

Vježba 9. Postupci odjeljivanja smjesa tvari

Uvod:

Za rastavljanje homogenih i heterogenih smjesa na komponente postoje različite metode. Heterogene smjese, koje se primjerice sastoje od tekuće i krute faze mogu se odjeljivati dekantiranjem, filtriranjem i centrifugiranjem. Smjese čvrstih tvari mogu se odvojiti na osnovu različitih topljivosti u pojedinim otapalima ili korištenjem nekog drugog fizikalnog svojstva kao što je svojstvo sublimacije (prelazak iz čvrste u plinovitu fazu) na različitim temperaturama i slično. Homogene tekuće smjese (otopine) mogu se na komponente odvojiti destilacijom ili ekstrakcijom pomoću nekog drugog otapala, što sve ovisi o uzorku tvari i cilju koji se želi postići.

Mehaničko rastavljanje smjesa

1. Dekantiranje

Dekantiranje se upotrebljava za odvajanje tekućine od taloga ili neotopljene nepoželjne primjese, a koristi se i tokom pročišćavanja i krutih i tekućih tvari.

Dekantiranje se provodi odlijevanjem bistre tekućine iznad netopljivog dijela (taloga ili nečega drugog). U slučaju da se na taj način želi talog isprati, odgovarajuća tekućina može se ponovno dodati, sadržaj promiješati, ostaviti da se netopljivi dio slegne, a bistri dio ponovno odliti. To se može ponoviti nekoliko puta i na taj način pomoću svježih količina tekućine talog pročistiti od topljivih primjesa.

2. Filtriranje

Filtriranjem se odvaja tekućina od taloga pomoću odgovarajućeg filtra, koji zadržava kruti dio, a propušta tekućinu (filtrat). Osim tekućina, filtriranjem se od krutih tvari mogu pročistiti i plinovi. Kao sredstvo za filtriranje koriste se: filter-papir, porozna staklena pločica, pijesak, azbest, porozna porculanska pločica za filtriranje, staklena vuna, vata ili tkanina.

Izbor materijala za filtriranje ovisi o svojstvima tekućine ili plina koji je potrebno pročistiti. Koncentrirane otopine lužina ne mogu se filtrirati kroz filter-papir jer on nabubri i filtracija ide vrlo sporo. Isto se događa sa celuloznom vatom. U takvom slučaju je potrebno koristiti staklenu vunu.

Filtar-papira ima različitih. Oni mogu biti različitih dimenzija u gustoće. Gustoće filtarpapira označena je posebnom obojanom trakom na kutiji. Kod firme Schleicher-Schüll crna traka označava najmanju gustoću, bijela traka srednju, a plava traka najveću gustoću. Drugi proizvođači koriste druge oznake ali je na svakoj kutiji označeno za kakvu se vrstu taloga dotični filtarpapir može upotrijebiti. Za kvantitativnu analizu proizvode se filtarpapiri koji poslije spaljivanja ne ostavljaju pepeo.

Filtarpapir se može složiti na dva načina. Glatki filtarpapir priprema se na taj način da se komad papira u obliku kvadrata dva puta presavije, a četverostruki papir se obreže tako da se dobije kružni isječak veličine jedne četvrtine kruga (slika 9.1.a). Jedan vrh ovako složenog papira treba otkinuti (slika 9.1.b), a papir proširiti da se dobije stožac koji se uloži u stakleni lijevak (slika 9.1.c). Papir treba nakvasiti vodom i priljubiti uz stjenke lijevka (slika 9.1.d). Ovako pripremljen lijevak i filtarpapir osiguravaju brzo filtriranje jer se u grlu lijevka stvara stupac tekućine koji siše tekućinu kroz filtarpapir. Ukoliko ne bi otkinuli onaj vrh papira, na tom bi mjestu ulazio zrak. To bi onemogućilo stvaranje stupca tekućine u grlu lijevka, pa bi brzina filtriranja bila smanjena.



