

T É M A: DĚLÍCÍ METODY - FILTRACE A KRYSTALIZACE

Vypracoval/a:

Třída:

Spolupracoval/a:

Datum:

ANOTACE:

Laboratorní práce se týká dvou základních metod dělení směsí – **filtrace a krystalizace**. Teoretický úvod je věnován různým typům filtrace a krystalizace, jejich popisu, uspořádání a použití. V praktické části jsou využity dvě z metod filtrace, jeden z postupů je doplněn o následnou krystalizaci.

TEORIE:

Separační metody.

Látky lze ze směsi na základě odlišnosti jejich vlastností od sebe oddělit (separovat). K tomu používáme různé dělicí (separační metody). K základním dělicím metodám patří filtrace, odpařování, destilace, krystalizace, sublimace, sedimentace, extrakce.

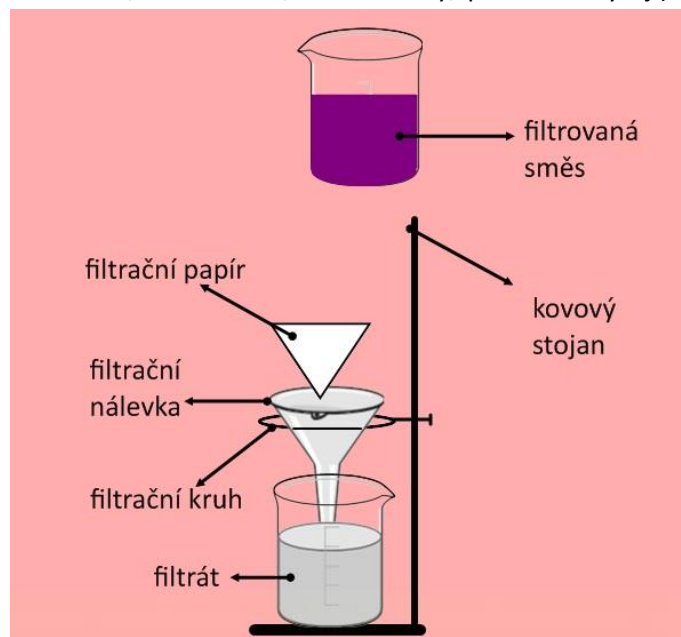
Dělicí metoda	Vlastnost, kterou se liší složky směsi
Filtrace	Velikost částic látky
Krystalizace	Rozpustnost v určitém rozpouštědle
Odpařování, destilace	Bod varu
Sublimace	Přechod z pevného do kapalného skupenství
Extrakce	Rozpustnost v rozpouštědle
Sedimentace	Hustota
Chromatografie	Adsorpce

Tabulka 1: Přehled základních dělicích metod

Výběr separační metody ovlivňuje např. počet a skupenství složek směsi, vlastnosti složek směsi, požadovaná čistota produktů, ale i zařízení, které máme k dispozici. Při dělení směsí o více složkách často nevystačíme pouze s jednou metodou, musíme použít více různých postupů. V praxi se tyto metody používají často na začátku analýzy – k izolaci nebo úpravě látky před jejím stanovením.

Filtrace je dělicí metoda založená na rozdílné velikosti částic složek dělené směsi. Používá se pro dělení heterogenních směsí, ve kterých je jedna z látek pevná. Tato se zachytí na filtru (její částice mají větší průměr než otvory ve filtru), kdežto kapalná (případně plynná) fáze filtrem prochází. Jako filtr se používá pórovitých materiálů (filtrační papíry s různou velikostí pórů, pórovitá skleněná nebo porcelánová frit, skelná vata, textilní filtry, pístové filtry aj.). Filtrace se provádí různými způsoby – podle typu látky, kterou filtrujeme nebo podle použití filtrátu. Nejčastějším (a také nejjednodušším) provedením je prostá filtrace. Základem aparatury je papírový filtr, který vkládáme do filtrační nálevky a přes který přetéká filtrovaná směs. Látka, která proteče přes filtr, se nazývá filtrát. Při sestavování filtrační aparatury dodržujeme určitá pravidla:

- Stonek filtrační nálevky je opřen delší stranou o stěnu nádoby (kádinky), do které jímáme filtrát
- Filtrační papír před vložením do nálevky ovlhčíme vodou a přimáčkne jej na stěny nálevky (aby mezi papírem a stěnami nálevky nebyla vzduchová bublina)
- Filtrační papír má sahát asi 0,5 cm pod okraj nálevky
- Filtrovanou směs naléváme na trojitou stěnu filtračního papíru (používáme – li jednoduchý filtr)



Obrázek 4: Filtrační aparatura - prostá filtrace

Místo papírového filtru lze do filtrační nálevky vkládat také např. smotek vaty nebo gázu.

