

# KRYSTALIZACJA JAKO METODA OCZYSZCZANIA I ROZDZIELANIA SUBSTANCJI STAŁYCH

## Zakres materiału:

- metody rozdzielania substancji,
- zasady krystalizacji,
- etapy krystalizacji,
- kryteria doboru rozpuszczalnika do krystalizacji,
- krystalizacja z węglem aktywnym,
- zestaw aparatury do krystalizacji,
- grawitacyjne i próżniowe sączenie osadów.

Krystalizacja to jedna z podstawowych i powszechnie stosowanych technik laboratoryjnych, wykorzystywana do oczyszczania (krystalizacja prosta) i rozdzielania (krystalizacja frakcjonowana) substancji stałych wydzielających się z roztworów w postaci krystalicznej. Oczyszczanie na drodze krystalizacji opiera się na różnicy rozpuszczalności substancji rozpuszczanej i zanieczyszczeń w stosowanym rozpuszczalniku, jak również na zależności rozpuszczalności oczyszczanej substancji od temperatury. Z reguły polega na rozpuszczeniu substancji w podwyższonej temperaturze i następnie ochłodzeniu roztworu.

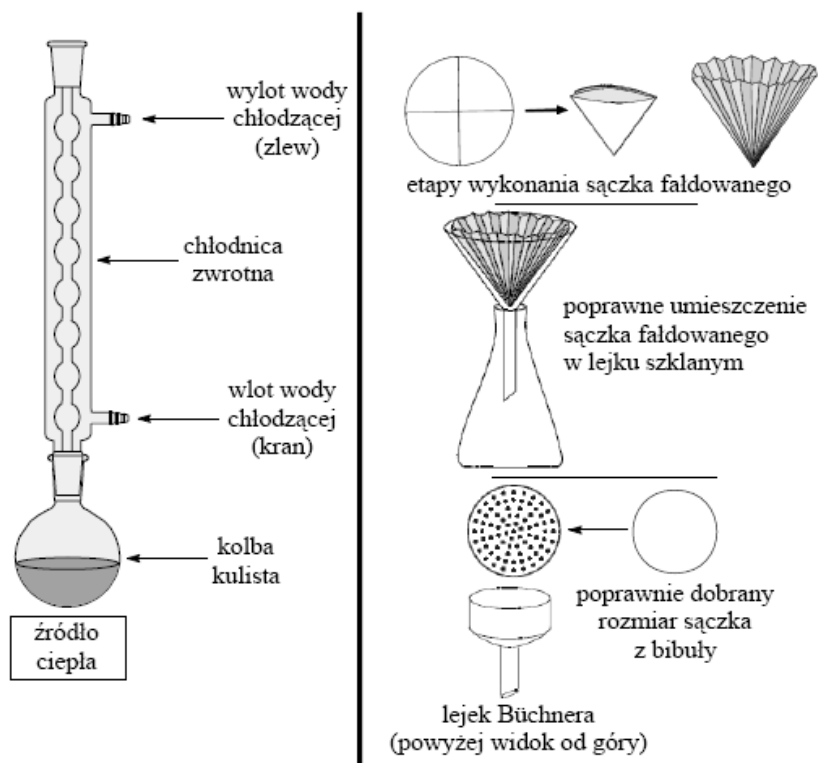
W zależności od zastosowanego rozpuszczalnika wyróżnia się krystalizację z wody i krystalizację z rozpuszczalników organicznych. Celem uzyskania wysokiej wydajności krystalizacji, substancja powinna charakteryzować się dobrą rozpuszczalnością na gorąco w zastosowanym rozpuszczalniku i słabą na zimno. Z kolei obecne zanieczyszczenia powinny dobrze rozpuszczać się na zimno bądź słabo na gorąco. Ponadto temperatura wrzenia rozpuszczalnika powinna być niższa od temperatury topnienia oczyszczanej substancji. Co więcej duże znaczenie ma również ilość zastosowanego rozpuszczalnika, gdyż zbyt duża jego objętość może znacząco wpłynąć na obniżenie wydajności krystalizacji.

W przypadku obecności zanieczyszczeń barwnych powszechnie wykorzystuje się adsorpcję na węglu aktywnym (dotyczy krystalizacji z wody lub alkoholi), który dodaje się ostrożnie do przestudzonego roztworu oczyszczanej substancji celem uniknięcia pienienia. Zastosowany adsorbent usuwa się na gorąco.

Przy krystalizacji wykorzystuje się kolbę okrągłodenną zaopatrzoną w chłodnicę zwrotną. Jako źródło ciepła stosuje się płaszcz grzejny lub łaźnię wodną. Chłodnica zwrotna zapobiega wydostawaniu się z kolby par rozpuszczalnika lub lotnych substancji z parą wodną.

Stopień czystości substancji można określić na podstawie wartości temperatury topnienia. Czyste substancje z reguły topnieją w małym przedziale temperatur,

zanieczyszczony-odwrotnie. Ponadto wzrost zanieczyszczenia z reguły prowadzi do obniżenia temperatury topnienia, tzw. depresji temperatury topnienia.