a)



b)



c)



d)

Slika 9.1. Izrada glatkog filtarpapira

Filtar-papir treba uvijek obrezati na takvu veličinu, da rub papira bude 5-10 mm ispod ruba lijevka. Tekućinu koja se filtrira smije se naliti najviše do 10 mm ispod ruba papira kako bi se spriječilo prelijevanje preko ruba. Grlo lijevka mora se uvijek prisloniti uz stjenku čaše ili tikvice u koju se hvata filtrat, kako bi se postiglo ravnomjerno i brže istjecanje filtrata jer se na taj način postiže stvaranje stupca tekućine koji vuče tekućinu za sobom i tako ubrzava filtraciju.

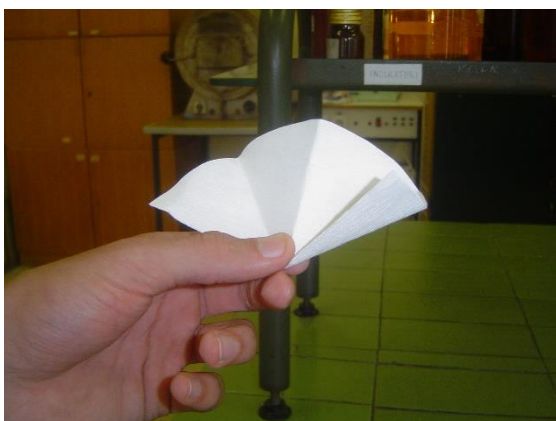
Za brzo filtriranje upotrebljava se naborani filter-papir, koji se načini na slijedeći način: komad papira u obliku kvadrata ili gotov okrugli filter-papir složi se četverostruko (9.2.a,b), a zatim se još nekoliko puta svaka stranica presavije na pola, u ovisnosti od toga da li je potreban filter-papir s manjim ili većim borama (9.2.c). Ako je filter-papir načinjen iz kvadratnog komadića papira, njegov se kraj, nakon što je papir složen, odreže, uzimajući u obzir veličinu lijevka. Naborani filter-papiri odrežu se tako da rub papira bude uvijek 5-10 mm ispod ruba lijevka.



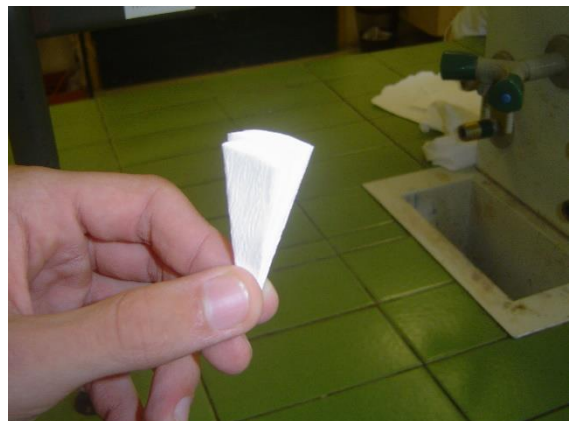
a)



b)



c)



d)

Slika 9.2. Izrada naboranog filter-papira



Slika 9.3. Naborani filter-papir

Za filtriranje se upotrebljavaju različiti lijevci, a izbor ovisi o vrsti kao i količini otopine tvari koju je potrebno profiltrirati. Za obično filtriranje u laboratoriju najčešće se upotrebljava stakleni konusni lijevak u koji se stavlja filter-papir, zatim stakleni lijevak s poroznim dnom, konusni lijevak s Wittovom pločicom te Büchnerov lijevak naročito pogodan za filtriranje većih količina uzoraka.

