

3. týden

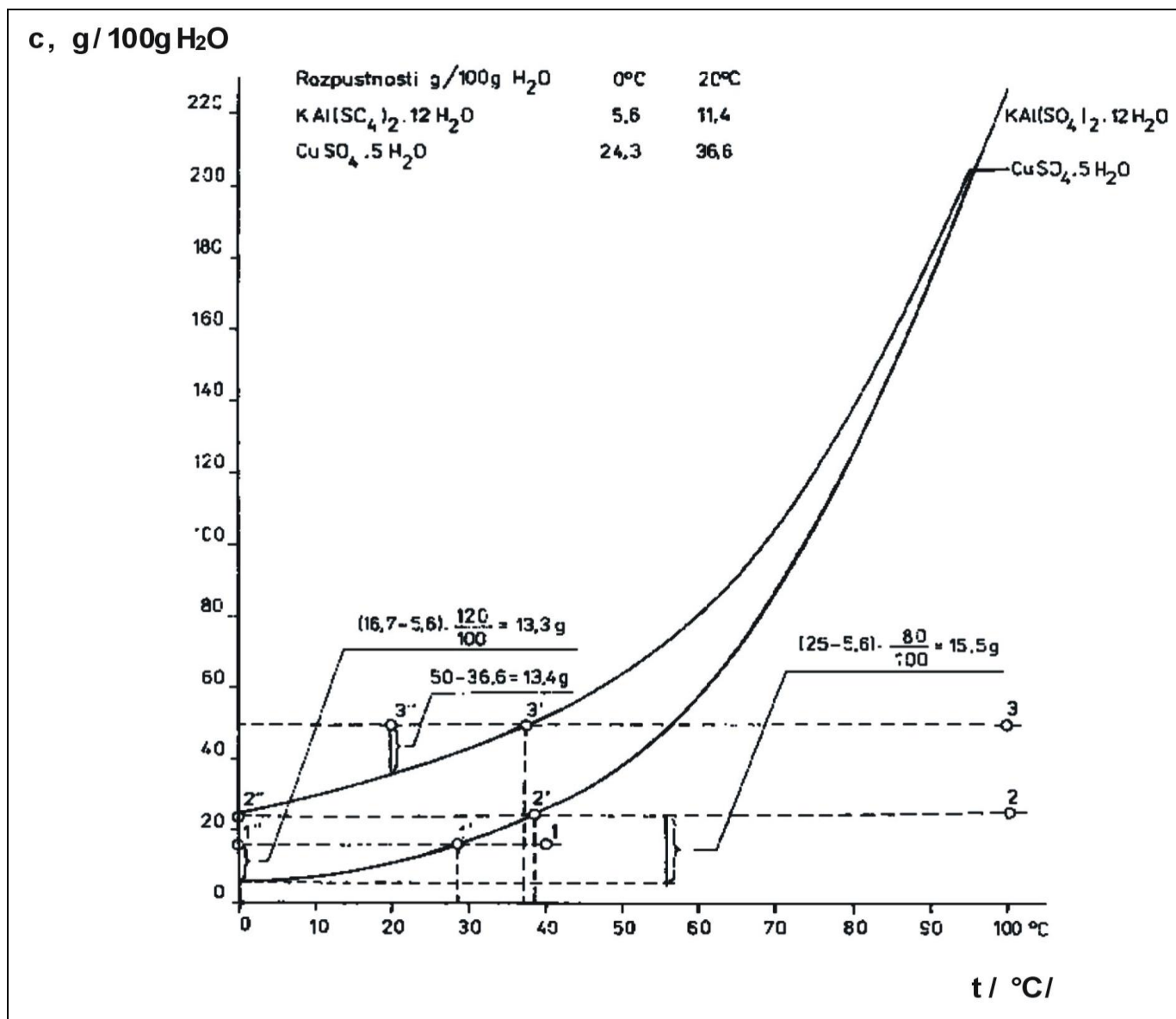
DĚLENÍ SMĚSI $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O} + \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} + \text{Cr}_2\text{O}_3$

Úvod

Rozpustnost tuhých látek v jednotlivých druzích rozpouštědel je různá. Některé sloučeniny jsou prakticky nerozpustné ve všech známých rozpouštědlech, jiné se naopak dobře rozpouštějí v jednom nebo i ve více rozpouštědlech. Iontové sloučeniny jsou velmi často dobře rozpustné ve vodě a jiných polárních rozpouštědlech, kdežto organické nepolární sloučeniny jsou naopak rozpustné v nepolárních rozpouštědlech a nerozpustné ve vodě.

