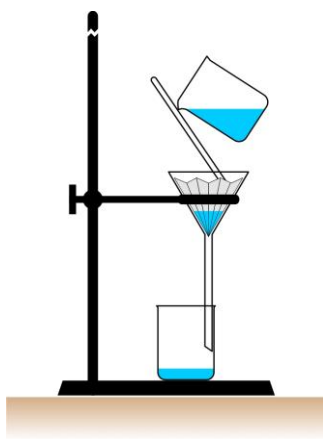


Rekryštalizácia pentahydrátu síranu meďnatého – Postup práce

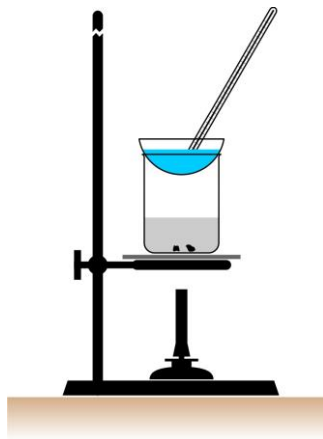
Pri rekryštalizácii látok z vody môžeme použiť kadičku, v prípade rekryštalizácie z väčšiny iných rozpúšťadiel (prchavých, toxických, ...) sa používa varná banka so spätným chladičom. Pri rekryštalizácii postupujeme tak, že látku, ktorú treba rekryštalizovať rozpustíme za horúca vo vhodnom rozpúšťadle a roztok prefiltrujeme, čím ho zbavíme tuhých nerozpustených nečistôt. Rozpustené nečistoty odstránime podľa možnosti chemicky, napr. vyzrážaním. Farebné prímesi (napr. organické farbivá) sa odstránia z roztoku pridaním povrchovo aktívnych látok, na ktoré sa farbivá adsorbujú. Najčastejšie sa používa aktívne uhlie, ktoré sa pridáva do horúceho roztoku, roztok sa pomieša alebo krátko povarí a uhlie sa odfiltruje. Filtrát zbavený nečistôt sa zahusť na vodnom kúpeli, potom sa preleje do kryštalizačnej misky a nechá sa vychladnúť. Po odfiltrovaní a vysušení vzniknutých kryštálov sa získa rekryštalizovaná látka.

Neizotermická kryštalizácia (zvýraznené sú **základné pojmy**, **laboratórne vybavenie** a **laboratórne operácie**.)

- Zostavíme aparatúru na **filtráciu pri normálnom tlaku** (obr. 1) a pripravíme **skladaný (francúzsky) filter**.
- **Filtračný lievik dáme zohriať do sušiarne** vyhriatej na teplotu aspoň 100 °C.
- Na **predvažovacích váhach odvážime** potrebné množstvo znečisteného pentahydrátu síranu meďnatého.
- Do kadičky **odmeriame odmerným valcom** potrebný objem destilovanej vody.
- Vodu **zohrejeme** na teplotu aspoň o 10 °C vyššiu ako je teplota **nasýteného roztoku**, ktorý chceme pripraviť a za ustavičného **miešania sklenou tyčinkou** v nej **rozpustíme** znečistenú kryštalickú látku. **Miešame opatrne**, lebo piesok na dne **kadičky** môže poškríabať sklo. Vzniknutý **roztok** znova **zohrejeme** nad **teplotu nasýtenia**. Ešte horúci **roztok prefiltrujeme** po dávkach cez **skladaný filter** vo vopred zohriatom **lieviku** do **odparovacej misky**. Jednotlivé podiely znova zohriateho **roztoku** nalejeme na **filter** až po **prefiltrovaní** predchádzajúceho podielu.
- Po **prefiltrovaní** celého **roztoku** preniesime **filtračný lievik s filtrom** nad **kadičku**, z ktorej sme vylievali **roztok** na **filter**, **filter** prepichnete **sklenou tyčinkou** a piesok z filtra opatrne **spláchneme striekačkou** (tzv. **stričkou**) späť do **kadičky**. V **kadičke** totiž mohlo zostať nejaké množstvo piesku. Spojené podiely piesku niekoľkokrát **preperieme** destilovanou vodou, kým v **kadičke** nie je čistá voda. Opatrne vylejeme všetku vodu (nie piesok!) do **výlevky**. **Kadičku** jemne zatrasíme, aby sme piesok rozptýlil po celom dne, a dáme vysušiť do **sušiarne**.
- **Odparovacia misku s roztokom** síranu meďnatého **zohrievame** na **vodnom kúpeli** (obr. 2), kým sa nevytvorí tzv. kryštalizačná blana. Vtedy aparatúru prestaneme **ohrievať**, **zmeráme (a zapíšeme!) teplotu roztoku** v **odparovacej miske** a **roztok** z **odparovacej misky** prelejeme do **kryštalizačnej misky**. Tú potom umiestnime na chladnom mieste, kde z nej postupne **neizotermicky vykryštalizuje** pentahydrát síranu meďnatého (obr. 3).
- Zostavíme aparatúru na **filtráciu pri zníženom tlaku** (obr. 4). Vylúčené kryštály **prenesieme** do **Büchnerovho lievika**, kde **odsajeme** prebytočný **roztok** (tzv. **filtrát**). Ak namiesto **vodnej vývevy** použijeme **vákuovú pumpu**, musíme medzi **odsávaciu banku** a **pumpu** zaradiť aj **poistnú nádobu** (obr. 4).
- Vlhké kryštály z **filtra** (tzv. **filtračný zvyšok**) opatrne **vysypeme** na kúsok **filtračného papiera** a druhým kúskom **filtračného papiera** opatrne, tlakom dlane, **vysajeme** zvyšky vlhkosti. **Produkt** necháme **dosušiť** voľným stáťím na vzduchu.
- Suchý **rekryštalizovaný produkt** **odvážime** a vypočítame **teoretický a praktický výťažok**.



