

## PODSTAWOWE CZYNNOŚCI LABORATORYJNE

### MYCIE I SUSZENIE SZKLANYCH NACZYŃ LABORATORYJNYCH

Wszystkie szklane naczynia używane w pracach laboratoryjnych powinny być przed użyciem starannie umyte, a ponadto do wielu syntez dokładnie wysuszone. Najlepiej jest myć brudne szkło zaraz po użyciu, dopóki pamięta się rodzaj zanieczyszczeń. Osady i zanieczyszczenia pozostawione przez dłuższy czas ulegają często zmianom chemicznym, co powoduje, że trudniej je usunąć. Żrące osady o charakterze zasadowym mogą spowodować uszkodzenie szkła.

Jeżeli zanieczyszczeń stałych jest dużo, należy najpierw usunąć je mechanicznie za pomocą szczotki (jeżeli można ją wprowadzić do naczynia) i odpowiedniego detergentu. Nie należy używać proszków zawierających twarde składniki, które mogą rysować szkło. Naczynie myje się tak długo, aż brud z powierzchni szkła zostanie usunięty. Jeżeli jednorazowe mycie nie wystarczy, czynność tę należy powtórzyć. Następnie naczynie płucze się dokładnie wodą destylowaną.

Jeśli mieszanina wody z detergentem nie daje zadowalających wyników, należy zastosować inne rozpuszczalniki. Znając rodzaj zanieczyszczeń, które należy usunąć, można zastosować odpowiedni rozpuszczalnik. Substancje o charakterze zasadowym odmywa się rozcieńczonymi lub stężonymi kwasami mineralnymi, substancje o charakterze kwasowym – roztworem węgla sodu lub wodorotlenku sodowego. Do rozpuszczania substancji obojętnych używa się alkoholu etylowego, acetonu, benzyny, chloroformu, eteru dietylowego, itp.

Najczęściej naczynia szklane suszymy w suszarkach elektrycznych (z wyjątkiem szkła miarowego). W przypadku konieczności szybkiego wysuszenia dodaje się do naczynia kolejno niewielką ilość alkoholu etylowego (2-3 razy), po czym eteru dietylowego, który usuwa alkohol, a następnie eter usuwa się przez odessanie z powietrzem lub wydmuchanie. Naczyń laboratoryjnych nie wyciera się wewnątrz, a do wycierania z zewnątrz służy ściereka lniana.

### APARATURA I TECHNIKA PRACY

#### WYMIENNE SZKLANE POŁĄCZENIA SZLIFOWE – SZLIFY

W preparatyce organicznej szlify, czyli **znormalizowane wymienne szklane połączenia szlifowe**, dają szereg możliwości przy montowaniu aparatury. Największe zastosowanie mają szlify stożkowe, rzadziej stosowane są szlify kuliste. Składają się one z tulei z oszlifowaną powierzchnią wewnętrzną (tzw. „szlif żeński”) i pasującego do niej stożka z oszlifowaną powierzchnią zewnętrzną (szlif „męski”). Powierzchnie te ściśle przylegają do siebie, dzięki czemu uzyskuje się szczelne połączenia bez stosowania korków.

Szlify stożkowe mają różne rozmiary. Określa się je za pomocą dwóch liczb, które oznaczają największą średnicę oraz długość szlif w mm. Najczęściej stosowane rozmiary szlifów to 45/40, 32/35, 29/32, 24/29, 19/26 i 14/23.

Zastosowanie znormalizowanego stożka przy wytwarzaniu szlifów stożkowych (stożków i tulejek) gwarantuje ich wymiennalność. Wzorcem jest stożek 1:10 wobec średnicy (długość stożka 10 cm, średnica 1 cm i ich wielokrotności).

#### Zalety szlifów są następujące:

1. Unika się dobierania, dopasowywania oraz wiercenia otworów w korkach korkowych i gumowych, co daje znaczną oszczędność czasu.
2. Zapobiega się zanieczyszczeniom powstającym w wyniku kontaktu substancji chemicznych z korkami.
3. Ułatwione jest operowanie ciekłymi lub stałymi substancjami korodującymi, takimi jak stężone kwasy, chlorki kwasowe, czy brom.
4. Normalizacja szlifów zapewnia szczelność aparatury, ważną szczególnie w pracy pod zmniejszonym ciśnieniem.
5. Możliwe jest montowanie większości typowych w chemii organicznej zestawów aparatury z niewielkiej ilości stosunkowo prostych elementów.
6. Zapewnione jest większe bezpieczeństwo podczas reakcji biegnących energicznie z powodu szerszego przelotu dla par.