Büchnerov lijevak se pomoću gumenе ploče ili gumenog čepa postavi na bocu za odsisavanje ili veću epruvetu za odsisavanje priključenu na vodenu sisaljku. Filter-papir koji se stavlja u Büchnerov lijevak mora biti manji od promjera dna lijevka, ali toliko veli da pokrije sve rupice na dnu lijevka. Papir se nakvasi vodom, uključi vodena sisaljka koja priljubi filter-papir uz lijevak, pa se tada može nalijati tekućina koja se treba profiltrirati. Radi boljeg odvajanja tekućine (matičnice) od krute tvari dobro je krutu tvar pritiskati staklenim štapićem s proširenim plosnatim završetkom.

U laboratoriju je često potrebno od primjesa očistiti vruću zasićenu otopinu. Ako se filtracija takve otopine provodi na uobičajeni način, dolazi do kristalizacije otoplјene tvari na filter-papiru zbog hlađenja zasićene otopine. Pore filter-papira se začepе, filtracija se jako uspori ili potpuno prestaje. To se može izbjeći ako se filtracija izvodi s naboranim filter-papirom i lijevkom prethodno pregrijanim na pari. To se obično radi na taj način da se lijevak postavi u Erlenmayerovu tikvicu u kojoj vrije voda.

Rastavljanje smjesa na temelju različitih tlakova para

Tlak para

Iznad svake krute ili tekuće tvari nalazi se jedan dio te iste tvari u plinovitom stanju. Takva određena količina čestica iznad svake tvari čini TLAK PARA. On ovisi o:

- temperaturi – što je veća temperatura to je tlak para veći;
- jakosti međučestičnih veza unutar tvari – što su te veze jače, tlak para je manji i obrnuto.

Zagrijavanjem neke tvari tlak para te tvari raste. Kada se tlak para neke tekuće tvari izjednači s atmosferskim tlakom, tekućina vrije. Temperatura kod koje se to dešava naziva se **temperatura vrelišta**. Ukoliko je tlak para neke tekućine veći, ta će ista imati nižu temperaturu vrelišta i obrnuto.

Neke čvrste tvari imaju tako visok tlak para da mogu ispariti prije nego što se rastale. Pojava isparavanja čvrste tvari, odnosno neposredno prelaženje čvrste tvari u plinovito stanje naziva se **sublimacija**. To se dešava u onom trenutku kada se izjednači tlak para čvrste tvari s atmosferskim. Temperatura kod koje se to dešava naziva se **temperatura sublimacije**. Kao i za tekućine vrijedi da ukoliko čvrsta tvar ima veći tlak para, ta ista imat će nižu temperaturu sublimacije i obrnuto.

Smjesa koja se sastoji od dvije ili više tvari bitno različitog tlaka para, može se na temelju toga rastaviti na dva načina:

- destilacijom (zagrijavanjem u destilacijskoj tikvici zaostane tvar nižeg tlaka para, odnosno višeg vrelišta)
- sublimacijom (zagrijavanjem smjese čvrsta tvar koja može sublimirati izdvaja se iz smjese dok druga zaostaje).

1. Destilacija

Postupak destilacije sastoji se u tome, da se u odgovarajućoj aparaturi tekuća smjesa (uglavnom se radi o otopinama neke čvrste tvari u određenom otapalu ili pak o smjesi dviju ili više tekućina) zagrije do vrenja, a pare tvari nižeg vrelišta (višeg tlaka para) kondenziraju se na drugom mjestu i sakupljaju kao destilat.

Da bi se spriječilo "zakašnjelo vrenje" a time i pregrijavanje tekućine u tikvicu s tekućinom za destilaciju stavlja se nekoliko 'kamenčića za vrenje", odnosno nekoliko komadića neglaziranog porculana ili kapilarnih cjevčica na jednom kraju zataljenih. Oni omogućuju bolje miješanje tekućine te se na taj način onemogućuje pregrijavanje, odnosno zastoj u vrenju.

Neke tekuće tvari imaju relativno visoku temperaturu vrelišta (čak i iznad 200°C), pa je destilacija uz atmosferski tlak otežana. Poteškoće su u jednolikom zagrijavanju sadržaja koji treba destilirati, a nerijetko se dešava da se uslijed dužeg zagrijavanja tekućina djelomično raspada ili osmoljuje. Ovo naročito vrijedi za tekućine nestabilne na višoj temperaturi koje je nemoguće predestilirati bez nepoželjnih promjena.

