

Лабораторна робота №4

Робота № 1

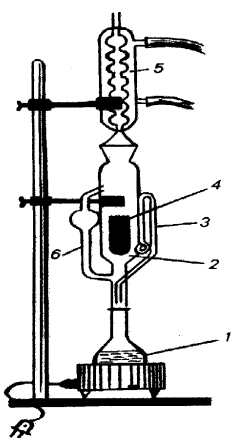
Отримання жирних кислот

4.1.1. Отримання соняшникової олії

(для проведення дослідів можна використовувати насіння інших олійних рослин)

Реактиви, хімічний посуд, обладнання:

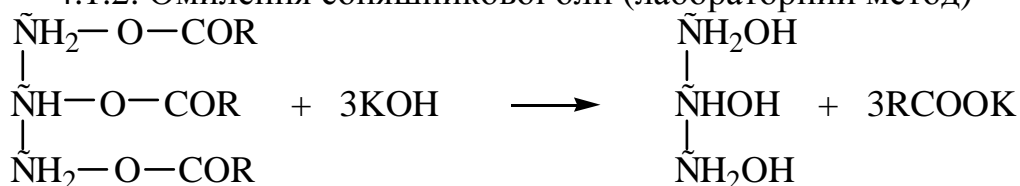
Електрична плитка;	Насіння соняшника, 100 г;
Водяна ванна;	Петролейний ефір, 300мл;
Паперовий патрон;	Сульфат натрію;
Апарат Сокслета;	Холодильник;
Фільтр Шотта.	



Очищене і подрібнене насіння соняшника поміщають в паперовий патрон або патрон з тканини, покривають тонким шаром вати і вставляють в екстрактор апарату Сокслета. Збирають прилад зображений на рисунку, який складається з 1 – колби (для рівномірного кипіння вносять кипілки), 2 – екстрактора, 3 – трубки для стікання екстракту, 4 – патрона, 5 – холодильника, 6 – паровідвідної трубки. В зібраний апарат через холодильник заливають ефір, подають воду на холодильник електричну плитку. Для повного виділення олії необхідно 3 години безперервної роботи апарату.

Розчин олії висушують прокаленим сульфатом натрію і відфільтровують в колбу. Фільтр промивають ефіром. Апарат Сокслета замінюють на прямий холодильник. Колбу нагрівають на ванні і відганяють ефір. Масло відфільтровують під вакуумом через фільтр Шотта.

4.1.2. Омилення соняшникової олії (лабораторний метод)



Реактиви, хімічний посуд, обладнання:

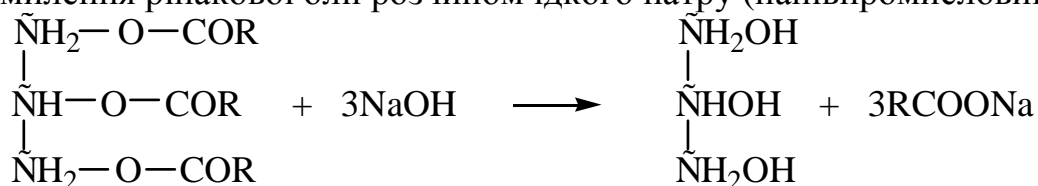
Колба на 250мл;	Соняшnikова олія, 20 г;.
Холодильник;	Спиртовий р-н KOH (7 г в 100 мл);
Водяна ванна;	Діетиловий ефір;
Ділильна лійка;	H ₂ SO ₄ , розб;

Нагрівають 20 г соняшникової олії зі спиртовим розчином їдкою калі в колбі, оснащеною зворотнім холодильником, до того часу, поки проба, взята піпеткою, не розчиниться у воді. Після цього відганяють біля 50 мл спирту. До залишку додають рівний об'єм води. Суміш нагрівають на бані і переносять в ділильну лійку. Колбу споліскують спочатку водою, потім спиртом, все зливаючи в цю ж лійку.

До суміші додають ефір, перемішують і після відстоювання нижній водний шар зливають в колбу, в якій проводилось омилення. Водний розчин мила підкислюють розбавленою сірчаною кислотою до рН < 2. Жирні кислоти, які виділились,

переводять в ефір. Ефірний шар декілька разів промивають водою в ділильній лійці, зливають в конічну колбу і сушать.

4.1.3. Омилення ріпакової олії розчином їдкого натру (напівпромисловий метод)



R – радикали жирних кислот ріпакової олії: пальмітинової, стеаринової, олеїнової, лінолевої, ліноленової, ерукової, гадолейнової.

Завантаження на операцію:

Назва сировини	Мас. частка, %	Маса, г		Густина на г/см ³	Об'єм мл	Мол. маса	К-сть моль
		100%	техн				
Вода			32		32		
Р-н їдкого натру	42,0	4,27	10,16	1,45	7,01	40	
Ріпакова олія	98,0	30	30,60	0,91	32,97	≈900	
Дист. вода			40		40		

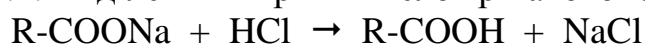
Установка для омилення ріпакової олії складається із 4-ригорлої круглодонної колби, ємністю 200 мл, яка оснащена мішалкою, термометром, масляною банею і електроплиткою для підігріву, тубусом для завантаження реагентів, зворотнім холодильником.