V laboratorní praxi používáme pro filtraci nejen papírové filtry, ale také jiné materiály.

A) Filtrační papíry.

1) Papíry určené pro kvalitativní analýzu.

- s většími póry: filtrace je rychlejší, ale zachytí se jen objemnější částice
- s menšími póry: filtrace je pomalejší, ale filtr zachytí i jemné částice

2) Papíry pro kvantitativní analýzu – tzv. bezpopelové filtry – při jejich spálení je hmotnost popela tak nízká, že neovlivní výslednou hmotnost stanovované látky.

B) Filtraci je možno provádět také přes porcelánové nebo skleněné frity. Jedná se o pórovité destičky zatavené v nálevce nebo kelímku. Používají se pro filtraci agresivních materiálů, např. kyselin, hydroxidů nebo silných oxidačních činidel.

C) Membránové filtry – pro filtraci velmi drobných částic, např. mikroorganismů nebo bakterií.

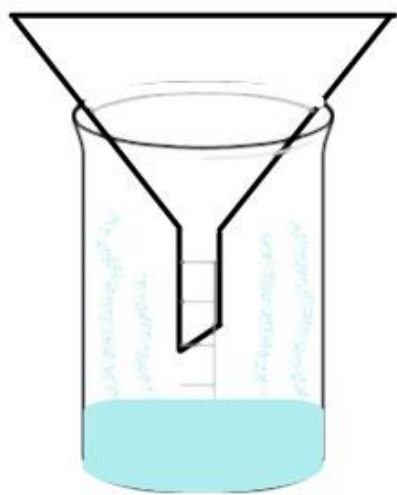
D) Vlněné nebo lněné tkaniny napnuté v rámu – pro filtrování objemných látek.

Filtrace za horka používáme pro filtraci horkých koncentrovaných roztoků. Při filtraci za normálního tlaku a teploty by se krystalky vylučovaly na stěnách filtru a aparatury, vyloučené krystalky by ucpaly póry filtru a filtrace by neprobíhala. Pro horké roztoky používáme speciální nálevku, jejíž stěny jsou vyhřívány horkou vodou nebo můžeme použít improvizovaného uspořádání (obrázek 5) – plášť nálevky je zespodu vyhříván parami vroucího roztoku.

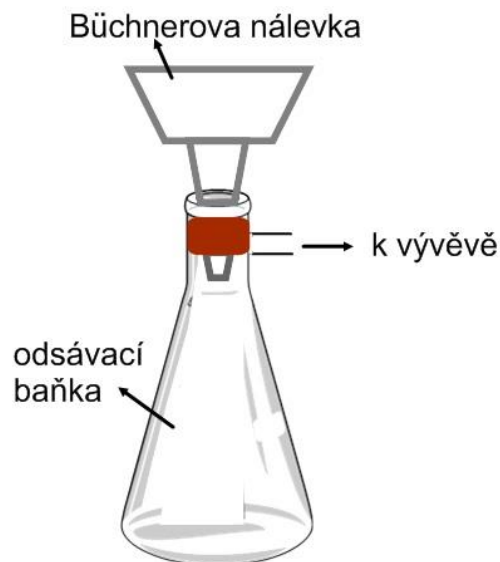
Filtrace za sníženého tlaku probíhá s větší rychlostí. Nejjednodušší uspořádání při filtraci za sníženého tlaku (obrázek 6) je složeno z odsávací baňky a Büchnerovy nálevky, v níže je vložen papírový filtr. Odsávací baňka je pryžovou hadicí napojena k vodní vývěvě, kterou vytváříme pod filtrem podtlak. Dno Büchnerovy nálevky je dírkované. Papírový filtr na dno pokládáme tak, aby jím byly překryty všechny dírky, ale aby papír nepřechýlával na stěny nálevky. Nálevka je v odsávací nálevce upevněna pryžovou vložkou nebo zátkou. Při ukončení filtrace odpojíme nejprve hadici od odsávací baňky, teprve potom vypneme vývěvu. Tím zabráníme možnému vniknutí vody z vývěvy do baňky k filtrátu.