U takvim slučajevima, kao i u onima kada se destilacija želi ubrzati, upotrebljava se destilacija uz smanjeni tlak. Ako je tlak iznad tekućine koja treba destilirati niži od atmosferskog, onda će biti potreban i niži tlak para te tekućine za izjednačavanje. To će se desiti i kod niže temperature koja će sad biti temperatura vrelišta. Na taj način izbjegava se zagrijavanje na znatno višu temperaturu, koja je često puta štetna za određenu tvar.

2. Sublimacija

Tom pojavom odlikuje se dosta veliki broj i elemenata i spojeva kao što su na primjer: sumpor, jod, amonijev klorid, živin(II) klorid, živin(II) jodid, naftalen, kamfor i drugi. Temperatura kod koje dolazi do sublimacije neke tvari je niža od temperature taljenja, ali uz određeni tlak to je uvijek ista karakteristična vrijednost. Stoga se sublimacija može vrlo korisno upotrijebiti za čišćenje spojeva, bilo da su onečišćeni tvarima koje ne sublimiraju ili da sadrže primjese koje također sublimiraju, ali na nekoj drugoj temperaturi.

Tvari stabilne na zraku i povišenoj temperaturi mogu se uspješno sublimirati uz atmosferski tlak. Za nestabilne spojeve, kao i za one kojima je temperatura sublimacije relativno visoka, često se koristi sublimacija uz sniženi tlak. Na taj se način postiže da tvar sublimira na znatno nižoj temperaturi, čime se čuva od oksidacije ili raspadanja.

Sublimacija se u laboratoriju može izvoditi na različite načine. Kao najjednostavnija aparatura može poslužiti koso položena epruveta, zatim čaša pokrivena satnim staklom, satno staklo pokriveno lijevkom i slično.

Rastavljanje smjesa na temelju različite topljivosti

Topljivost

Topljivost tvari obično se izražava maksimalnom masom bezvodne tvari koju je moguće otopiti u 100 g otapala.

$$\text{Topljivost} = \frac{m(\text{tvari})}{m(\text{otapala})} \cdot 100$$

Topljivost tvari mijenja se s temperaturom, pa je uz svaki podatak o topljivosti neke tvari potrebno navesti i temperaturu.

1. Prekristalizacija

Prekristalizacija je jedna od metoda koje se upotrebljavaju za čišćenje krutih tvari od nepoželjnih primjesa i nečistoća. Također se koristi za dobivanje posebno čistih uzoraka različitih spojeva, koje je potrebno identificirati, kao i za pripremu tako iskristalizirane tvari da je podesna za fizikalna ispitivanja.

Prekristalizacija se može provoditi na nekoliko načina, što u prvom redu ovisi o osobinama tvari, a to su topljivost, stabilnost, mogućnost izbora otapala kao i konačna svrha zbog koje se prekristalizacija provodi.

Jedan od postupaka se sastoji u tome da se uzorak tvari otopi u pogodnom otapalu zagrijanom na povišenu temperaturu ili čak do temperature vrenja. Količinu otapala u odnosu na količinu tvari koja se želi prekristalizirati treba izabrati tako da se kod povišene temperature postigne zasićena otopina te tvari (zasićena je otopina ona u kojoj više nije moguće daljnje otapanje tvari). Primjese koje se u izabranom otapalu **ne otapaju** zaostanu na filter-papiru tijekom filtracije vruće zasićene otopine tvari koja se želi na taj način pročistiti. Hlađenjem filtrata dolazi do kristalizacije otopljene tvari jer je na nižoj temperaturi topljivost manja. Tako dobivena kristalizirana tvar sada sadrži puno manje primjesa.