**Zasady postępowania z połączeniami szlifowymi:**

1. Ze względu na różnice w rozszerzalności wolno łączyć z sobą tylko takie szlify, których tulejka i stożek wykonane są z tego samego gatunku szkła.
2. Powierzchnie złączy szlifowych powinny być starannie oczyszczone.
3. Obydwie części szlifu łączą się z sobą obracając je lekko wokół osi.
4. W przypadku pracy pod zmniejszonym ciśnieniem lub innego procesu trwającego przez dłuższy czas, powierzchnie szlifów pokrywa się cienką warstwą odpowiedniego smaru (np. wazeliną, lanoliną, smarem silikonowym). W tym celu nakłada się smar w postaci pierścienia na środkową część szlifu stożkowego i rozprowadza go równomiernie po całej powierzchni przez obrót stożka w tulei. Prawidłowo nasmarowane złącze szlifowe jest przezroczyste. Należy unikać nadmiaru smaru, aby nie zanieczyszczać mieszaniny reagującej, względnie destylatu.
5. Powierzchnie szlifowe nie powinny stykać się z mocnymi zasadami, substancjami polimeryzującymi i smolistymi.
6. Zestaw ze złączami szlifowymi jest sztywny. Z tego powodu należy go umocować w łapach luźno i na jednym statywie lub na zestawie połączonych z sobą statywów. W przeciwnym razie mogą łatwo wytworzyć się napięcia, które niejednokrotnie stają się przyczyną pęknięcia części szklanych zestawu.
7. Po zakończeniu pracy złącza szlifowe należy rozłączyć, chwytając je obydwoma rękami, leciutko uciskając i próbując obrócić, a następnie umyć.

**APARATURA OGÓLNIIE STOSOWANA W LABORATORIUM CHEMII ORGANICZNEJ**

Do reakcji prowadzonych w laboratorium chemii organicznej używa się najczęściej naczyń i aparatury szklanej. Zaletą szkła jest jego przezroczystość, która umożliwia obserwowanie przebiegu reakcji. Szkło jest też wytrzymałe na ściskanie i rozciąganie. Wadą jest bardzo mała odporność na uderzenie.

Własności fizyczne i chemiczne szkła zależą od jego gatunku i wahają się w dość szerokich granicach. Szkło jest materiałem o dużej odporności na działanie kwasów i związków organicznych, ale mniej odporne na działanie zasad, które mogą w wyższych temperaturach je rozpuszczać, a także na działanie fluorowodoru i fluoru.

Podstawowymi naczyniami laboratoryjnymi, które służą do prowadzenia reakcji chemicznych, przechowywania odczynników, destylacji i wielu innych procesów prowadzonych z ciekłymi materiałami są kolby.

Kolby, ze względu na ich przeznaczenie, można podzielić na:

- **kolby reakcyjne** – zwykle mają kształt kuli (tzw. kolby okrągłodenne – Ryc. 1) i są zaopatrzone w szyje, na końcach których są szlify, umożliwiające szybkie i szczelne łączenie ich z resztą aparatury (np. chłodnicą czy wkraplaczem). Kolby reakcyjne są zwykle wykonywane z grubego szkła, a dzięki kulistemu kształtowi znoszą one dobrze duże różnice ciśnień, na skutek czego można w nich prowadzić reakcje zarówno w warunkach próżniowych, jak i wysokiego nadciśnienia. Kolb kulistych z długą szyją używa się specjalnie do destylacji z parą wodną, a kolb kulistych z krótką szyjką jako odbieralników do destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem. Bardziej skomplikowane czynności, w których ogrzewanie (lub oziębianie) odbywa się z równoczesnym mechanicznym mieszaniem i wkraplaniem, wykonuje się zazwyczaj w kolbach z dwiema lub trzema szyjami.

