

6.

KRYSTALIZACE

Forma provedení na ZŠ: D, Ž

Časová náročnost: 20 min až 1 týden

Vysvětlivky:

D – demonstrační pokus, Ž – žákovský pokus

Princip:

Jedná se o důležitou metodu čištění pevných látek založenou na schopnosti mnohých pevných látek vylučovat se z roztoku v pravidelných útvarech omezených rovny a hladkými plochami – v krystalech.

Provádí se tak, že vhodné rozpouštědlo se za varu nasatí surovým produktem a za horka se odfiltrují nerozpuštěné podíly a filtrát se ochladí. Látka vykristalizuje čistší. Jestliže látka již byla v krystalickém stavu, nazývá se takový pochod čištění překristalizováním – rekrystalizací. Neznáme-li druh a množství rozpouštědla vhodného pro krystalizaci, provádíme nejprve orientační zkoušky s malým množstvím látek ve zkumavce. Rozpouštědlo nesmí způsobit chemickou přeměnu rozpouštěné látky. Někdy mohou být vhodné i kombinace rozpouštědel (voda + alkohol, voda + dioxin, chloroform + petrolether aj.). Jejich poměr musíme určit orientační zkouškou.

ZPŮSOBY PROVÁDĚNÍ KRYSTALIZACE:

Krystalizaci provádíme ochlazením roztoku, odpařením rozpouštědla, přidáním další látky, příp. kombinací těchto tří uvedených způsobů.

A. Krystalizace odpařením rozpouštědla:

Neprobíhá-li po ochlazení roztoku krystalizace, pak je roztok příliš zředěný a je nutno provést odpaření nebo oddestilování části rozpouštědla, čímž dojde k zahuštění roztoku. Předtím musí být roztok zbaven všech mechanických nečistot. Odpařování provádíme v krystalizační misce nebo odpařovací misce. Snadno těkavá rozpouštědla (ether, benzen, petrolether aj.) odpařujeme v digestoři za vyloučení otevřeného plamene.

Pro vodné roztoky můžeme k odpařování použít vodní lázeň nebo přímé zahřívání. Tento způsob je využíván pro odpařování nehořlavých látek. Při větším množství rozpouštědla je rychlejší oddestilování rozpouštědla než odpaření a přitom je možné rozpouštědlo znovu použít.

B. Krystalizace za horka nasycených roztoků:

Ochlazení za horka nasyceného roztoku se provádí dvojím způsobem: rychlým ochlazením – **rušená krystalizace**, pomalým ochlazováním při laboratorní teplotě – **krystalizace volným chladnutím**.

Některé látky mají sklon k vytváření přesycených (přechlazených) roztoků. V těchto případech vyvoláváme krystalizaci **vhozením nebo zavěšením krystalku do roztoku – očkováním**.

C. Krystalizace přidáním další látky:

Krystalizaci můžeme vyvolat i přidáním jiného rozpouštědla, ve kterém je látka nerozpustná nebo velmi málo rozpustná.

Rychlost krystalizace je často velmi malá. V některých případech se tvoří krystaly už za několik minut, jindy až po týdnech stání. Proto krystalizační loup příliš brzy nevytléváme.

Pomůcky: 4x kádinka (200 cm³), kuželová baňka (150 cm³), tyčinka, plynový kahan, stojan, odpařovací miska, hodinové sklo k zakrytí, keramická síťka, trojnožka, 2x krystalizační miska popř. skleněná Petriho miska, odsávací baňka, Büchnerova nálevka, filtrační papír, vodní vývěva

Chemikálie: destilovaná voda, pentahydrát síranu měďnatého CuSO₄ · 5H₂O

Pracovní postup:**A) KRYSTALIZACE ODPAŘENÍM**

1. Příprava nasyceného roztoku pentahydrátu síranu měďnatého CuSO₄ · H₂O.

V kádince zahřejeme 100 cm³ vody na teplotu 60 °C. Za stálého míchání tyčinkou přidáváme po částech skalici modrou tak dlouho, až vznikne nasycený roztok a část tuhé látky zůstane na dně nerozpuštěna. Roztok přefiltrujeme na Büchnerově nálevce a filtrát rozdělíme na tři části.

2. První část (10 cm³) nalijeme do odpařovací misky a zahříváme na keramické síťce tak dlouho, dokud se neodpaří veškeré rozpouštědlo.

B) KRYSTALIZACE OCHLAZENÍM

1. Krystalizace volným chladnutím.

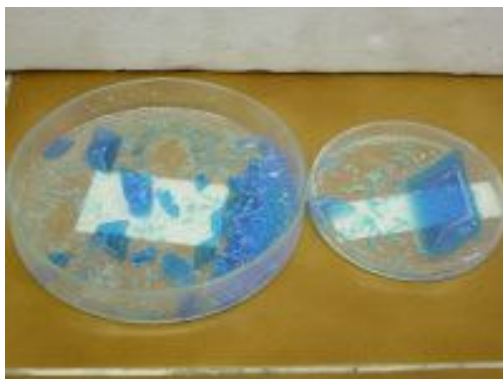
Druhou část (45 cm³) nalijeme do krystalizační misky, přikryjeme sklem a necháme zvolna chladnout.

2. Krystalizace rušená.

Třetí část (45 cm³) nalijeme do kuželové baňky, kterou chladíme proudem studené vody za neustálého protřepávání obsahu baňky. Zchladlý roztok s vyloučenými krystaly odlijeme do jiné krystalizační misky.

Krystaly získané posledními dvěma způsoby oddělíme od roztoku filtrací na Büchnerově nálevce (za sníženého tlaku). Čisté krystaly necháme vyschnout na filtračním papíře a srovnáme jejich vzhled v závislosti na použitém způsobu krystalizace.

Obrázek:



Krystalizace za pozvolného chladnutí.



Krystalizace za prudkého ochlazení a míchání.

Otázky a úkoly:

Vysvětlete, proč jsou krystaly za prudkého chlazení menší než krystaly, které vznikají při pozvolném chladnutí.