Dakle, čišćenje metodom prekristalizacije temelji se na tome što otopina neće biti zasićena s obzirom na primjese na nižoj temperaturi što znači da do kristalizacije primjesa ne može ni doći. Međutim, kristali prekristalizirane tvari mogu sadržavati uklopljene sitne kapljice matičnice, što znači da se jednom prekristalizacijom ne može uvijek dobiti zadovoljavajuća čistoća. Za dobivanje vrlo čista tvari potrebno je prekristalizaciju ponoviti nekoliko puta, s time da se ima na umu činjenica da se prilikom svake prekristalizacije gubi i jedan dio osnovne tvari.

Kristalizacija se može provoditi također i ishlapljivanjem, uz pogodno sredstvo koje veže otapalo, a prikladna je za spojeve osjetljive na povišenu temperaturu. Za manje osjetljive spojeve može se upotrijebiti jednostavno uparavanje otopine. Ova dva načina koriste se najviše u slučajevima kada je razlika u topljivosti tvari na sobnoj i povišenoj temperaturi neznatna, pa se prezasićenje otopine stvara uklanjanjem otapala.

2. Ekstrakcija

Ekstrakcija ili izmućkivanje je postupak odjeljivanja neke tvari iz homogene smjese s drugim tvarima, a temelji se na različitoj topljivosti neke tvari u dva otapala koja se ne miješaju.

Ako je neku tvar potrebno ekstrakcijom izdvojiti iz otopine, onda treba odabrati takvo otapalo koje se ne miješa s otopinom koja se ekstrahira. U tom je slučaju ekstrakciju najbolje provoditi u lijevku za odjeljivanje. Otopina (s tvari koju želimo iz nje izdvojiti) stavi se u lijevak za odjeljivanje i doda mala količina otapala u kojem se željena tvar bolje otapa. Smjesa se dobro promućka, a zatim ostavi da se odijele slojevi otapala zbog razlike u gustoći. Donji se sloj ispusti iz lijevka u tikvicu. Postupak se ponavlja barem tri puta sa svježim otapalom. Na taj će se način veći dio tvari naći u onom otapalu u kojem je bolje topljiva.

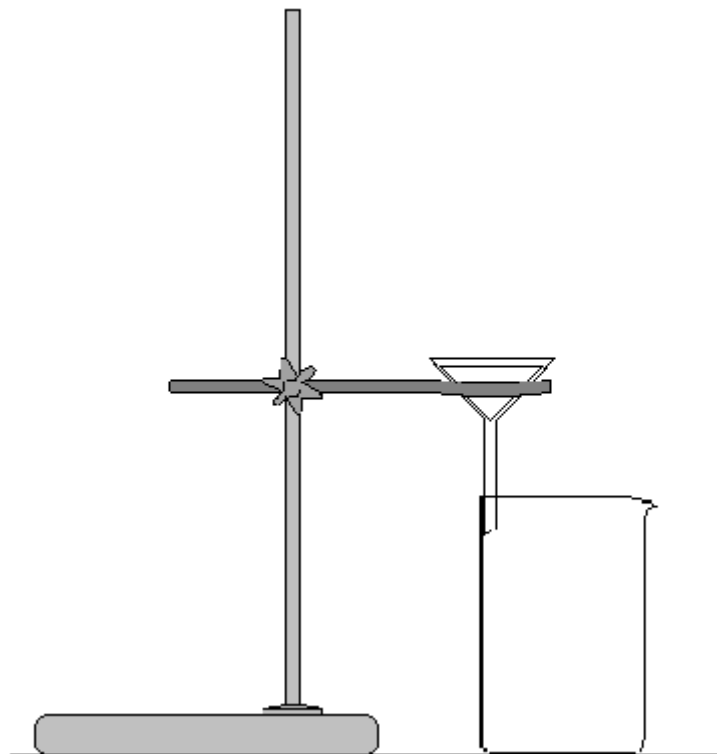
VJEŽBA 9.1. Dekantiranje i filtriranje

Pribor i kemikalije: čaša od 250 cm³, 2 komada, menzura od 100 cm³, stakleni štapić, lijevak, boca štrcaljka, stativ, kolut-klema, filter-papir, destilirana voda, uzorak za filtriranje.

