

P3 - ROZDZIELANIE MIESZANINY STAŁYCH SOLI PRZEZ KRYSTALIZACJĘ

Zagadnienia omawiane w ćwiczeniu:

- zjawiska zachodzące podczas rozpuszczania fazy stałej w wodzie;
- podstawowy sprzęt laboratoryjny – zlewka, cylinder miarowy, tryskawka, bagietka, szkiełko zegarkowe, lejek Büchnera, kolba ssawkowa, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem, palnik gazowy, waga techniczna;
- podstawowe operacje laboratoryjne – ważenie na wadze technicznej, przygotowywanie roztworów wodnych, zatężanie roztworów, sączenie osadów na lejku Büchnera (pod zmniejszonym ciśnieniem) oraz suszenie osadów;
- krystalizacja z roztworu.

Celem ćwiczenia jest zapoznanie studentów z jedną z metod rozdzielania i oczyszczania związków chemicznych – krystalizacją. Zadaniem każdego studenta będzie rozdzielenie mieszaniny dwóch substancji krystalicznych (**A + B**), zbadanie czystości wykrystalizowanego związku oraz analiza procesu krystalizacji.

Instrukcja wykonawcza

1. Przygotować niską zlewkę o pojemności 150 cm³ lub 200 cm³. Zważyć ją.
2. Otrzymaną mieszaninę soli w stanie stałym przenieść do zlewki. Zważyć.
3. Do mieszaniny dodać wodę odmierzoną cylindrem miarowym w ilości odpowiadającej tej jaka ma pozostać po zatężeniu roztworu (w przeliczaniu masy na objętość proszę założyć, że gęstość wody wynosi 1 g/cm³). Zaznaczyć poziom roztworu w zlewce. Następnie dodać pozostałą część wody i zlewkę zważyć.

Tabela 1.

Wariant zadania	Składnik A	Składnik B	Ilość wody którą należy dodać /g	Ilość wody do odparowania /g	Temperatura krystalizacji / °C
1a	5 g KCl	15 g KClO ₃	125	70	20
1b	8 g KCl	10 g KClO ₃	100	50	20
2a	3 g K ₂ SO ₄	6 g KClO ₃	75	25	15
2b	4 g K ₂ SO ₄	10 g KClO ₃	100	50	15
3a	3 g KH ₂ PO ₄	12 g K ₂ SO ₄	100	25	20
3b	4 g KH ₂ PO ₄	8 g K ₂ SO ₄	100	50	20
4a	15 g KCl	30 g KNO ₃	125	50	20
4b	8 g KCl	28 g KNO ₃	100	50	20
5a	9 g K ₂ CO ₃	21 g KCl	75	25	30
5b	5 g K ₂ CO ₃	24 g KCl	100	50	30
6a	10 g KNO ₃	15 g K ₂ SO ₄	125	50	25
6b	10 g KNO ₃	9 g K ₂ SO ₄	100	50	25

4. Roztwór w zlewce ogrzać do całkowitego rozpuszczenia mieszaniny soli a następnie roztwór zatężyć do poziomu zaznaczonego na zlewce (odpowiadającego ilości wody do odparowania zgodnie z tabelą 1).
5. Ochłodzić roztwór do właściwej temperatury (patrz tabela 1). Zlewkę zważyć.
6. Odsączyć wydzielone kryształy na lejku Büchnera, przemyć osad ostrożnie minimalną ilością wody z metanolem (1:2) i wysuszyć do stałej masy w temperaturze 80 °C.
7. Zważyć wysuszony preparat na wadze technicznej.
8. Kilka kryształów otrzymanego preparatu rozpuścić w probówce w wodzie destylowanej podzielić go na dwie porcje i wykonać reakcje z 0,1 M AgNO₃ i 0,1 M BaCl₂.

