4.02.26.

45 група

Процеси випарювання та упарювання.

Тема: Охолодження при кристалізації

ОХОЛОДЖЕННЯ ПРИ КРИСТАЛІЗАЦИ

. • Для кристалізації розчин повільно охолоджують у спокійному стані, запобігаючи забрудненню його пилом.

, Надто швидке охолодження шкодить очищенню, оскільки при цьому утворюються дрібні кристали, які мають розвинуту поверхню і в му 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 (зростки). 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 відфільтровують 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 охолоджуваний насичений розчин

кількох чистих кристалів підданої перекристалізації речовини. Кристалізацію викликає також інтенсивне тертя скляною 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 розпливаються у повітрі, швидко віджимають на пористій глиняній тарілці, перекладають у бюкси і сушать в ексикаторі.

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

Д\З Опрацювати тему.