Postupak: Uzorak tvari za filtriranje (5 g) stavi u čašu i dodaj 30-40 cm³, destilirane vode. Staklenim štapićem miješaj smjesu tako dugo, dok vidiš da se tvar više ne otapa. Ostavi smjesu da stoji, da se netopivi dio slegne na dno čaše.

Za filtriranje priredi aparaturu prikazanu na slici 12.1. U lijevak stavi glatki filter-papir kojeg složi na prethodno opisani način. Prije početka filtriranja destiliranom vodom nakvasi filter-papir u lijevku. Gotovo bistru otopinu iznad taloga počni pažljivo odlijevati (dekantirati). Otopinu lijevaj na filter-papir preko staklenog štapića tako, da mlaz tekućine bude usmjeren na stjenku lijevka, a ne u njegovu sredinu. Količina tekućine i taloga u lijevku mora biti takva da površina tekućine bude oko 10 mm ispod gornjeg ruba filter-papira. Bistra otopina koja teče iz lijevka naziva se filtrat.

Kada je tekućine iznad taloga ostalo malo, dekantiranje je završeno. S preostalom otopinom pomiješaj talog i sve zajedno prebaci u lijevak. Ostatke taloga iz čaše isperi u lijevak destiliranom vodom bocom štrcaljkom. Talog zatim nekoliko puta isperi dodavajući novu količinu destilirane vode nakon što je prethodna već istekla.

Crtež aparature:

Slika 9.4 Filtracija

VJEŽBA 9.2. Sublimacija

Pribor i kemikalije: duža epruveta od tvrdog stakla, dvije obične epruvete, stativ, klema, plamenik, uzorak za sublimaciju (smjesa NaCl i NH₄Cl)

Postupak: Izvaži uzorak za sublimaciju i stavi ga u dugu epruvetu. Epruvetu učvrsti na stativu u blago nagnut položaj. Začepi epruvetu čepom od malo vate. Gornji kraj epruvete omotaj vlažnom tkaninom.

Dio epruvete, u kojem se nalazi uzorak, lagano zagrijavaj pomoću plamenika. Jakost plamenika postupno pojačavaj sve do one temperature, kod koje primijetiš da tvar sublimira. Na hladnom dijelu epruvete stvara se naslaga sublimirane tvari. Zagrijavanje provodi tako dugo, dok se dio uzorka koji sublimira ne sakupi na gornjem hladnom kraju epruvete, a sa donjeg dijela više ništa ne sublimira.

Pusti da se epruveta ohladi. Sa stijenki epruvete pažljivo ostruži sublimirani dio i spremi u prethodno izvaganu lađicu iz papira, te ponovno važi. To isto učini s preostalim dijelom tvari koja nije sublimirala. Skiciraj aparaturu.

Pitanja:

1. Napiši svoja opažanja.
2. Koja tvar u epruveti ima niži tlak para i zašto?
3. Izračunaj postotak sublimirane tvari u uzorku.

VJEŽBA 9.3. Prekristalizacija

Pribor i kemikalije: čaša od 100 cm³, menzura od 100 cm³, Erlenmayerova tikvica, Büchnerov lijevak, gumeni čep, boca za odsisavanje, kapalica s gumicom, stakleni štapić, porculanska zdjelica, satno staklo, stativ i klema, plamenik, azbestna mrežica, tronožac, kalijev bikromat, tehnički, filter-papir.

Postupak: Na tehničkoj vagi izvaži 4 g nečistog kalijevog bikromata i otopi u 20 cm³ destilirane vode uz zagrijavanje. Priredi naborani filter-papir, umetni u stakleni lijevak i zagrij na način da lijevak metneš na Erlenmayerovu tikvicu u kojoj kipi voda. Otopinu kalijevog bikromata profiltriraj kroz zagrijani naborani filter-papir tako da ukloniš neotopljene nečistoće. Filtrat hvataj u porculansku zdjelicu.

