонку тогда, когда температура поднимется на 2-3°C выше той, при которой перегонялась основная масса жидкости. Чистое вещество обычно перегоняется в узком температурном интервале 1-2°C. Если жидкость содержит небольшое количество легколетучих примесей, то они предшествуют основной фракции в виде так называемого предгона. Предгон собирают в отдельный приёмник до тех пор, пока температура не поднимется до температуры кипения главной составной части перегоняемой жидкости. По окончании перегонки измеряют объём основной составной части перегнанной жидкости, вычисляют выход чистого вещества и определяют его показатель преломления.

Определение показателя преломления жидкости

Показатель преломления относится к важнейшим физическим константам вещества и используется для идентификации жидких веществ и проверки их чистоты. Величина его изменяется с изменением температуры и длины волны света, при которых производится определение. Как правило, значение показателя преломления находят при длине волны, соответствующей длине волны жёлтой линии (*D*-линии) натрия 589,3 нм. Символ $[n]_D^{20}$ показывает, что показатель преломления был определён для линии *D* при 20°C. Показатель преломления определяют в приборе – рефрактометре типа ИРФ-22 (рис. 2).

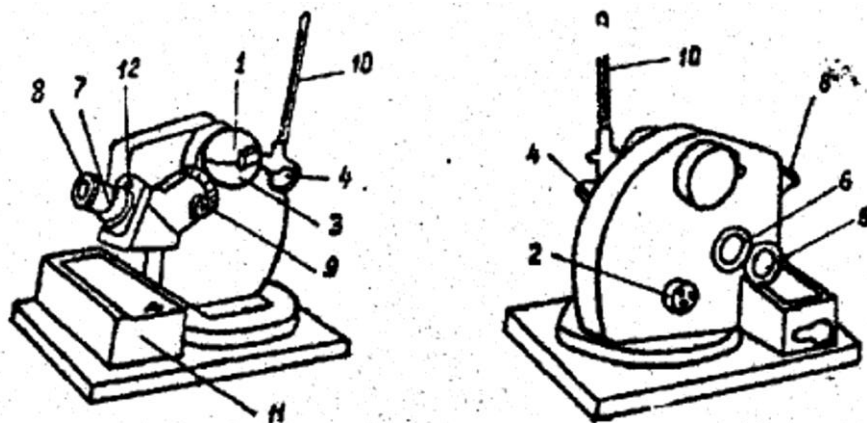


Рис. 2. Рефрактометр ИРФ-22: 1 – верхнее полушарие измерительной головки, 2,9 – маховички, 3 – нижнее полушарие измерительной головки, 4 – осветительное зеркало, 5 – зеркало для освещения шкалы, 6 – окошко, 7 – зрительная труба, 8 – окуляр, 10 – термометр.

Работа на рефрактометре производится в следующем порядке: открывают верхнее полушарие 1 измерительной головки и протирают ватой, смоченной эфиром или спиртом, плоскости призм для удаления с них посторонних примесей. Поворотом маховичка 2 плоскость нижнего полушария 3 приводят в горизонтальное положение. Затем на поверхности измерительной призмы нижнего полушария 3 наносят при помощи пипетки несколько капель исследуемого вещества и осторожно закрывают верхнее полушарие 1 измерительной головки. Осветительное зеркало 4 устанавливают так, чтобы свет поступал через окошко измерительной головки к осветительной призме и равномерно освещал поле зрения. Зеркало 5 для освещения шкалы ставят в такое положение, чтобы свет поступал в окошко 6, освещающее шкалу прибора. Глядя в зрительную трубу 7, фокусируют окуляр 8 так, чтобы шкала прибора была отчётливо видна. Вращая маховичок 2 и наблюдая в окуляр зрительной трубы 8, находят границу раздела света и тени (рис. 3). Если граница размыта и окрашена в жёлто-красный или сине-зелёный цвет, надо при помощи маховичка 9, вращая его в любом направлении, добиться обесцвечивания этой границы. Затем поворотом маховичка 2 точно совмещают границу света и тени с перекрестием сетки и снимают отсчёт по шкале показателей преломления с точностью до четвёртого знака после запятой. Так, например, в случае изображения на рис. 3, показатель преломления $[n]_D^{20}$ равен 1,4593. Измеренный показатель преломления заносят в лабораторный журнал и сопоставляют с указанным в литературе.

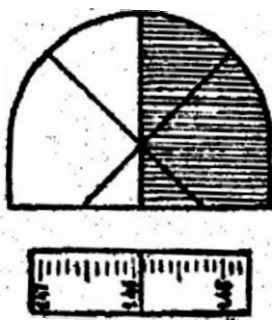


Рис. 3. Снятие отсчёта на рефрактометре ИРФ: шкала и вид перекрестия с границей света и тени.