

METODY ROZDZIELANIA MIESZANIN I OCZYSZCZANIA ZWIĄZKÓW CHEMICZNYCH (CZĘŚĆ I)

Obowiązujące zagadnienia:

- Jaka jest różnica między związkiem chemicznym, a mieszaniną?
- Rodzaje i podział mieszanin; metody rozdzielania mieszanin;
- Krystalizacja (definicja, rodzaje krystalizacji, cechy dobrego rozpuszczalnika do krystalizacji);
- Ekstrakcja (definicja, rodzaje ekstrakcji, cechy dobrego ekstrahenta, od czego zależy efektywność ekstrakcji?);
- Prawo podziału Nernsta, współczynnik podziału Nernsta;
- Filtracja.

Ćwiczenie 1. Krystalizacja azotanu(V) potasu

Odczynniki: azotan(V) potasu, woda destylowana

Sprzęt: zlewka, bagietka szklana, siatka ceramiczna, sącdek, lejek

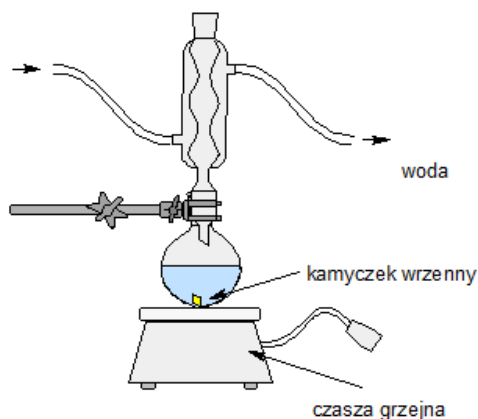
Do zlewki wsypać 3 g azotanu(V) potasu (należy zanotować dokładną masę naważki), wlać 3ml wody i ostrożnie podgrzewać, co chwilę mieszając. Po rozpuszczeniu kryształów zlewkę należy pozostawić do ostygnięcia. Otrzymane kryształy należy oddzielić od roztworu poprzez filtrację, zważyć i obliczyć wydajność procesu.

Ćwiczenie 2. Krystalizacja mocznika

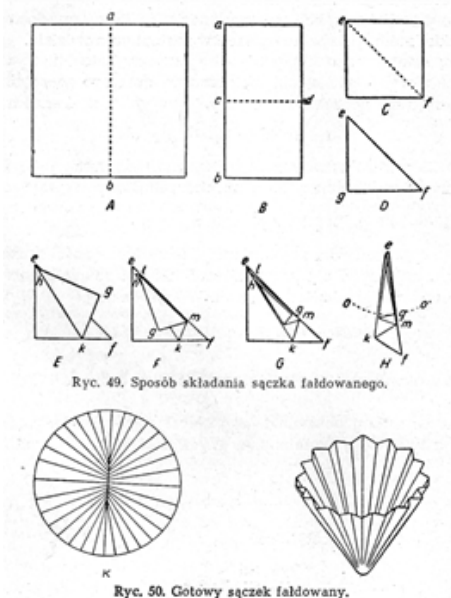
Odczynniki: mocznik (techniczny), węgiel aktywny, metanol

Sprzęt: kolba okrągłodenna, chłodnica zwrotna, płaszcz grzejny, kamyczki wrzenne, lejek szklany, sącdek karbowany, lejek Büchnera, sącdek, kolba ssawkowa

Naważyć 5 g mocznika i 0,2 g węgla aktywnego, zważone substancje przenieść ilościowo do kolby okrągłodennej i dodać 5 ml wody destylowanej. Zmontować zestaw do ogrzewania pod chłodnicą zwrotną według schematu na rysunku 1. Doprowadzić mieszaninę do wrzenia. Przesączyć roztwór szybko przez lejek szklany z karbowanym sączkiem (na rys.2 znajduje się schemat składania sączka karbowanego) i przesącz pozostawić do ostygnięcia, otrzymane kryształy przesączyć na lejku Büchnera, przemyć niewielką ilością metanolu, pozostawić do wyschnięcia. Otrzymane kryształy należy zważyć i obliczyć wydajność krystalizacji.



Rys. 1. Zestaw do ogrzewania substancji organicznych pod chłodnicą zwrotną



Rys. 2. Metoda przygotowania sącza karbowanego

Sącze karbowane można sporządzić składając kwadratowy kawałek bibuły (A) wzdłuż kreskowanej linii ab ; otrzymany prostokąt (B) ponownie składamy na pół wzdłuż linii cd , powstały zaś kwadrat (C) składamy wzdłuż linii ef . Teraz odgina się róg g wzdłuż linii hk (E) i składa w harmonijkę (F, G). Czynność powtarzamy z drugą połową trójkąta i wreszcie obcina wzdłuż linii oo' (H). Sącze po rozwinięciu go, powinien posiadać zagięcie jak na rysunku (K).