Rysunek 1. Schemat aparatury i podstawowego sprzętu wykorzystywanych w technice krystalizacji

#### Odczynniki:

Kwas benzoowy techniczny  $C_6H_5COOH$ ,  
Woda destylowana,  
Porcelanka.

#### Aparatura:

Kolba okrągłodenna (250 mL),  
Chłodnica zwrotna,  
Statyw,  
Wężę gumowe doprowadzające wodę do chłodnicy,  
Regulator mocy,  
Łapy przytrzymujące - 2 sztuki,  
Kolba stożkowa,  
Lejek szklany,  
Bagietka,  
Cylinder miarowy (100 mL),  
Płaszcz grzejny,  
Krystalizator,  
Lejek Büchnera,

Kolba ssawkowa,  
Bibuła do sączków,  
Szalka Petriego,  
Kapilara szklana,  
Aparat do pomiaru temperatury topnienia.

Wykonanie ćwiczenia:

1. Odważyć 5 g kwasu benzooesowego.
2. Obliczyć optymalną ilość rozpuszczalnika (wody destylowanej) niezbędnej do przekryształowania odważonej substancji. W tym celu wykorzystać dane dotyczące rozpuszczalności kwasu benzooesowego (tabela 1). Następnie odmierzyć ustaloną ilość wody cylindrem miarowym.

Rozpuszczalność (R) [g/100 g H <sub>2</sub> O]	
20°C	95°C
0,28	6,9

Uwaga! Kwas benzooesowy łatwo sublimuje (temperatura sublimacji 100°C).

3. Zmontować zestaw zgodnie z rysunkiem 1:
  - a) Zgromadzić wszystkie elementy układu destylacyjnego i skontrolować ich stan (uszkodzenia, czystość).
  - b) Na statywie postawić sprawną czaszę grzejącą.  
**Nie podłączać czaszy bezpośrednio do gniazdka wtykowego!**
  - c) Do kolby okrągłodennej wrzucić kilka kawałków porcelanki (zapobiegającej przegrzaniu).
  - d) Wstawić kolbę do czaszy grzejącej (nie nagrzanej i nie podłączonej) i unieruchomić łapą połączoną ze statywem za pomocą łącznika.
  - e) Do kolby okrągłodennej wsypać odważony kwas techniczny i dwukrotną ilość wody w stosunku do obliczonej.
  - f) Nałożyć węże na króćce chłodnicy.
  - g) Ostrożnie połączyć chłodnicę z kolbą, jednocześnie unieruchamiając ją za pomocą uprzednio przymocowanej łapy na statywie znajdującej się mniej więcej w połowie długości chłodnicy. W łapie pozostawić niewielki luz, aby nie doszło do pęknięcia szkła.
  - h) Podłączyć węże.
  - i) Przed przystąpieniem do dalszej części zgłosić prowadzącemu gotowość układu do pracy.

4. Odkręcić kurek z wodą i wyregulować szybkość przepływu przez chłodnicę. Rozpocząć ogrzewanie. Jeżeli po doprowadzeniu do wrzenia zawartość kolby nie rozpuści się całkowicie, ostrożnie wprowadzać porcjami przez chłodnicę pozostałą wodę destylowaną aż do całkowitego rozpuszczenia kwasu benzoowego.
5. Gorący roztwór przesączyć przez uprzednio przygotowany sączonek fałdowany do kolby stożkowej w celu usunięcia trudno rozpuszczalnych zanieczyszczeń i porcelanki.
6. Przesącz w kolbie pozostawić do schłodzenia najpierw w temperaturze pokojowej, a następnie przenieść do krystalizatora z lodem. Dla zainicjowania krystalizacji można potrzebować bagietką wewnętrzną ściankę naczynia.
7. Wykrystalizowany osad odsączyć na lejku Büchnera, a następnie przemyć kryształami zimnymi porcjami rozpuszczalnika (2-3 mL) dla usunięcia zaadsorbowanych zanieczyszczeń. Osad pozostawić do wyschnięcia.
8. Suche kryształy przenieść na wytarowaną szalkę Petriego i zważyć. Obliczyć wydajność krystalizacji zgodnie ze wzorem 1.

$$W(\%) = \frac{m_o}{m_t} \cdot 100\% \quad (1),$$

gdzie: W-wydajność,  $m_o$ -masa substancji po krystalizacji,  $m_t$ - masa substancji przed krystalizacją.

9. Oznaczyć temperaturę topnienia przekrystalizowanego kwasu poprzez wprowadzenie niewielkiej ilości substancji do szklanej kapilary, a następnie umieszczenie jej w aparacie pomiarowym. Porównać otrzymaną wartość z danymi literaturowymi (122,4°C).

### **W protokole nie należy powielać opisu ćwiczenia!**

Protokół powinien zawierać:

- Tytuł ćwiczenia, nazwiska osób wykonujących ćwiczenie, numer grupy, datę;
- Rzeczywistą naważkę kwasu benzoowego i obliczenia dotyczące ilości rozpuszczalnika;
- Obliczenia dotyczące wydajności krystalizacji;
- Wyznaczoną wartość temperatury topnienia (przedział);
- Krótką charakterystykę kwasu po krystalizacji (postać, barwa itp.).