

METODY ROZDZIELANIA MIESZANIN I OCZYSZCZANIA ZWIĄZKÓW CHEMICZNYCH (CZĘŚĆ II)

Obowiązujące zagadnienia:

- Ekstrakcja (definicja, rodzaje ekstrakcji, cechy dobrego ekstrahenta, od czego zależy efektywność ekstrakcji?);
- Prawo podziału Nernsta, współczynnik podziału Nernsta;
- Destylacja (definicja, rodzaje destylacji);
- Prawo Daltona, prawo Raoult'a;
- Chromatografia (definicja, podział metod chromatograficznych, chromatografia cienkowarstwowa, współczynnik R_f , faza stacjonarna, faza ruchoma).

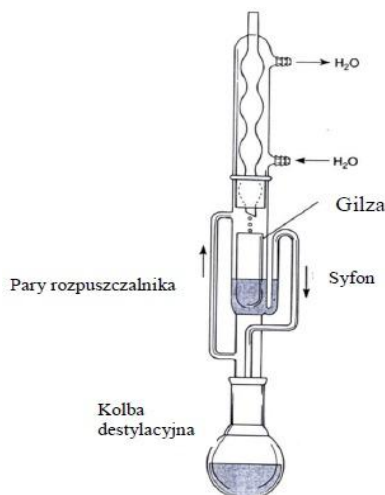
UWAGA: STUDENCI SĄ PROSZENI O PRZYNIESIENIE NA ZAJĘCIA TRAWY LUB INNEJ ROŚLINY ZIELONEJ (NP. NATKI PIETRUSZKI)

Ćwiczenie 1. Ekstrakcja ciągła w aparacie Soxhleta

Odczynniki: metanol, zielone części roślin (liście lub łodygi)

Sprzęt: kolba do destylacji, aparat Soxhleta, bibuła, czasza grzejna, kamyczki wrzenne

Uwaga! Ćwiczenie wykonywać pod dygestorium



Rys.1 Aparat Soxhleta

Do kolby okrągłodennej wlać ok. 100 ml metanolu wrzucić kamyczek wrzenny. Gilzę wykonaną z bibuły wypełnić drobno pokrojonymi liśćmi dowolnej rośliny zielonej. Następnie tak przygotowaną gilzę umieścić w aparacie Soxhleta. Włączyć przepływ wody w chłodnicy zwrotnej pamiętając, o odpowiednim ustawieniu wlotu i wylotu wody. Włączyć czaszę grzejną i rozpocząć ogrzewanie kolby z rozpuszczalnikiem. Po pewnym czasie gilza napelni się spływającym z chłodnicy alkoholem, a tym samym rozpocznie się proces ekstrakcji. Gdy

poziom roztworu stanie się wyższy niż wysokość wylotu rurki syfonowej cały rozpuszczalnik przeleje się samoczynnie z powrotem do kolby okrągłodennej, kończąc tym samym pierwszy cykl ekstrakcji. Aparat pracuje cyklicznie – napełniając się ponownie porcją świeżego rozpuszczalnika. Podczas ćwiczenia ekstrakcję powtórzyć 3 krotnie obserwując zmianę zabarwienia rozpuszczalnika wraz z postępem ekstrakcji. Przerwać ekstrakcję, odłączyć płaszcz grzejny, a kolbę z roztworem zostawić do kolejnego ćwiczenia 3.

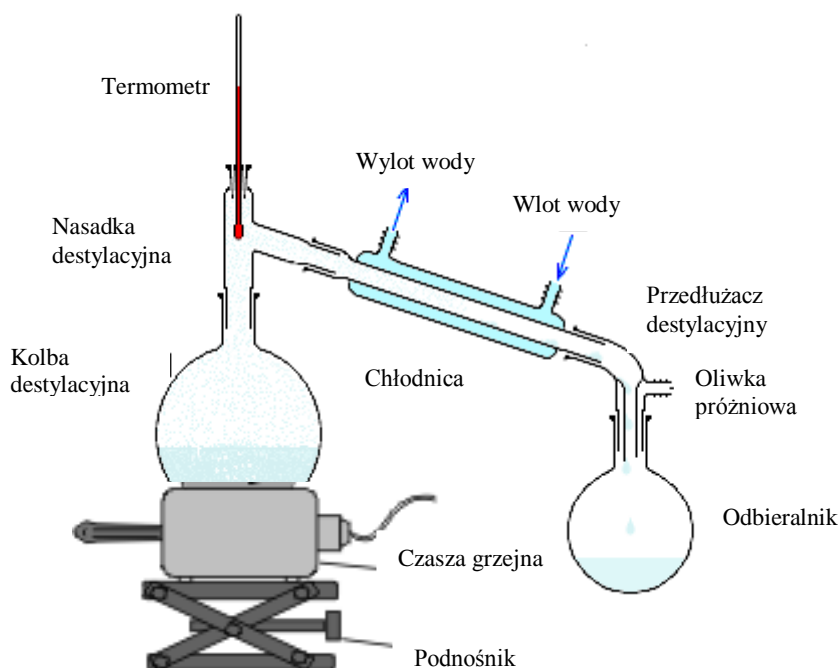
Ćwiczenie 2. Ekstrakcja

Odczynniki: metanol, heksan, zielone części roślin (liście lub łodygi)
Sprzęt: moździerz porcelanowy, lejek, sączek, probówka