Ćwiczenie 3. Rozdzielanie mieszaniny poprzez filtrację

Odczynniki: 2 M chlorek wapnia, 2 M szczawian potasu

Sprzęt: probówki, lejek, tryskawka, kolba ssawkowa, lejek Büchnera, sączi, szkiełko zegarkowe

Uwaga! Przed rozpoczęciem procesu filtracji przygotowane **suche** sączi należy zważyć.

W dwóch zlewkach przeprowadzić reakcję strącania osadów. W tym celu należy pobrać 2 ml 2M roztworu chlorku wapnia, oraz dodać taką samą objętość 2 M roztworu szczawianu potasu. Wytrącone osady należy oddzielić od roztworu dwoma niżej podanymi sposobami:

- Przygotować zestaw do sączenia. Wykonać odpowiedni sącze i umieścić go w lejku, tak aby dobrze przylegał do jego ścianek (można sącze zwilżyć wodą destylowaną). Powstałą mieszaninę przelać na sącze. Po przelaniu zawiesiny na sącze ścianki probówki spłukać wodą destylowaną i wlać na sącze (przemywamy probówkę kilkakrotnie do momentu przeniesienia całego osadu na sącze!). Osad przemyć wodą z tryskawki i wraz z sączkiem umieścić na szkiełku zegarkowym. Wyszuszony sącze z osadem i zważyć.
- Tę samą mieszaninę rozdzielić stosując sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem. Na lejku Büchnera umieścić sącze, lejek umieścić w kolbie ssawkowej z podłączeniem do pompki wodnej. Odkręcić wodę w kranie i wprowadzić zawiesinę na sącze, przemyć probówkę wodą destylowaną. Po zakończeniu sączenia odłączyć lejek, a następnie zakręcić wodę. Wyszuszony sącze wraz z osadem zważyć.

Zaobserwować różnice w przeprowadzonych procesach filtracji.

Ćwiczenie 4. Ekstrakcja jodu z roztworu wodnego

Odczynniki: chlorek metylenu, roztwór jodu w jodku potasu

Sprzęt: cylindry miarowe, rozdzielacz, lejek, 6 butelek

Uwaga! Ćwiczenie wykonywać pod dygestorium

5 ml wodnego roztworu jodu w jodku potasu oraz 5 ml chlorku metylenu należy kolejno wlać do rozdzielacza, dokładnie zamknąć rozdzielacz i ostrożnie wytrząsać przez 2 minuty. Uchylić na chwilę korek rozdzielacza, aby usunąć pary chlorku metylenu i ponownie wytrząsać przez 2 minuty. Umieścić rozdzielacz w statywie i pozostawić aż do całkowitego rozdzielenia się fazy wodnej i organicznej. Po rozdzieleniu się faz otworzyć rozdzielacz i zlać warstwę organiczną do pierwszej butelki (I ekstrakcja).

Ponownie do rozdzielacza dodać 5 ml chlorku metylenu, powtórzyć ekstrakcję, a warstwę organiczną wlać do drugiej butelki (II ekstrakcja).

Przeprowadzić jeszcze trzecią identyczną ekstrakcję zlewając warstwę organiczną do trzeciej butelki (III ekstrakcja), a fazę wodną do czwartej butelki.

Przeprowadzić następnie jednokrotną ekstrakcję jodu. W tym celu do rozdzielacza wlać 5 ml wodnego roztworu jodu w jodku potasu i dodać tym razem całą porcję chlorku metylenu (15 ml). Po zakończonej ekstrakcji zlać warstwę organiczną do jednej butelki, a fazę wodną – do drugiej.

Porównując barwę faz organicznych uzyskanych podczas trzykrotnej ekstrakcji powiedz, jak zmienia się stężenie jodu w tych roztworach. Porównać barwę wyjściowego roztworu jodu w jodku potasu z barwą fazy wodnej po trzykrotnej ekstrakcji i po ekstrakcji jednokrotnej. Co możesz powiedzieć o stężeniu jodu w tych roztworach? Które z przeprowadzonych doświadczeń pozwoliło lepiej wydzielić jod z fazy wodnej?

Literatura:

[1] Praca zbiorowa pod redakcją Z. Rączyńskiej i M. Iwan, *Lubię chemię. Podstawy chemii w ćwiczeniach laboratoryjnych*, Wydawnictwo UMCS, Lublin 2002

[2] T. Widernik, M. Nestorowicz, H. Bartnicka, *Ćwiczenia laboratoryjne z chemii ogólnej*, Wydawnictwo Uniwersytetu Gdańskiego, Gdańsk 1996

[3] J.R. Paśko, R. Sitko, *Ćwiczenia laboratoryjne z chemii ogólnej i analitycznej*, Wydawnictwo Naukowe WSP, Kraków 1996