

### 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 cm<sup>3</sup> lub 200 cm<sup>3</sup>. 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/cm<sup>3</sup>). 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
1b	8 g KCl	10 g KClO <sub>3</sub>	100	50	20
4a	15 g KCl	30 g KNO <sub>3</sub>	125	50	20
4b	8 g KCl	28 g KNO <sub>3</sub>	100	50	20
5a	9 g K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	21 g KCl	75	25	30
5b	5 g K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	24 g KCl	100	50	30
6a	10 g KNO <sub>3</sub>	15 g K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	125	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 AgNO<sub>3</sub> i 0,1 M BaCl<sub>2</sub>.

### 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 wykrystalizować z roztworu w temperaturze, w której prowadzono krystalizację. Porównać ten wynik z rzeczywistą ilością wykrystalizowanej substancji. Na podstawie wykonanych reakcji \* określić czystość wykrystalizowanego związku. **Sformułować wnioski.**

\*

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

# IZOTERMY ROZPUSZCZALNOŚCI

Izotermie rozpuszczalności w układzie:  $\text{KClO}_3$  -  $\text{KCl}$

T [°C]	Skład fazy ciekłej [g/100g $\text{H}_2\text{O}$ ]		Skład fazy stałej	
	$\text{KClO}_3$	$\text{KCl}$		
20	0,0	35,2	$\text{KCl}$	
	1,0	34,0	"	
	1,8	33,4	$\text{KClO}_3 + \text{KCl}$	
	2,0	30,0	$\text{KClO}_3$	
	2,3	24,0	"	
	2,6	20,0	"	
	2,9	16,0	"	
	3,6	12,0	"	
	4,3	8,0	"	
	5,3	4,0	"	
50	6,3	2,0	"	
	7,0	0,0	"	
	0,0	44,0	$\text{KCl}$	
	2,0	42,8	"	
	4,0	41,7	"	
	5,5	41,0	$\text{KClO}_3 + \text{KCl}$	
	6,0	37,0	$\text{KClO}_3$	
	6,8	30,0	"	
	8,0	22,0	"	
	9,5	16,0	"	
70	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:  $\text{KClO}_3$  -  $\text{K}_2\text{SO}_4$

T [°C]	Skład fazy ciekłej [g/100g $\text{H}_2\text{O}$ ]		Skład fazy stałej
	$\text{KClO}_3$	$\text{K}_2\text{SO}_4$	
15	0,0	10,2	$\text{K}_2\text{SO}_4$
	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	$\text{KClO}_3$
	5,0	3,8	"
	6,0	0,0	"
25	0,0	12,1	$\text{K}_2\text{SO}_4$
	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	$\text{KClO}_3$
45	7,0	4,7	"
	8,6	0,0	"
	0,0	15,7	$\text{K}_2\text{SO}_4$
	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	$\text{KClO}_3 + \text{K}_2\text{SO}_4$
70	12,5	10,0	$\text{KClO}_3$
	14,0	6,0	"
	15,0	3,3	"
	16,2	0,0	"

Izotermie rozpuszczalności w układzie:  $\text{KNO}_3$  -  $\text{KCl}$

T [°C]	Skład fazy ciekłej [g/100g $\text{H}_2\text{O}$ ]		Skład fazy stałej
	$\text{KNO}_3$	$\text{KCl}$	
20	0,0	34,5	$\text{KCl}$
	5,6	34,2	"
	16,9	33,4	$\text{KNO}_3 + \text{KCl}$
	20,2	24,9	$\text{KNO}_3$
	22,2	16,6	"
	25,7	8,3	"
	31,1	0,0	"
40	0,0	40,6	$\text{KCl}$
	16,9	39,1	"
	35,5	37,1	"
	39,7	37,5	$\text{KNO}_3 + \text{KCl}$
	41,5	32,2	$\text{KNO}_3$
	46,3	22,6	"
	52,7	11,6	"
50	64,7	0,0	"
	50	54,1	38,2
75	6,0	37,0	$\text{KNO}_3 + \text{KCl}$

Izotermie rozpuszczalności w układzie:  $\text{KNO}_3$  -  $\text{K}_2\text{SO}_4$

T [°C]	Skład fazy ciekłej [g/100g $\text{H}_2\text{O}$ ]		Skład fazy stałej
	$\text{KNO}_3$	$\text{K}_2\text{SO}_4$	
25	0,0	12,1	$\text{K}_2\text{SO}_4$
	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	$\text{KNO}_3$
	37,3	0,0	"
50	0,0	16,5	$\text{K}_2\text{SO}_4$
	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	$\text{KNO}_3$
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 $\text{H}_2\text{O}$ ]		Skład fazy stałej
	$\text{KH}_2\text{PO}_4$	$\text{K}_2\text{SO}_4$	
10	0,0	9,2	$\text{K}_2\text{SO}_4$
	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	$\text{KH}_2\text{PO}_4$
	17,5	0,0	"
20	0,0	10,9	$\text{K}_2\text{SO}_4$
	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	$\text{KH}_2\text{PO}_4$
	21,1	3,0	"
21,7	0,0	"	
30	0,0	12,9	$\text{K}_2\text{SO}_4$
	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	$\text{KH}_2\text{PO}_4$
	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 $\text{H}_2\text{O}$ ]		Skład fazy stałej
	KCl	$\text{K}_2\text{CO}_3$	
30	0,0	114,1	$\text{K}_2\text{CO}_3$
	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	$\text{K}_2\text{CO}_3$
	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	$\text{KCl} + \text{K}_2\text{CO}_3$