Odważyć 3 g materiału roślinnego, przenieść do suchego moździerza porcelanowego i dodać 4 ml alkoholu metylowego. Tak przygotowany materiał roślinny rozcierać energicznie tłuczkiem przez 5 minut. Dodać kolejne 2 ml alkoholu i dalej rozcierać (5 minut). Zawiesinę alkoholową zdekantować do probówki. Do zawartości moździerza dodać 7 ml heksanu i ekstrahować barwniki ponownie (5 minut). Ponownie zdekantować zawiesinę do probówki. Porcją 2 ml metanolu przemyć moździerz i tłuczek, przenosząc popłuczyny do probówki. Probówkę zatkać korkiem i wytrząsnąć zawartość, a następnie odstawić w ciemne miejsce na około 15 min., gdy drobna zawiesina opadnie na dno, przesączyć ekstrakt do suchej probówki.

Ćwiczenie 3. Rozdział mieszaniny poprzez destylację

Odczynniki: mieszanina otrzymana w ćw.1
Sprzęt: zestaw do destylacji, kamyczki wrzenne



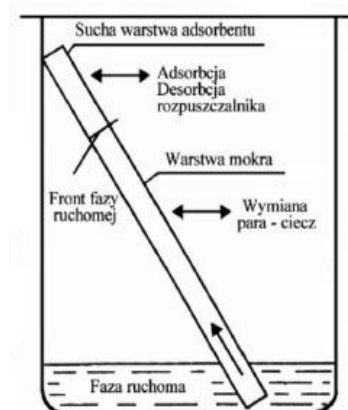
Rys.2. Zestaw do destylacji

Mieszaninę z ćwiczenia 1 należy rozdzielić poprzez destylację (należy pamiętać, aby do kolby wrzucić kamyczek wrzenny!). W tym celu należy zmontować zestaw do destylacji według załączonego schematu na rysunku 2. Następnie należy włączyć przepływ wody pamiętając o prawidłowym ustawieniu wlotu i wylotu wody. Włączyć czasę grzejną rozpoczynając proces destylacji. Należy zanotować temperaturę, gdy ciecz zacznie wrzeć. Destylat należy zbierać w odbieralniku i przerwać destylację, gdy w kolbie pozostanie ok. 10 ml ekstraktu.

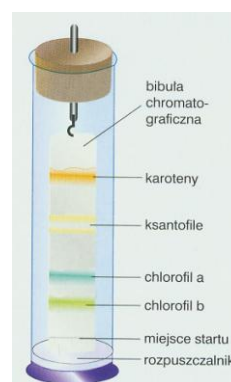
Ćwiczenie 4. Chromatografia cienkowarstwowa

Odczynniki: Zagęszczony roztwór barwników fotosyntetycznych z ćw.3, heksan, aceton

Sprzęt: komora chromatograficzna, płytka chromatograficzna pokryta warstwą krzemionki



Rys. 3. Schematyczny obraz procesów zachodzących w czasie rozwijania chromatogramu na płytce chromatograficznej



Rys. 4. Przykładowy chromatogram TLC rozdzielający barwników fotosyntetycznych

Do komory chromatograficznej wlać fazę ruchomą (heksan : aceton 6:1 (v/v)) w takiej ilości, aby pokryła dno 0,5 centymetrową warstwą. Zamknąć komorę, odczekać 15 minut aż komora nasyci się parami rozpuszczalnika. Przygotować płytkę chromatograficzną (3x6 cm), zaznaczyć linię startu 1 cm od dołu płytki, następnie nanieść 10 μ L ekstraktu barwników roślinnych otrzymanych w 2 i 3 ćwiczeniu. Plamki powinny znajdować się w odległości 1 cm od brzegu płytki. Podczas nanoszenia próbek należy zwrócić uwagę na to żeby plamka nie miała średnicy większej niż 4 mm. Tak przygotowaną płytkę należy włożyć do komory chromatograficznej. Rozwijanie chromatogramu należy przerwać, gdy faza ruchoma będzie 1cm przed końcem płytki.

Po rozwinięciu chromatogramu obliczyć wartości R_F poszczególnych składników rozdzielanej mieszaniny.

Literatura:

- [1] Praca zbiorowa pod redakcją Z. Rączyńskiej i M. Iwan, *Lubię chemię. Podstawy chemii w ćwiczeniach laboratoryjnych*, Wydawnictwo UMCS, Lublin 2002
- [2] J.R. Paśko, R. Sitko, *Ćwiczenia laboratoryjne z chemii ogólnej i analitycznej*, Wydawnictwo Naukowe WSP, Kraków 1996
- [3] A. Hendrich, *Chemia ogólna. Ćwiczenia laboratoryjne*, Wydawnictwo Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 1993