Opracowanie wyników

Wyznaczyć rzeczywistą ilość wody użytej do rozpuszczenia mieszaniny oraz ilość wody pozostałej w roztworze po zatężeniu. Na podstawie danych zawartych w tabelach z izotermami rozpuszczalności sporządzić na papierze milimetrycznym wykres izoterm rozpuszczalności oraz przedstawić punkty odpowiadające: roztworowi początkowemu (P1), roztworowi po zatężeniu przed rozpoczęciem krystalizacji (P2) oraz po zakończeniu krystalizacji (P3). Przedstawić przebieg krystalizacji na wykresie. Na podstawie analizy przebiegu procesu krystalizacji wyznaczyć teoretyczną ilość soli **B**, która powinna wykryzalizować z roztworu w temperaturze, w której prowadzono krystalizację. Porównać ten wynik z rzeczywistą ilością wykryzalizowanej substancji. Na podstawie wykonanych reakcji * określić czystość wykryzalizowanego związku. **Sformułować wnioski.**

*

Anion Reakcja	Cl ⁻	ClO ₃ ⁻	SO ₄ ²⁻	H ₂ PO ₄ ⁻	NO ₃ ⁻	CO ₃ ²⁻
z 0,1M AgNO ₃	biały, serowaty osad; ciemniejący na świetle	-	biały osad; strąca się przy dużych stężeniach K _{SO} =1,2·10 ⁻⁵	żółty osad	-	biały osad; ciemniejący po pewnym czasie
z 0,1M BaCl ₂	-	-	biały, krystaliczny osad	-	-	biały osad

IZOTERMY ROZPUSZCZALNOŚCI

Izotermie rozpuszczalności w układzie: KClO_3 - KCl

T [°C]	Skład fazy ciekłej [g/100g H_2O]		Skład fazy stałej
	KClO_3	KCl	
20	0,0	35,2	KCl
	1,0	34,0	"
	1,8	33,4	$\text{KClO}_3 + \text{KCl}$
	2,0	30,0	KClO_3
	2,3	24,0	"
	2,6	20,0	"
	2,9	16,0	"
	3,6	12,0	"
	4,3	8,0	"
	5,3	4,0	"
6,3	2,0	"	
7,0	0,0	"	
50	0,0	44,0	KCl
	2,0	42,8	"
	4,0	41,7	"
	5,5	41,0	$\text{KClO}_3 + \text{KCl}$
	6,0	37,0	KClO_3
	6,8	30,0	"
	8,0	22,0	"
	9,5	16,0	"
	11,0	12,0	"
	13,0	8,0	"
15,1	4,0	"	
16,3	2,0	"	
17,4	0,0	"	
70	46,6	11,5	$\text{KClO}_3 + \text{KCl}$
100	51,7	25,6	$\text{KClO}_3 + \text{KCl}$

Izotermie rozpuszczalności w układzie: KClO_3 - K_2SO_4

T [°C]	Skład fazy ciekłej [g/100g H_2O]		Skład fazy stałej
	KClO_3	K_2SO_4	
15	0,0	10,2	K_2SO_4
	1,0	9,8	"
	3,0	9,1	"
	3,7	8,8	$\text{KClO}_3 + \text{K}_2\text{SO}_4$
	4,0	7,4	KClO_3
	5,0	3,8	"
	6,0	0,0	"
25	0,0	12,1	K_2SO_4
	1,0	11,7	"
	3,0	11,0	"
	4,0	10,6	"
	5,0	10,3	"
	5,7	10,0	$\text{KClO}_3 + \text{K}_2\text{SO}_4$
	6,0	8,4	KClO_3
7,0	4,7	"	
8,6	0,0	"	
45	0,0	15,7	K_2SO_4
	1,0	15,0	"
	3,0	14,6	"
	4,0	14,3	"
	6,0	13,5	"
	7,0	13,2	"
	10,0	12,0	"
	12,1	11,2	$\text{KClO}_3 + \text{K}_2\text{SO}_4$
	12,5	10,0	KClO_3
	14,0	6,0	"
	15,0	3,3	"
16,2	0,0	"	