Rozpustnost určité látky je často velmi závislá na teplotě rozpouštědla. U většiny tuhých látek se rozpustnost v daném rozpouštědle zvyšuje se vzrůstající teplotou rozpouštědla a naopak u malého množství látek, např. $\text{Ca}(\text{OH})_2$ rozpustnost se vzrůstající teplotou rozpouštědla klesá. Existují i látky (např. NaCl) jejichž rozpustnost je prakticky nezávislá na teplotě rozpouštědla.

Různé rozpustnosti látek lze využít pro jejich izolaci ze směsi tzv. frakční krystalizací. Z křivek rozpustnosti $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (kamenec draselno-hlinitý) a $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (modrá skalice) na obr 1 je patrné, že z roztoku 20,0 g $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ a 20,0 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ve 120 cm³ vody ohřáté na 40 °C (to odpovídá 16,7 g obou látek ve 100 g vody - bod 1) se po ochlazení na teplotu 28 °C (bod 1') začne vylučovat $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ a po ochlazení na teplotu 0 °C (bod 1'') se vyloučí $(16,7 - 5,6) \cdot 120/100 = 13,3$ g dodekahydrátu síranu draselno-hlinitého. $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ se z roztoku vylučovat nebude.



Obr. 1 Teplotní závislost rozpustnosti $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ a $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ve vodě

Zahustíme-li uvedený roztok na objem 80 cm³ (předpokládáme, že množství vody v tomto roztoku je 80 g), což odpovídá 25,0 g KAl(SO₄)₂·12H₂O a 25,0 g CuSO₄·5H₂O v 100 g vody (bod 2) a budeme-li tento zahuštěný roztok ochlazovat, začne se vylučovat KAl(SO₄)₂·12H₂O při teplotě 38 °C (bod 2') a při 0 °C (bod 2'') se z roztoku vyloučí (25 - 5,6) · 80/100 = 15,5 g KAl(SO₄)₂·12H₂O. 4,5 g této soli zůstane rozpuštěno v roztoku. CuSO₄·5H₂O se nebude z roztoku vylučovat buď vůbec, nebo jen v minimální míře, protože v 80 g H₂O se při teplotě 0 °C rozpustí 19,4 g CuSO₄·5H₂O.

Zahuštěním filtrátu po KAl(SO₄)₂·12H₂O na objem 40 cm³ (to odpovídá roztoku 50,0 g CuSO₄·5H₂O ve 100 g vody - bod 3) a jeho ochlazením na teplotu 20 °C (bod 3'') se z roztoku vyloučí (50 - 36,6) · 40/100 = 5,4 g CuSO₄·5H₂O. KAl(SO₄)₂·12H₂O, který je v roztoku obsažen, se nebude z roztoku vylučovat, protože při 20 °C se ve 40 g vody rozpustí 4,6 g KAl(SO₄)₂·12H₂O.

Úkoly

1. Připravte směs tří látek o rozdílné rozpustnosti.
2. Proveďte jejich rozdělení.
3. Stanovte výtěžky jednotlivých separací a porovnejte je s teoretickými hodnotami.
4. V literatuře vyhledejte pro teploty 0, 20, 60 a 100 °C rozpustnosti (g látky/100 g H₂O) všech tří látek.

