

7.10.22

15 група

Основи техніки лабораторних робіт

Тема: Кристалізація.

Кристалізація -* один з найважливіших методів очищення твердих речовин. Порівняно з іншими метод більш універсальний, нетрудомісткий, забезпечує високий рівень очищення, хоча інколи спостерігаються значні втрати продукту, який очищається. «Очищення за допомогою кристалізації ґрунтується на різній розчинності основної речовини та забруднювальних домішок у відповідному розчиннику або в суміші розчинників і включає такі етапи: приготування розчину, фільтрація гарячого розчину, охолодження розчину, кристалізація, відокремлення кристалів від маточного розчину, видалення слідів розчинника? Часто перед фільтруванням гарячий розчин обробляють активованим вугіллем для знебарвлення і видалення колоїдних суспензій.

У деяких випадках необхідне очищення твердої речовини досягається лише завдяки багаторазовій кристалізації.

ДРОБНА КРИСТАЛІЗАЦІЯ ТА ПРИГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ ДЛЯ НЕЇ

Якщо в розчині міститься не одна, а кілька різних речовин, то вони можуть бути розділені за допомогою так званої дробної кристалізації. Можливість такого розподілу пояснюється неоднаковою розчинністю речовин при різних температурах. При певній температурі розчин буде насиченим по відношенню до однієї і ненасиченим - до іншої речовини. При охолодженні перша речовина буде випадати в осад, друга - повністю міститися в розчині. Для дробної кристалізації використовують такі методи: повільне випаровування розчинника, постійне додавання розчинника, в якому один з компонентів суміші нерозчинний, і ступінчасте охолодження.

- Для повільного випаровування розчинника стакан з розчином, накритий годинниковим склом, залишають при кімнатній температурі або поміщають у вакуумний ексікатор над поглиначем, здатним поглинати пари даного розчинника. Періодично, у міру виділення однорідних за

"зовнішнім виглядом кристалів, маточний розчин переносять в інший стакан і продовжують дробну кристалізацію.

При поступовому додаванні розріджувача після видалення кожної партії кристалу маточний розчин нагрівають і охолоджують для кристалізації нової порції речовини.

Ця процедура повторюється доти, поки вся тверда речовина не буде виділена у вигляді кількох порцій кристалів.

Для дробної кристалізації ступінчастим охолодженням

застосовують розчинники з низькою (до -78°C) температурою замерзання (метиловий та етиловий спирти, ацетон, діетиловий ефір та ін.). Завдяки охолодженню до 0°C виділяють першу порцію кристалів, після чого маточний розчин можна охолоджувати до більш низької

температури (-20, -40°C) і остаточно до -78°C. Кожну порцію кристалів збирають і аналізують окремо, після чого проводять їх перекристалізацію з відповідного розчинника.

Повторні кристалізації проводять до того часу, поки не отримають чисті речовини з постійною температурою

плавлення.

- [Для приготування розчину для кристалізації необхідну кількість подрібненої твердої речовини поміщають у колбу, обладнану зворотним холодильником. В колбу вводять

скляні капіляри, які досягають запаяним кінцем середини шийки колби. Потім вливають розчинник і нагрівають суміш до кипіння в бані. Киплячий розчин повинен бути прозорим. Якщо речовина повністю не розчиняється, то припиняють нагрівання і додають через холодильник нову

порцію розчинника. При необхідності (якщо, наприклад, розчинення проходить дуже повільно і продукт лежить на дні) через холодильник пропускають вал мішалки, який обертає електромотор. Вміст колби потрібно перемішувати до того часу, поки розчинник не закипить.

„Для розчинення речовин у воді можна використовувати хімічні стакани або конічні колби, які нагріваються безпо-середньо на плитці. (Для запобігання прилипанню і приго-ранню продукту до дна стакана рекомендується спочатку довести майже до кипіння воду в стакані чи колбі, потім обережно додати речовину невеликими порціями при пере-мішуванні до того часу, поки частина останньої порції не буде розчинятись. Далі доливають невеликий об'єм води

до повного розчинення залишка.

Якщо в розчині є каламуть, його потрібно профільтру-вати у гарячому стані. Для того, щоб не було кристалізації речовини на фільтрі внаслідок часткового випаровування води, перед фільтруванням насичений розчин розбавляють невеликим об'ємом гарячої води.

2 Якщо в подальшому застосовують адсорбент, то від-фільтровувати нерозчинені домішки не потрібно.