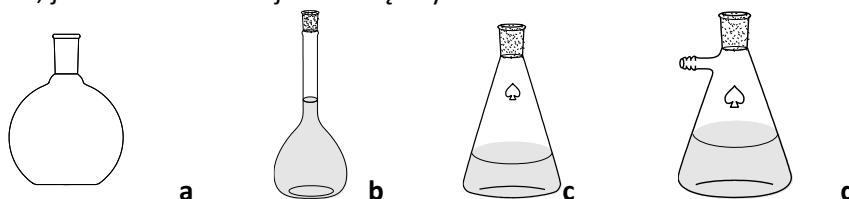


Ryc. 1. Kolby okrągłodenne.

- **kolby destylacyjne** – są przeznaczone do umieszczania w nich mieszanin, które mają podlegać destylacji, a także do odbioru produktów destylacji. Kolby destylacyjne występują w różnych kształtach – spotyka się kolby okrągłodenne, podobne do kolb reakcyjnych, kolby stożkowe, kolby o kształcie gruszki oraz kolby podłużne, o kształcie zbliżonym do probówki. Kolby destylacyjne posiadają zwykle tylko jedną wąską szyję zakończoną szlifem i są wykonywane z cieńszego szkła niż kolby reakcyjne po to, aby łatwiej je było ogrzewać.
- **kolby do przechowywania odczynników** – są to zwykle kolby płaskodenne, które można dzięki temu wygodnie stawiać na stole lub w szafce. Kolby te nie wytrzymują zbyt dużych różnic temperatury ani ciśnienia ze względu

na naprężenia, jakie powstają w płaskim dnie. Kolby te są zwykle wykonywane z gorszej jakości szkła niż kolby reakcyjne, gdyż nie są one przeznaczone do znoszenia ostrych warunków. Niektóre rodzaje tych kolb są zaopatrywane w szyjki ze szlifem, które zamyka się korkiem szklanym, inne z kolei mają szyjki gwintowane i zamyka się je odpowiednią nakrętką lub automatycznym dozownikiem. Kolby te występują w dwóch typowych kształtach:

- o kolba okrągła – ma kształt ściętej od dołu kuli (Ryc. 2a i 2b); W kolbach tych występują często długie szyjki; czasami posiadają one nacięcie na szyjce, które określa dokładnie określoną objętość kolbki; tego rodzaju kolby są nazywane kolbami miarowymi; służą one do sporządzania i przechowywania roztworów mianowanych.
- o kolba Erlenmeyera [wprowadzona w roku 1861 przez niemieckiego chemika Emila Erlenmeyera (1825-1909)] – ma kształt stożka, zakończonego zwykle szlifem (Ryc. 2c). Kolby stożkowe są bardzo popularne, ze względu na ich niską cenę (są proste w produkcji) oraz poręczność. Kolby te mają dużą powierzchnię ogrzewania, a małą parowania. Stosowane są do krystalizacji, gdyż można z nich łatwo wydobywać zarówno ciekłe, jak i stałe substancje bez większych strat.



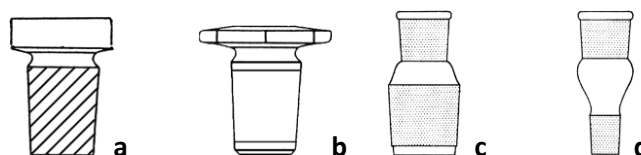
Ryc. 2. Kolby płaskodenne:

kulista (a), miarowa (b), stożkowa Erlenmeyera (c) i ssawkowa (d).

- kolby ssawkowe – są to kolby płaskodenne, ale wykonywane z bardzo grubego i wytrzymałego szkła. Posiadają one zwykle kształt stożkowy – zbliżony do kształtu kolby Erlenmeyera, ale są dodatkowo wyposażone w oliwkę, zwykle umieszczaną w bocznej ścianie na  $\frac{2}{3}$  wysokości od dna (Ryc. 2d). Kolby te służą do współpracy z pompkami wodnymi lub pompkami próżniowymi w trakcie filtracji próżniowej lub jako dodatkowe zabezpieczenie w trakcie destylacji i innych procesów prowadzonych pod zmniejszonym ciśnieniem.

Do zamykania kolb i innych naczyń służą dopasowane rozmiarem szklane korki ze szlifem, dmuchane lub pełne (Ryc. 3a i 3b). Za najdogodniejsze uważa się korki z uchwytem płaskim, ponieważ, gdy nie są używane, można je postawić szlifem do góry, unikając w ten sposób zabrudzenia szlifów.