Pracovní postup

- Navážky 20,00 g CuSO₄·5H₂O a 20,00 g KAl(SO₄)₂·12H₂O rozpustíme ve 120 cm³ vody ohřáté na teplotu 60 - 70 °C ve 400cm³ kádince. Do vzniklého **roztoku** nasypeme ještě 5,00 g Cr₂O₃ a vzniklou směs promícháme. Aparatura pro zahřívání obr. 2.
- Cr₂O₃, který je ve vodě nerozpustný, odfiltrujeme za horka na Büchnerově nálevce. Po odpojení odsávací baňky od centrálního zdroje vakua (vývěvy) nalijeme **čirý** filtrát do čisté kádinky o obsahu 250 cm³. Teprve pak promýváme Cr₂O₃ na filtru destilovanou vodou tak dlouho, dokud není filtrát prostý aniontů (SO₄)²⁻ (provedeme zkoušku na sírany - k několika kapkám filtrátu přidáme ve zkumavce několik kapek 5% roztoku BaCl₂ a pozorujeme, zdali nevzniká sraženina BaSO₄). Promytý a dokonale odsátý Cr₂O₃ promyjeme 10 cm³ ethanolu, alkohol odsajeme a preparát vysušíme v sušárně při teplotě 100 °C.
- Do filtrátu po Cr₂O₃, který obsahuje KAl(SO₄)₂·12H₂O a CuSO₄·5H₂O vhodíme varný kamínek a zahříváním zahustíme roztok na objem asi 80 cm³ (objem odhadneme pomocí měřítka na kádince). Ve studené vodě a poté v ledové lázni ochladíme filtrát na teplotu 2 - 3 °C a při této teplotě směs v kádince mícháme 3 - 5 minut tyčinkou.
- Vyloučené krystaly KAl(SO₄)₂·12H₂O odfiltrujeme na fritě a pomocí vhodného nástroje (tyčinky s ploškou, zátky) vymačkáme z krystalů při nepřerušném odsávání veškerý matečný louh. Odpojíme odsávací baňku od vývěvy a filtrát, který vedle menšího množství KAl(SO₄)₂·12H₂O obsahuje CuSO₄·5H₂O, nalijeme do čisté kádinky o objemu 150 cm³. Krystaly KAl(SO₄)₂·12H₂O převrstvíme na fritě při odpojené vývěvě minimálním množstvím ledové (0 - 2 °C) vody tak, aby všechny krystaly byly pod vodou. Směs na fritě promícháme tyčinkou a vzniklý roztok, po připojení centrálního zdroje vakua na odsávací baňku, odsajeme. Tímto způsobem odstraníme z krystalů KAl(SO₄)₂·12H₂O zbytky matečného louhu. Promývání provádíme rychle minimálním množstvím vody. Za nepřerušného odsávání vymačkáme z krystalů KAl(SO₄)₂·12H₂O pomocí tyčinky s ploškou zbytky roztoku. Odpojíme vývěvu, krystaly na fritě promícháme s 20 cm³ ethanolu a ethanol pak odsajeme. KAl(SO₄)₂·12H₂O sušíme ve slabé vrstvě na filtračním papíře při laboratorní teplotě, protože při vyšší teplotě by docházelo k částečné ztrátě hydrátové vody.
- Do filtrátu po KAl(SO₄)₂·12H₂O vhodíme varný kamínek a roztok dále zahustíme na objem asi 40 cm³. Zahuštěný roztok ochladíme za současného intenzivního míchání na teplotu 20 °C a vyloučený CuSO₄·5H₂O odfiltrujeme na fritě. Filtrát nalijeme do odpadní nádoby označené "Odpad - roztok CuSO₄ " a **poté teprve promyjeme** krystaly CuSO₄·5H₂O na fritě ethanolem (**CuSO₄·5H₂O nepromývejte vodou**). Po dokonalém odsátí vysušíme krystaly CuSO₄·5H₂O rovněž při laboratorní teplotě rozložené ve slabé vrstvě na filtračním papíře.
- Všechny tři izolované sloučeniny po vysušení zvážíme na předvážkách a výtěžky uvedeme v protokolu do tabulky 1.

TEORETICKÁ PŘÍPRAVA

SKRIPTA: Příhoda, Černík, Janků, Literák, LABORATORNÍ TECHNIKA, Brno 2012.

- Kapitola 5 Základní operace v laboratoři – zahřívání, chlazení
- Kapitola 6 Základní laboratorní techniky – krystalizace, filtrace, odsávání, dekantace.