Izotermie rozpuszczalności w układzie: KNO_3 - KCl

T [°C]	Skład fazy ciekłej [g/100g H_2O]		Skład fazy stałej
	KNO_3	KCl	
20	0,0	34,5	KCl
	5,6	34,2	"
	16,9	33,4	$\text{KNO}_3 + \text{KCl}$
	20,2	24,9	KNO_3
	22,2	16,6	"
	25,7	8,3	"
	31,1	0,0	"
40	0,0	40,6	KCl
	16,9	39,1	"
	35,5	37,1	"
	39,7	37,5	$\text{KNO}_3 + \text{KCl}$
	41,5	32,2	KNO_3
	46,3	22,6	"
	52,7	11,6	"
64,7	0,0	"	
50	54,1	38,2	$\text{KNO}_3 + \text{KCl}$
75	6,0	37,0	$\text{KNO}_3 + \text{KCl}$

Izotermie rozpuszczalności w układzie: KNO_3 - K_2SO_4

T [°C]	Skład fazy ciekłej [g/100g H_2O]		Skład fazy stałej
	KNO_3	K_2SO_4	
25	0,0	12,1	K_2SO_4
	10,3	9,1	"
	18,0	7,8	"
	25,0	6,8	"
	32,4	6,1	"
	35,7	5,9	$\text{KNO}_3 + \text{K}_2\text{SO}_4$
	36,4	4,7	KNO_3
	37,3	0,0	"
50	0,0	16,5	K_2SO_4
	18,0	10,6	"
	24,9	9,2	"
	34,9	7,9	"
	68,7	4,5	"
	82,3	4,5	$\text{KNO}_3 + \text{K}_2\text{SO}_4$
	83,3	3,2	KNO_3
70	54,1	38,2	$\text{KNO}_3 + \text{K}_2\text{SO}_4$

IZOTERMY ROZPUSZCZALNOŚCI

Izotermy rozpuszczalności w układzie: $\text{KH}_2\text{PO}_4 - \text{K}_2\text{SO}_4$

T [°C]	Skład fazy ciekłej [g/100g H_2O]		Skład fazy stałej
	KH_2PO_4	K_2SO_4	
10	0,0	9,2	K_2SO_4
	4,3	8,0	"
	9,8	6,8	"
	13,7	6,1	"
	14,1	5,9	"
	16,3	5,2	$\text{KH}_2\text{PO}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4$
	16,7	2,9	KH_2PO_4
	17,5	0,0	"
20	0,0	10,9	K_2SO_4
	4,2	9,7	"
	9,8	8,5	"
	13,6	7,9	"
	20,3	6,6	$\text{KH}_2\text{PO}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4$
	20,5	5,3	KH_2PO_4
	21,1	3,0	"
21,7	0,0	"	
30	0,0	12,9	K_2SO_4
	4,3	11,6	"
	9,8	10,1	"
	13,7	9,3	"
	19,1	8,1	"
	23,5	7,5	$\text{KH}_2\text{PO}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4$
	24,8	5,2	KH_2PO_4
	25,4	2,8	"
	26,6	0,0	"

Izotermy rozpuszczalności w układzie: $\text{KCl} - \text{K}_2\text{CO}_3$

T [°C]	Skład fazy ciekłej [g/100g H_2O]		Skład fazy stałej
	KCl	K_2CO_3	
30	0,0	114,1	K_2CO_3
	2,2	111,7	$\text{KCl} + \text{K}_2\text{CO}_3$
	2,4	107,9	KCl
	6,4	74,5	"
	13,8	58,1	"
	19,6	37,9	"
	22,6	28,8	"
	25,3	22,2	"
	29,5	14,7	"
	37,4	0,0	"
50	0,0	121,2	K_2CO_3
	3,2	119,2	$\text{KCl} + \text{K}_2\text{CO}_3$
	5,5	118,2	KCl
	6,3	94,7	"
	18,8	51,9	"
	25,1	35,7	"
	33,1	18,3	"
	35,6	15,1	"
42,9	0,0	"	
70	4,4	130,3	$\text{KCl} + \text{K}_2\text{CO}_3$