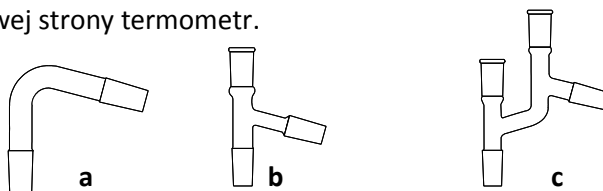
Części aparatury różniące się rozmiarami szlifów łączy się za pomocą tzw. łączników. Łącznik zmniejszający to inaczej reduktor (Ryc. 3c), łącznik zwiększający nosi nazwę ekspansora (Ryc. 3d). Należy pamiętać, że w dobrze zaprojektowanej aparaturze ilość łączników powinna być możliwie najmniejsza, a najlepiej, jeśli wyeliminuje się je całkowicie.



Ryc. 3. Korki szlifowane:

dmuchany (a) i pełny (b); łączniki: reduktor (c) i ekspansor (d).

Nasadki destylacyjne przedstawiono na rysunku 4. Nasadka typu a, tzw. kolanko to po prostu zgięta rurka i stosuje się ją głównie, gdy celem destylacji jest usunięcie rozpuszczalnika. Prosta nasadka destylacyjna (Ryc. 4b) połączona z kolbą tworzy właściwą kolbę destylacyjną – w pionowej tulejce umieszcza się termometr. Nasadka Claisena (Ryc. 4c) stosowana jest do destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem – w szyi z lewej strony umieszcza się kapilarę, zaś w szyi z prawej strony termometr.

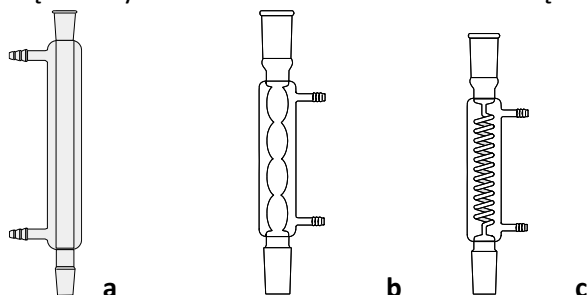


Ryc. 4. Nasadki destylacyjne.

Różnego rodzaju chłodnice służą do skraplania par w pracach laboratoryjnych. Podczas ogrzewania w celu niedopuszczenia do ulatniania się łatwo lotnych substancji stosuje się chłodnice zwrotne, gdzie na chłodzącej powierzchni powstająca para skrapla się i spływa z powrotem do mieszaniny reagującej, lub destylacyjne, gdzie skroplona para zbierana jest w innym naczyniu.

Chłodnica Liebiga (Ryc. 5a) zbudowana jest z dwóch rur: cienkościennej rury wewnętrznej oraz grubościennej rury zewnętrznej. Dzięki małej przestrzeni pomiędzy rurami prędkość strumienia wody chłodzącej jest duża, w związku z czym zwiększa się szybkość wymiany cieplnej i tym samym sprawność chłodzenia. Chłodnicę Liebiga stosuje się przede wszystkim jako chłodnicę destylacyjną (do temp. ok. 160°C). Do temperatury ok. 120°C stosuje się jako czynnik chłodzący strumień wodny, a do chłodzenia par o temp. 120-160°C – nieruchomy płaszcz wodny. Chłodnicę tę rzadko stosuje się jako chłodnicę zwrotną z powodu małej powierzchni chłodzącej i laminarnego przepływu par.

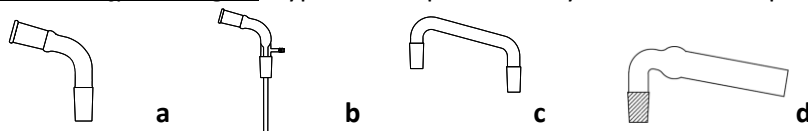
Chłodnicę kulkową (Ryc. 5b) stosuje się tylko jako chłodnicę zwrotną. Dzięki rozszerzeniom (kulkom) przepływ par staje się burzliwy i w związku z tym chłodnica taka ma znacznie większą zdolność chłodzenia niż chłodnica Liebiga.



Ryc. 5. Chłodnice: Liebiga (a), kulkowa (b) i spiralna (c).