Для очищення розчину від забарвлених домішок до ньо-го додають 1-2 % активованого вугілля типу ОУ-3 та ки-п'ятять суміш 10-15 хв із зворотним холодильником. Пе-ред додаванням вугілля розчин потрібно охолодити, оскільки адсорбент може викликати вибухонебезпечне ки-піння. Адсорбційна здатність активованого вугілля змен-шується в ряду розчинників: вода - етиловий спирт = ме-

тиловий спирт - оцтова кислота - - ацетон - хлороформ.

Гарячий розчин фільтрують через лійку для гарячого фільтрування з всмоктуванням. Роблять це по можливості • швидко, щоб речовина не кристалізувалася на фільтрі. При роботі з легколеткими розчинниками фільтрування з від-смоктуванням призводить до випаровування розчинника і кристалізації речовини на фільтрі. В цих випадках можна фільтрувати, через лійку для гарячого фільтрування без відсмоктування. Для зменшення випаровування розчинни-ка лійку накривають годинниковим склом.

ОХОЛОДЖЕННЯ ПРИ КРИСТАЛІЗАН

в Для кристалізації розчин повільно охолоджують у спокій-ному стані, запобігаючи забрудненню його пилом.

• Надто швидке охолодження шкодить очищенню, оскільки при цьому утворюються дрібні кристали, які мають розвинуту поверхню і в більшій мірі адсорбують домішки. -Тому гарячий розчин не потрібно зразу охолоджувати водопровідною водою. Посуд, де відбувається кристалізація, охолоджують поступово у водяній гарячій бані і тільки після того, як температура розчину досягне кімнатної, його охолоджують холодною проточною водою. Охолодження розчину у спокійному стані, без перемішування призводить до утворення більших кристалів: Проте багато кристалів при спокійній кристалізації виділяються в основному на стінках або дні кристалізатора, утворюючи друзи (зрост-ки). Такі кристали містять включення маточного розчину, які важко відмиваються. Сприятливі умови для правильного росту кристалів виникають при постійному перемішуванні вмісту кристалізатора, при умові його повільного охолодження протягом 30--40 хв і лише потім відфільтро-

вують утворені кристали.

• Особливої пильності вимагає робота з речовинами, які можуть утворювати пересичені розчини, наприклад органічні сполуки. При охолодженні розчинів таких речовин кристали довго не виділяються внаслідок відсутності центрів кристалізації. Деякі сполуки при відсутності центрів кристалізації виділяються з розчинів у вигляді масла. Очищення речовини при цьому, як правило, не відбувається. навіть тоді, коли масло при дальшому зниженні температури твердне. В таких випадках потрібно проводити стимулювання кристалізації. Один із способів «введення затравки» - це внесення в охолоджуванний насичений розчин

кількох чистих кристалів підданої перекристалізації речовини. Кристалізацію викликає також інтенсивне тертя склянкою паличкою по внутрішніх стінках кристалізатора.

Перед початком кристалізації посуд старанно ізолюють, щоб не допустити передчасного охолодження розчину.

ВІДОКРЕМЛЕННЯ КРИСТАЛІВ

Кристали, які випадають, відокремлюють від маточного

•розчину фільтруванням під вакуумом: старанно віджимають на лійці плоским боком скляної пробки та промивають невеликим об'ємом чистого холодного розчинника, не змішуючи промивну рідину з маточним розчином.

Кристали висипають на фільтрувальний папір, зверху закривають іншим листом фільтрувального паперу і сушать на повітрі. Речовини, які розплавляються у повітрі, швидко віджимають на пористій глиняній тарілці, перекладають у бюкси і сушать в ексікаторі.

Маточний розчин не потрібно виливати, з нього вдається часто виділити додаткову порцію кристалів. З цією метою застосовують сильніше охолодження або випарюють частину розчинника і повторюють кристалізацію. Упарювання проводять на установці для сублімації рідин під вакуумом-або на ротаційному випарнику. Продукт, який виділяється додатково, як правило, менш чистий і його не слід змішувати з основним продуктом.

УПАРЮВАННЯ МАТОЧНИХ РОЗЧИНІВ

Кристалізація може проходити не лише при охолодженні гарячого насиченого розчину, вона відбувається також при випаровуванні частини розчинника з насиченого розчину при постійній температурі. Упарювання в даному випадку проводять не при нагріванні, а при нормальній «температурі або при охолодженні. Необхідна умова отримання чистих кристалів -

безперервне перемішування під час випаровування. Особливо зручним для цієї мети є ротаційний

випарник.

Періодично відфільтровуючи випадючі кристали і повторюючи упарювання маточного розчину, можна отримати різні фракції продукту, проте наступні фракції кристалів менш чисті

Д\З Опрацювати тему, зробити конспект.