В колбу завантажують розрахункову кількість води, включають мішалку і через тубус завантажують їдкий натр. Після завантаження масу в колбі розмішують до повного розчинення і відбирають пробу на аналіз. Густина розчину має бути в межах 1.10÷1.11 г/мл при 20°C. Для приготування 10%-ого розчину можна використовувати 42%-ий розчин NaOH. Для цього в колбу заливають 32.51 г води і при розмішуванні завантажують 10.16 г 42%-ого розчину. Реакція розчинення їдкого натру екзотермічна, реакційна маса в колбі нагрівається до температури 50-60°C. При цій температурі і включеній мішалці на 10%-ий розчин NaOH протягом 30 хв приливають ріпакову олію.

Після завантаження ріпакової олії включають нагрів, нагрівають реакційну масу до 90-95°C і витримують при інтенсивному перемішуванні 5 годин. Під час проходження реакції омилення ріпакової олії, реакційна маса в колбі загущується. Для її розрідження в колбу завантажують 4 рази по 10 мл нагрітої до 65–70°C води. Необхідність завантаження води визначають візуально по густині реакційної маси.

Після закінчення часу витримки відбирають пробу на кінець реакції омилення (при змішуванні 1 г реакційної маси із 100 см³ води, нагрітої до температури 60°C, утворюється водна емульсія мила без жирових включень). При позитивному результаті аналізу припиняють нагрів реакційної маси.

4.1.4. Виділення жирних кислот ріпакової олії



Завантаження на операцію:

Назва сировини	Мас. частка, %	Маса, г		Густина на г/см ³	Об'єм мл	Мол. маса	К-сть моль
		100%	техн				

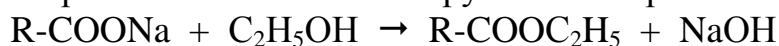
Реакційна маса зі стадії омилення			113,3				
Хлоридна кислота	31,0	4,25	13,7	1,156	11,9	36,5	
Дист. вода			40				

Стадію виділення жирних кислот ріпакової олії проводять на тій же установці, що й омилення. До реакційної маси при температурі 50–60°C протягом 1 години приливають розрахункову кількість розчину хлоридної кислоти. Для повної нейтралізації солей жирних кислот рН реакційної маси повинно бути в межах 3÷4 (за універсальним індикаторним папером). Після досягнення необхідного значення рН, реакційну масу перемішують ще приблизно 30 хвилин і переносять у ділильну лійку.

Через 4÷5 годин після чіткого розмежування шарів, нижній шар зливають, а верхній, кислотний шар, два рази промивають від солі і надлишку хлоридної кислоти нагрітою до 50÷60°C водою до рН нижнього водного шару ≈6.5.

За необхідності можна провести вакуумну сушку кислот.

4.1.5. Отримання етилового естеру. Етаноліз ріпакової олії



Завантаження на операцію:

Назва сировини	Мас. частка, %	Маса, г		Густи-на г/см ³	Об'єм мл	Мол. маса	К-сть моль
		100%	техн				
Етанол	96,0	88,0	89,8	0,79	113,67	46	
Їдкий натр	97,0	7,6	7,9	–	–	40	
Ріпакова олія	98,0	573.1	584.8	0.91	642.65	975.8	
Розчин HCl	5,0	0,7	13,9	1,025	13,6	36,5	

В чотиригорлу колбу ємністю 1л, оснащену зворотним холодильником, термометром, мішалкою та тубусом для загрузки, приймають етанол, включають мішалку і додають їдкий натр при температурі 20–30°C. Розмішують до повного розчинення.

Після цього до одержаного розчину приливають ріпакове масло. Температура при цьому самовільно піднімається до 25–35°C, а потім реакційну масу нагрівають до 50-60°C. Розмішують на протязі 4–5 годин.

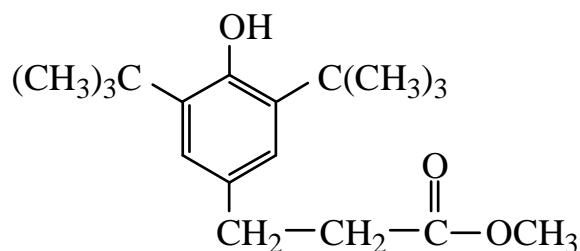
В реакційну масу при температурі 20–30°C і перемішуванні приливають на протязі 10–20 хвилин приготовлений розчин хлоридної кислоти до стійкого рН 5–6. Перемішують протягом 10 хвилин. Після цього розчин переливають в ділильну лійку і відстоюють 3–5 годин до повного розділення фаз.

Нижній водно-етанольно-гліцероловий шар зливають в колбу.