Obecné pravidlo:

- Chceme – li izolovat pevnou látku z roztoku, použijeme filtraci za sníženého tlaku
- Chceme – li získat čistý filtrát, použijeme filtraci za normálního tlaku



Obrázek 5: Filtrace za horka



Obrázek 6: Filtrace za sníženého tlaku

Krystalizace je jednou ze základních operací pro dělení homogenních směsí. Při krystalizaci dochází k vylučování látky z roztoku, taveniny nebo plynného stavu ve formě krystalů. Nejčastěji se provádí krystalizace z roztoku. Krystalizaci často předchází filtrace, kterou z roztoku odstraníme nežádoucí nečistoty.

Krystalizaci lze zahájit několika způsoby.

1) **Změnou objemu** = krystalizace volným odpařením. Za laboratorní nebo případně jiné stálé teploty se odpařováním rozpouštědla z roztoku připraví nasycený roztok. Z něj se potom vylučují velké a dobře vyvinuté krystaly látky.

2) Změnou teploty

- a) krystalizace volným chladnutím: připravíme si nasycený roztok zahuštěním při vyšší teplotě. Roztok necháme postupně chladnout. Získáme velké a dobře vyvinuté krystaly.
- b) rušená krystalizace: připravený za vyšší teploty nasycený roztok prudce ochladíme, přičemž roztokem stále mícháme (krouživým pohybem nádoby). Získáme velké množství malých krystalů.

3) Změnou složení rozpouštědla

Z roztoku se vyloučí látka, která je v určité směsi rozpouštědel nerozpustná. Např. k vodnému roztoku látky přidáváme alkohol, aceton nebo jiné málo polární rozpouštědlo, které se mísí s vodou. Jakmile překročíme součin rozpustnosti látky v této směsi, začne se látka vylučovat z roztoku.

Tvar vznikajících krystalů ovlivňuje

- Rychlost krystalizace: nejlépe vyvinuté a velké krystaly vznikají při volném chladnutí roztoku, který uchováváme ochráněný před prachem, otřesy, prudkými změnami teploty...
Krystaly vznikající při rušené krystalizaci rostou nejrychleji v rozích nebo hranách nádob nebo na nějakých krystalizačních zárodcích.
- Přídavek jiné látky do roztoku: např. přídavkem močoviny do nasyceného roztoku NaCl vznikají oktaedrické krystaly (místo krychlových).

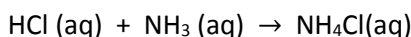
Výtěžek krystalizace je dán jako poměr množství vykrystalizované látky a výchozího množství látky. Je závislý na způsobu krystalizace, druhu krystalizované látky, množství nečistot v roztoku, rozdílu rozpustnosti dané látky při zvolených teplotách.

PŘÍPRAVA:

1. Zopakuj si učivo: chemické látky, směsi a její dělení a prostuduj si teorii k této práci.
2. Vypočítej potřebné množství 15% HCl pro přípravu 10g NH₄Cl (viz úkol 1).
3. Za použití teoretického úvodu k práci, odborné literatury nebo internetových zdrojů vypracuj úkoly.
4. V laboratoři budete dále potřebovat: plášť, nůžky, pravítko, **špejle, nit** (případně silon).

ÚKOL Č. 1: PŘÍPRAVA CHLORIDU AMONNÉHO

Připrav 10 g chloridu amonného neutralizací zředěného roztoku kyseliny chlorovodíkové zředěným roztokem amoniaku. Rovnice reakce:



POMŮCKY:

Kádinka 400 ml (na vodní lázeň), 2 kádinky 150 ml, skleněná tyčinka, odměrný válec, kovový stojan, filtrační kruh, filtrační nálevka, odsávací baňka s pryžovou hadicí, Büchnerova nálevka, síťka, hodinové sklo, laboratorní lžička, filtrační papír, váhy, vaříč.

CHEMIKÁLIE:

15% kyselina chlorovodíková, 15% roztok amoniaku.