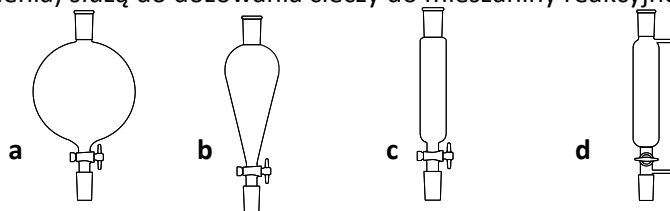
Chłodnic spiralnych nie powinno się używać jako chłodnic zwrotnych, gdyż skroplona para nie może spływać swobodnie w wąskiej węzownicy i bywa często wyrzucana do góry. Używane są one do destylacji frakcyjnej.

W laboratorium używany jest także pomocniczy sprzęt szklany, umożliwiający montowanie aparatury. Są to przedłużacze destylacyjne (Ryc. 6a,b) służące do odprowadzania destylatu z chłodnicy do odbieralnika, czy rurki-kolanka (Ryc. 6c) służące do łączenia aparatury w różnych płaszczyznach. Powszechnie stosuje się też rurki zabezpieczające przed dostępem wilgoci wypełnione np. bezwodnym chlorkiem wapnia (Ryc. 6d).



Ryc. 6. Przedłużacze destylacyjne (a, b), rurka-kolanka (c), rurka zabezpieczająca od dostępu wilgoci (d).

Do rozdzielania cieczy nie mieszających się ze sobą używa się rozdzielaczy (Ryc. 7) Wkraplacze (zawierające rurkę do wyrównywania ciśnienia) służą do dozowania cieczy do mieszaniny reakcyjnej.



Ryc. 7. Rozdzielacze: kulisty (a), gruszkowaty (b), cylindryczny (c) i wkrapłacz (d).

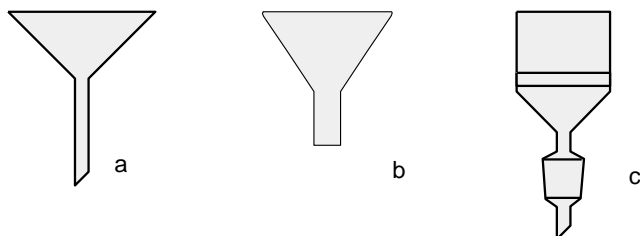
W pracowni chemii organicznej poza aparaturą szlifową stosowany jest również sprzęt laboratoryjny, używany w innych laboratoriach chemicznych. W powszechnym użyciu są zlewki – naczynia o różnej pojemności, mające płaskie dno (Ryc. 8). Spełniają one rolę naczyń pomocniczych, głównie do pracy z roztworami wodnymi. Mogą one służyć też jako naczynia do przeprowadzania reakcji przebiegających w temperaturach nie przekraczających 100°C, kiedy nie jest konieczne izolowanie układu od wpływów powietrza i wilgoci.



Ryc. 8. Naczynia laboratoryjne: zlewka wysoka i niska.

Poza zwykłymi lejkami (Ryc. 9a) używane są w preparatce organicznej lejki do substancji sypkich (Ryc. 9b) oraz lejki do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem (Ryc. 9c).

Lejki do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem służą do oddzielania osadów od cieczy, zazwyczaj ługów pokrystalicznych. Do tego celu stosowane są najczęściej lejki Büchnera porcelanowe lub szklane albo też szklane lejki piankowe oznakowane symbolami G1, G2, G3, G4, oznaczającymi wielkość porów. Lejki piankowe używane są głównie do oddzielania cieczy o silnym odczynie zasadowym lub kwaśnym, niszczących bibułę filtracyjną. Wielkość lejka dobiera się do ilości osadu.



Ryc. 9. Lejki: zwykły (a), do substancji sypkich (b) i lejek Büchnera (c).

Podczas krystalizacji zachodzi niejednokrotnie konieczność sączenia gorących roztworów nasyconych. Aby zapobiec krystalizacji substancji na lejku lub w nóżce odpływowej, używa się specjalnych płaszczy ogrzewanych gorącą wodą. Zestaw do sączenia na gorąco przedstawia rysunek 10.