Верхній і проміжний шар промивають кількома порціями води і відділяють шар естеру. За необхідності отримання чистого естеру технічний продукт додатково переганяють під вакуумом.

Робота № 4.2

Отримання метил-3-(3,5-дитретбутил-4-оксіфеніл)-пропіонату (фенозан-1)



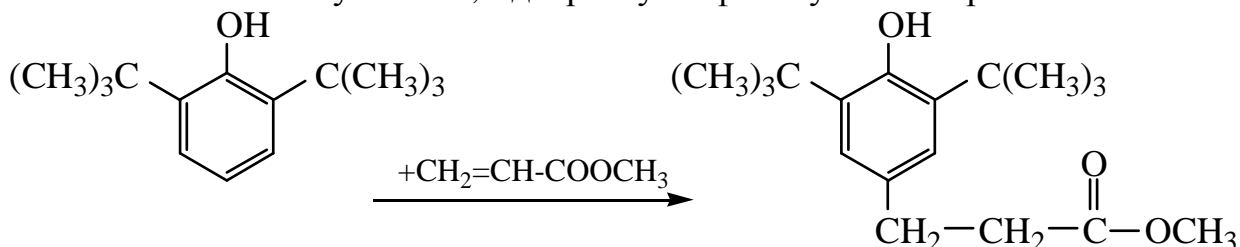
4.2.1. Приготування каталізатора

Завантаження на операцію:

Назва сировини	Мас. частка, %	Маса, г		Густи-на на г/см ³	Об'єм мл	Мол. маса	К-сть моль
		100%	техн				
2,6-ди- <i>трет</i> -бутил-фенол	98,0	19,6	20,6	0,92		206	0,1
Ідкий натр	98,0	0,2	0,2			40	0,005

В 4-х горлу колбу ємністю 100 мл, обладнану мішалкою, термометром, газовідвідними трубками, масляною ванною, завантажують 2,6-дитретбутилфенол і гідроксид натрію. У струмені азоту нагрівають вміст колби до 40-45°C, включають мішалку і за 30-40 хв. піднімають температуру до 120-130°C. При постійній температурі, продувці азотом і перемішуванні дають витримку протягом 0,5-1,0 год. до зникнення кусочків гідроксиду натрію і отримання однорідної маси.

4.2.2. Алкілування 2,6-дитретбутилфенолу метилакрилатом



Завантаження на операцію:

Назва сировини	Мас. частка, %	Маса, г		Густи-на на г/см ³	Об'єм мл	Мол. маса	К-сть моль
		100%	техн				
Реакційна маса			20,8	0,87	24,4		
Метилакрилат	99,3	11,2	11,4	0,953	12,0	86	0,132

Реакційну масу, отриману на попередній стадії, охолоджують до 60-70°C, припиняють подачу азоту, під'єднують зворотній водяний холодильник, через який протягом 10-15хв завантажують метилакрилат і нагрівають реакційну масу при розмішуванні. Через 20-30хв після початку нагрівання температура реакційної маси піднімається до 120-125°C. При цій температурі та перемішуванні дають витримку протягом 6-7год і відбирають пробу на аналіз. Реакційну масу охолоджують до 65-70°C.

4.2.3. Нейтралізація реакційної маси

Завантаження на операцію:

Назва сировини	Мас. частка, %	Маса, г		Густи- на г/см ³	Об'єм мл	Мол. маса	К-сть моль
		100%	техн				
Реакційна маса			31,6				
Оцтова кислота	99,3	0,30	0,30	1,049	0,28	60	0,005

До реакційної маси, отриманої на попередній стадії при 55-65°C і перемішуванні через зворотній холодильник завантажують льодяну оцтову кислоту протягом 2-3 хв. Реакційну масу розмішують протягом 30 хв. і визначають рН водної витяжки в пробі реакційної маси. При рН 6-8 реакційну масу використовують на стадії вакуумної перегонки фенозану-1.

2.4. Стадія вакуум-перегонки фенозану-1

В колбу Кляйзена, ємністю 50 мл, оснащену капіляром, термометром і прямим повітряним холодильником, який з'єднано за допомогою алонжа "павук" з двома приймачами, завантажують реакційну масу, підключають установку до вакуум-помпи, створюють вакуум (3-5 мм рт.ст.) і нагрівають. Першу фракцію збирають за температури пари 80-120°C, другу за 120-190°C. Кубовий залишок охолоджують до 120-130°C, розбавляють 40 мл толуолу при розмішуванні із зворотнім водяним холодильником, охолоджують до 50-60°C і видаляють з колби.

2.5. Кристалізація, фільтрація і сушка фенозану-1

В трьохгорлу колбу, ємністю 100 мл, обладнану мішалкою, термометром і льодяною банею, завантажують 150 мл бензину "Калоша", охолоджують до 3-7°C і при працюючій мішалці доливають толуольний розчин фенозана-1 зі стадії вакуум-перегонки. Дають витримку при розмішуванні і вказаній температурі протягом 3-х годин. Потім осад фільтрують, промивають, віджимають і сушать в сушильній шафі при 40-50°C.