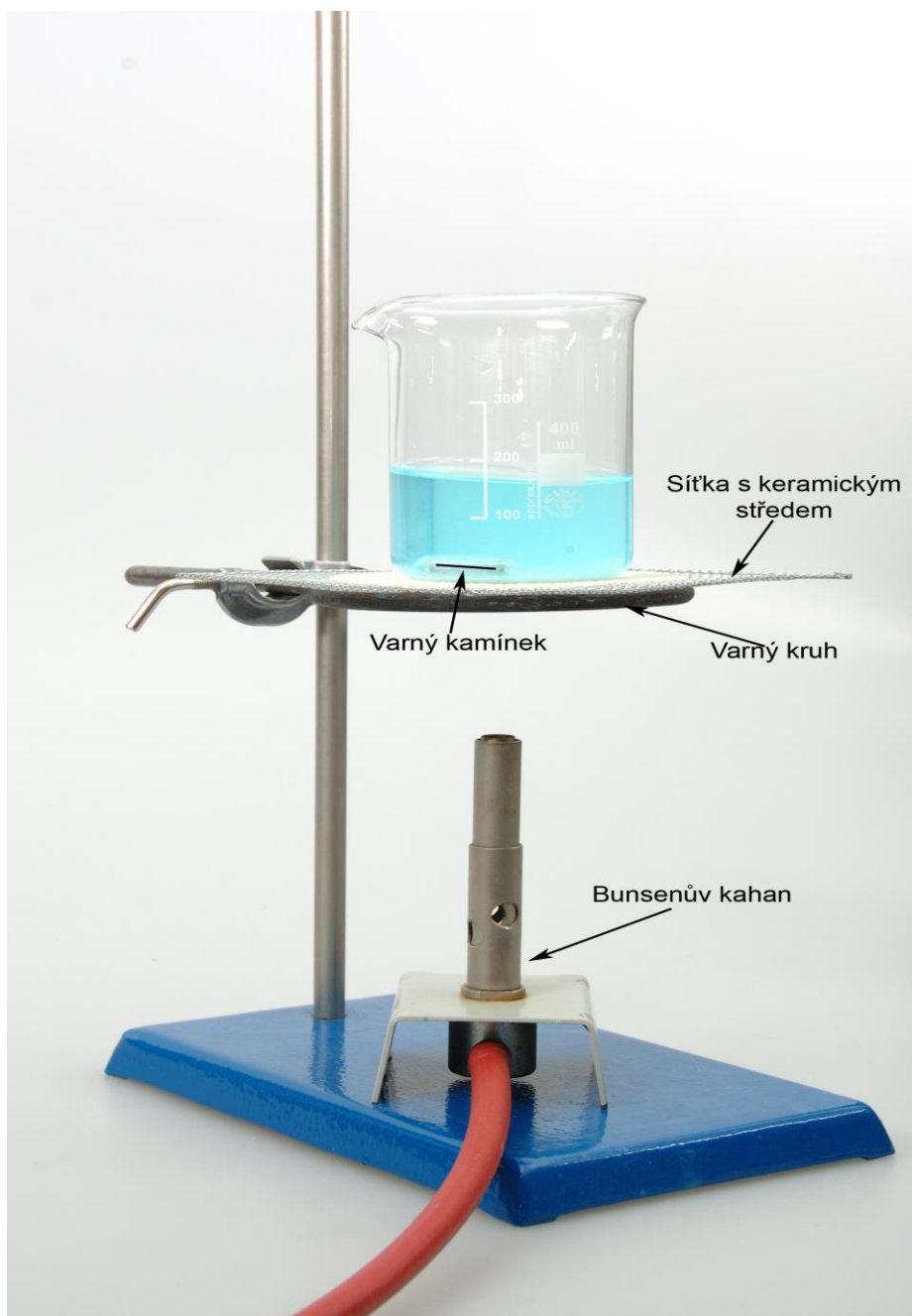
Tabulka 1: Navážky a výtěžky získaných látek

Navážka (g)			Hmotnost izolovaných sloučenin					
Cr ₂ O ₃	KAl(SO ₄) ₂ ·12H ₂ O	CuSO ₄ ·5H ₂ O	Cr ₂ O ₃		KAl(SO ₄) ₂ ·12H ₂ O		CuSO ₄ ·5H ₂ O	
			(g)	(%)	(g)	(%)	(g)	(%)
		Max. teoretické množství						
		Skutečný výtěžek						

Poznámka:

% max. teoretického množství = poměr max. teoretické množství a navážky

% skutečného výtěžku = poměr skutečného výtěžku a max. teoretické množství



Aparatura pro zahřívání vodných roztoků

Obr. 2 Dělení směsi