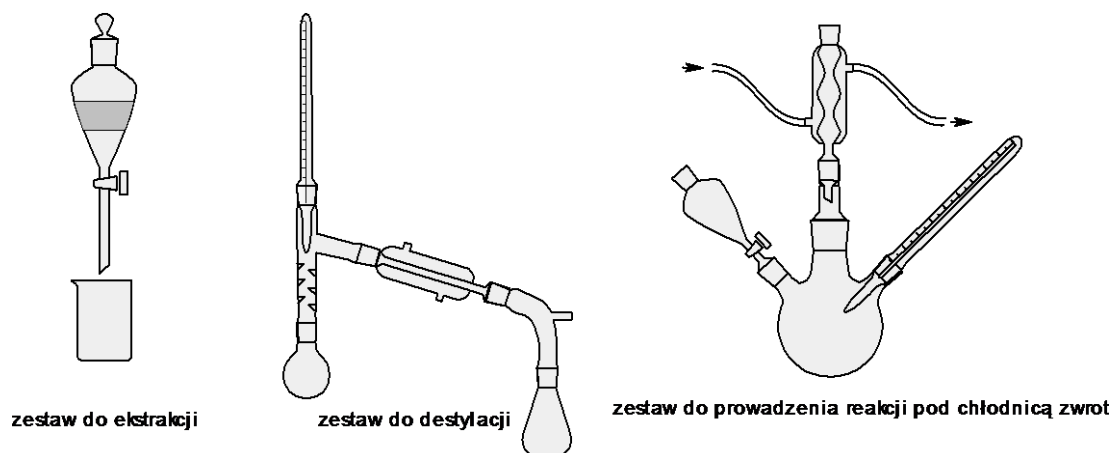
Ryc. 10. Zestaw do sączenia na gorąco.

## ZESTAWIANIE APARATURY LABORATORYJNEJ

Zestaw, w którym mamy wykonać reakcję chemiczną, powinien być złożony bardzo starannie. Prawidłowe zestawienie aparatu ułatwia w dużym stopniu pracę. Nieszczelne połączenia mogą być przyczyną straty substancji i rozpuszczalnika, jak również zapalenia się par cieczy lotnych, co z kolei może spowodować pożar i niebezpieczny wybuch. Aparat powinien posiadać także połączenie z atmosferą, aby uniknąć w nim wzrostu ciśnienia na skutek ogrzewania i wydzielania gazów. W przypadku, gdy reakcja wymaga ogrzewania mieszaniny do wrzenia, należy używać kolb kulistych i o takiej pojemności, aby ciecz zajmowała nie więcej niż  $\frac{2}{3}$  objętości.

Uwaga! Przed przystąpieniem do wykonywania ćwiczenia każdorazowo należy bardzo dokładnie sprawdzić czy szkło nie jest uszkodzone. Naczynia, które mają pęknięcia („gwiazdki”) i głębokie rysy należy wymienić.

Podstawowe typy zestawów aparatury stosowanej na pracowni z chemii organicznej przedstawiono poniżej (Ryc. 11.).



Ryc. 11. Podstawowe zestawy aparatury stosowane w preparatyce organicznej.

## CHŁODZENIE MIESZANIN REAKCYJNYCH

W pracach laboratoryjnych często zachodzi potrzeba przeprowadzenia pewnych czynności w temperaturach poniżej temperatury pokojowej. Najprostszym środkiem chłodzącym jest woda, której temperatura waha się w granicach 4-15°C w zależności od pory roku. Łażnię chłodzącą o temp. 0 do 5°C otrzymuje się z drobno pokruszonego lodu i odpowiedniej ilości wody. Temperatury od -5 do -18°C uzyskuje się mieszając 1 część NaCl i 3 części drobno zmielonego lodu, zaś -40 do -50°C używając 5 części uwodnionego CaCl<sub>2</sub> i 4 części drobno zmielonego lodu.

Bardzo niskie temperatury uzyskuje się stosując stały dwutlenek węgla, mieszając go z różnymi rozpuszczalnikami. Aby obniżyć temperaturę do -72°C należy zmieszać suchy lód i alkohol etylowy, do -77°C suchy lód i eter, bądź też suchy lód i mieszaninę chloroformu i acetonu.

Uzyskanie temperatury poniżej -100°C wymaga użycia łaźni z ciekłym powietrzem (do -180°C) lub azotem (do -190°C). Mieszaniny przygotowuje się i przechowuje w naczyniach Dewara, które są dużymi termosami.