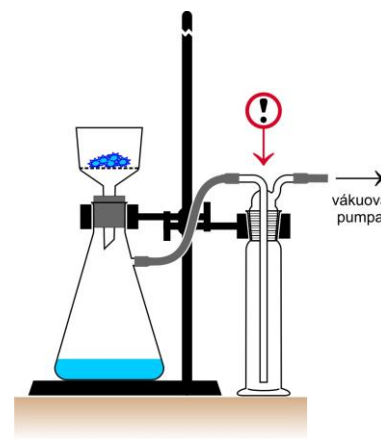
Obr. 1
Filtrácia
pri normálnom tlaku



Obr. 2
Vodný kúpeľ
(odparovanie)



Obr. 3
Kryštalizácia
(chladnutie)



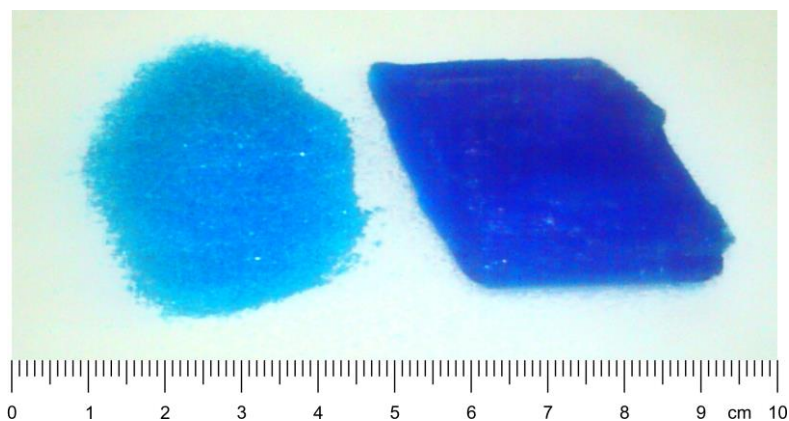
Obr. 4
Filtrácia
pri zníženom tlaku

★ Poznámka

Aj keď teplotu nasýteného roztoku na vodnom kúpeli dokážeme odmerať presne, odhadnúť správne moment nasýtenia roztoku nie je vôbec ľahké. Je to otázka subjektívneho pocitu a správne to dokáže len skúsený chemik. Práve tu preto dochádza k najväčším nepresnostiam pri zisťovaní hmotnostného zlomku nasýteného roztoku. Zloženie nasýteného roztoku (potrebné do výpočtu) je však možné zistiť aj tak, že použitú kryštalizačnú misku najprv odvážime prázdnu a potom s ochladeným nasýteným roztokom, tesne pred odsávaním na Büchnerovom lieviku. Z rozdielu týchto dvoch hmotností zistíme hmotnosť nasýteného roztoku a zo známeho množstva použitého pentahydrátu síranu meďnatého (bez hmotnosti piesku) nakoniec vypočítame presnú hodnotu hmotnostného zlomku síranu meďnatého v nasýtenom roztoku pred filtráciou. Takto získaný hmotnostný zlomok potom porovnáme s menej presným hmotnostným zlomkom odčítaným z krivky rozpustnosti pre nameranú teplotu nasýteného roztoku.

Izotermická kryštalizácia

Filtrát, ktorý získame po odfiltrovaní kryštálov, nalejeme do čistej kryštalizačnej misky, prikryjeme filtračným papierom s malými otvormi a necháme voľne kryštalizovať pri laboratórnej teplote (tj. izotermicky) do nasledujúceho laboratórneho cvičenia. Porovnáme veľkosť kryštálov získaných neizotermickou a izotermickou kryštalizáciou (obr. 5).



Obr. 5 Porovnanie veľkosti kryštálov získaných neizotermickou (vľavo) a izotermickou (vpravo) kryštalizáciou.

Úloha

- Vysvetlite význam podfarbených pojmov v postupe práce.

https://anorganika.online/semester/labaky_pojmy.pdf