

Vježba 8. Postupci odjeljivanja smjesa tvari-3

Uvod:

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 prekrystalizacije 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 prekrystalizirane tvari mogu sadržavati uklopljene sitne kapljice matičnice, što znači da se jednom prekrystalizacijom ne može uvijek dobiti zadovoljavajuća čistoća. Za dobivanje vrlo čista tvari potrebno je prekrystalizaciju ponoviti nekoliko puta, s time da se ima na umu činjenica da se prilikom svake prekrystalizacije 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.

POKUS 8.1. 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 ladu 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?

POKUS 8.2. 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. Odlij 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?