## OGRZEWANIE MIESZANIN REAKCYJNYCH

Duży wpływ na kierunek i szybkość reakcji organicznych ma ogrzewanie. Podniesienie temperatury o 10° powoduje w przybliżeniu 2-3 krotny wzrost szybkości reakcji. Ogrzewanie jest również potrzebne przy wyodrębnianiu i oczyszczaniu substancji organicznych (destylacja, sublimacja, rozpuszczanie, stapianie, suszenie); czynnościach pomocniczych (suszenie szkła laboratoryjnego, sporządzanie roztworów) oraz przy oznaczaniu stałych fizycznych (temperatura topnienia i wrzenia).

Wyróżniamy ogrzewanie bezpośrednie i łaźnie ogrzewające.

1. Ogrzewanie bezpośrednie można podzielić na:

- a. płomień palnika gazowego,
- b. płaszcze grzejne, w połączeniu z transformatorem z regulacją napięcia, są najdogodniejszymi urządzeniami do ogrzewania naczyń reakcyjnych w stałej określonej temperaturze.

2. Łaźnie ogrzewające dzielimy na:

- a. łaźnie powietrzne, w których medium ogrzewającym jest gorące powietrze,
- b. łaźnie wodne, najczęściej stosowane w laboratorium; ogrzewa się za ich pomocą substancje do temperatury wrzenia wody, tj. do około 100°C,
- c. łaźnie parowe, różnią się od łaźni wodnych tym, że ogrzewanego naczynia nie zanurza się w wodzie, a umieszcza nad powierzchnią wrzącej wody,
- d. łaźnie cieczowe, w których medium ogrzewającym są ciecz lub łatwo topliwe ciała stałe o wysokiej temperaturze wrzenia i zapłonu; użycie oleju mineralnego gwarantuje temperaturę do 250°C; parafiny lub cerezyny do 150-200°C; oleju parafinowego do 200°C; gliceryny do 200-220°C. Temperatura łaźni winna być około 10°C wyższa niż pożądana temperatura w naczyniu ogrzewanym. Kolbę zanurza się w łaźni, by jej dno znajdowało się co najmniej 1,5 cm ponad dnem łaźni. Należy uważać, by do silnie ogrzanej łaźni nie dostała się niżej wrząca ciecz, gdyż nawet kilka jej kropli może spowodować silne pienienie się zawartości łaźni.
- e. łaźnie piaskowe, dające temperaturę kilkuset stopni,
- f. łaźnie żarowe, wysyłające promienie podczerwone (tzw. promienniki podczerwieni). W zależności od odległości lampy można uzyskać temperaturę od 40 do 200°C.

## METODY WYODRĘBNIANIA I OCZYSZCZANIA PRODUKTÓW REAKCJI

Po zakończeniu reakcji, podczas wyodrębniania związków z mieszaniny poreakcyjnej oraz przy ich oczyszczaniu, zachodzi często konieczność oddzielenia substancji stałych od cieczy. W zależności od charakteru rozdzielanego układu, liczby poszczególnych składników (np. produkt główny i produkty uboczne reakcji, używany rozpuszczalnik, użyty katalizator), a także od tego, na której fazie nam bardziej zależy (stałej czy też ciekłej), stosuje się: dekantację, sączenie pod normalnym lub zmniejszonym ciśnieniem, odwirowanie, adsorpcję, krystalizację, destylację, sublimację, ekstrakcję i/lub chromatografię.

**Przykładowe pytania sprawdzające:**

1. Podaj zalety i wady połączeń szlifowych.
2. Opisz zasady postępowania z połączeniami szlifowymi.
3. Jakie znasz rodzaje chłodnic?
4. Do czego stosujemy kolby szklane okrągłodenne?
5. Gdzie stosujemy kolby szklane płaskodenne?
6. Wymień rodzaje lejków stosowanych w laboratorium chemii organicznej.
7. Omów krótko stosowane w laboratorium sposoby oziębiania mieszanin reakcyjnych.
8. Wymień rodzaje mieszanin oziębiających i zakresy otrzymywanych temperatur.
9. Wymień rodzaje ogrzewania bezpośredniego stosowanego w laboratorium.
10. Wymień łącznie stosowane do ogrzewania mieszanin reakcyjnych.