Nakon što je filtriranje završeno, filtrat u zdjelici pažljivo zagrijavaj pomoću plamenika na azbestnoj mrežici, sve dok se volumen ne smanji na pola. Zdjelicu s otopinom ohladi. Iskristaliziranu tvar filtriraj preko Büchnerovog lijevka uz smanjeni tlak.

Otopinu s iskristaliziranom tvari lijevaj preko staklenog štapića na filter-papir u Büchnerovom lijevku kojega si prethodno, preko boce za odsisavanje, spojio na vodenu vakuum-sisaljku uz otvorenu slavinu. Nakon što si svu otopinu i kristale prenio na filter-papir u Büchnerovom lijevku, zatvori slavinu za vodu i skini lijevak s boce za odsisavanje. Sada lijevak preokreni i kristale, zajedno s filter-papirom prebaci na satno staklo. Ostatak kristala koji je prionuo na filter-papir ukloni pomoću spatule ili staklenog štapića na satno staklo, a zatim čitav sadržaj prebaci u sušionik na 100°C da se suši pola sata.

Nakon toga sadržaj satnog stakla prebaci u prethodno izvaganu papirnatu lađicu i odredi masu prekristaliziranog kalijevog bikromata.

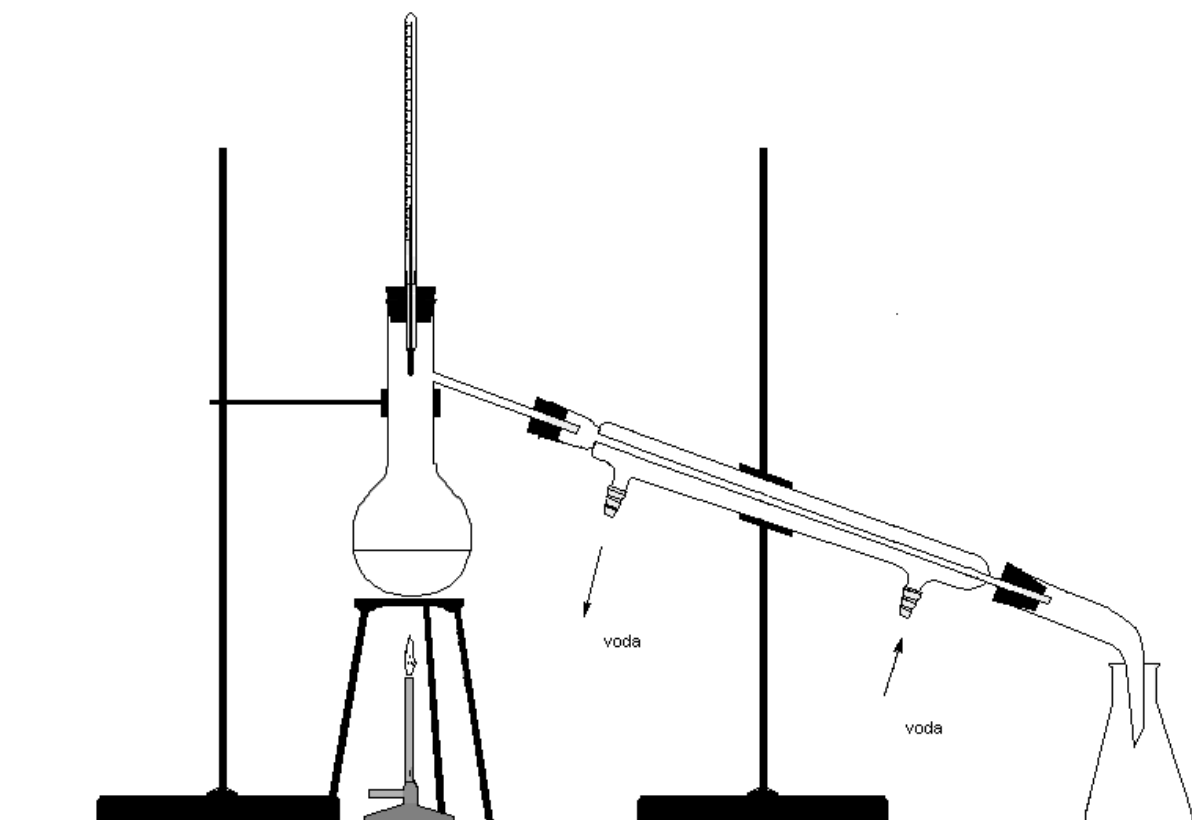
Pitanja:

1. Napiši svoja opažanja. Kakvi su kristali kalijevog bikromata prije i nakon prekristalizacije?
2. Izračunaj koliko je postotaka nečistoće sadržavao tehnički kalijev bikromat.
3. Zašto smo prije filtracije naborani filter-papir morali ugrijati na vodenoj pari?
4. Koliko je postotaka nečistoće sadržavao uzorak kalijevog bikromata, ako je nakon prekristalizacije 2,55 g uzorka dobiveno 2,17 g čiste tvari?

VJEŽBA 9.4. Destilacija

Pribor i kemikalije: tikvica za destilaciju, Liebigovo hladilo, termometar, 250°C, Erlenmayerova tikvica od 100 cm³, 2 komada, probušeni gumeni čep, 3 komada, stativ, 2 komada, klema, 2 komada, tronožac, azbestna mrežica, plamenik, gumene cijevi za hladilo, otopina bakrovog(II) sulfata pentahidrata, CuSO₄·5 H₂O, kamenčići za vrenje.

Postupak: Postavi aparaturu kao što je prikazano na slici 9.5. U tikvicu za destilaciju stavi oko 50 cm³ otopine bakrovog(II) sulfata i 3 do 4 kamenčića za vrenje. Zagrijavaj malim plamenom tikvicu preko mrežice i hvataj destilat u Erlenmayerovu tikvicu. Zabilježi temperaturu kod koje je otopina počela destilirati. Nakon što je sakupljeno 20 cm³ destilata, prekini zagrijavanje i ohladi aparaturu.

Crtež aparature:

Slika 9.5. Aparatura za destilaciju

Pitanja:

1. Opiši svoja opažanja. Koja je temperatura vrenja? Kakve je boje destilat u odnosu na destiliranu otopinu? Što on sadrži?
2. Koja od komponenti destilirane smjese ima niži tlak para, a koja više vrelište?
3. Zašto se stavljaju kamenčići za vrenje?

VJEŽBA 9.5. Ekstrakcija joda

Pribor i kemikalije: epruveta, pluteni čep, Erlenmayerova tikvica, plamenik, azbestna mrežica, lijevak, jod, tetraklorugljik, (ili neko drugo nepolaro otapalo).

Postupak: Zrnce joda stavi u Erlenmayerovu tikvicu od 100 cm³ i dodaj oko 50 cm³ destilirane vode. Začepi plutenim čepom i zagrijavaj do vrenja, dok otopina ne poprimi svjetložutu boju. Odljij oko 10 cm³ ohlađene otopine u čisti epruvetu. Otopini dodaj oko 1 cm³ tetraklorugljika, začepi plutenim čepom i dobro promućkaj. Odloži epruvetu u stalak i pusti da se slojevi odijele.

Pitanja:

1. Napiši svoja opažanja. Skiciraj sliku slojeva u epruveti prije i poslije ekstrakcije.
2. Usporedi boju vodene otopine zasićene jodom i otopine ekstrahirane tetraklorugljikom.
3. Koje otapalo ima veću gustoću? Kako to zaključuješ?
4. U kojem se otapalu, po tvom mišljenju, jod bolje otapa? Zašto? Na koji način se to u pokusu vidi?