POSTUP:

1. Do vypočítaného množství 15% HCl přidávej po kapkách 15% roztok amoniaku až do neutrální reakce a na závěr přidej ještě malý nadbytek amoniaku.
2. Vzniklý roztok chloridu amonného zfiltruj.
3. Filtrát zahusti ke krystalizaci (odpařením čisti rozpouštědla).
4. Zahuštěný roztok ochlad ve vodní lázni (použij vodu s ledem).
5. Krystaly chloridu amonného odfiltruj za sníženého tlaku na Büchnerově nálevce a vysuš na hodinovém skle za laboratorní teploty.
6. Zvaž získané množství krystalického NH₄Cl a vypočti procentuální výtěžnost reakce.

VYPRACOVÁNÍ:

1) Výpočet potřebného množství zředěné HCl:

2) Hmotnost vysušených krystalů chloridu amonného:

Tabulka 1: Hmotnost vysušených krystalů

Hmotnost hodinového skla (g)	Hmotnost hodinového skla s NH_4Cl (g)	Hmotnost krystalického NH_4Cl (g)

3) Výpočet procentické výtěžnosti reakce:

ZÁVĚR:

Popiš vzhled získaných krystalků chloridu amonného a uveď procentickou výtěžnost při reakci.

ÚKOL Č. 2: PĚSTOVÁNÍ KRYSTALŮ

Připrav krystaly kamence, případně některé z jiných látek.

POMŮCKY:

Kádinky, skleněná tyčinka, odměrný válec, kovový stojan, filtrační kruh, filtrační nálevka, síťka, hodinové sklo, laboratorní lžička, filtrační papír, váhy, vaříč, špejle, nit.

CHEMIKÁLIE:

Síran draselno – hlinitý. (Případně síran hlinitý+ síran draselný nebo síran draselno – chromitý nebo síran měďnatý.)

POSTUP:

1. Připrav 150 ml roztoku nasyceného za laboratorní teploty.
2. Roztok přefiltruj
3. Předem připravený malý krystalek příslušné látky přivážeme na tenkou nit. Závěs upevníme na špejli, kterou položíme přes kádinku tak, aby krystalizační zárodek zasahoval do roztoku, ale nedotýkal se ani dna ani stěny kádinky.
4. Kádinku přikryjeme filtračním papírem a postavíme na místo, kde bude stálá teplota.

VYPRACOVÁNÍ:

Nasycený roztok lze připravit dvojím způsobem:

- a) Do odměřeného množství vody za dané teploty přidáváme postupně po malých částech a za míchání látku, dokud se rozpouští. Jakmile zůstane na dně kádinky první nerozpuštěný podíl, je roztok nasycený.
- b) Z tabulek si zjistíme rozpustnost dané látky za určité teploty. Zjištěné množství látky navážíme a rozpustíme v odměřeném množství vody.

V nasyceném roztoku dochází ke krystalizaci částic látky, které se usazují na krystalizačním zárodku (zavěšeném krystalku) - tím vznikne jediný velký krystal.

Krystalizační zárodky připravíme týden předem: nasycený roztok dané látky nalijeme na porcelánovou misku a necháme volně odpařovat. Vybereme některý z velkých krystalů, který potom zavěsíme na nit.

Pro pravidelný růst krystalů jednou za týden krystal opatrně očistíme od výrůstků a dolijeme do kádinky za zásobní láhve nasycený roztok. Roztok síranu draselno – hlinitého může po nějaké době plesnivět. V takovém případě roztok vyměníme.

Krystaly mohou navlhat, proto je vhodné je nalakovat bezbarvým lakem.

ZÁVĚR:

Uveď, jakou látku jsi ke krystalizaci použil. Jak velký krystal se podařilo vypěstovat? Je krystal rovnoměrný? Popiš výsledek své práce.

Zdůvodni rozdíl ve velikosti a vzhledu krystalů získaných v úkolech 1 a 2.

SHRNUTÍ:

1. Metoda se používá v praxi např. v cukrovarnictví k získávání cukru z řepné šťávy nebo k čištění surového cukru, při výrobě soli odpařování z mořské vody.
2. Ke krystalizaci nedochází současně v celém objemu roztoku. Krystalizace je zahájena v jednotlivých bodech, které nazýváme Počet těchto bodů závisí na čistotě roztoku, mohou to být zrnka prachu, bublinky plynu, nerovnosti na stěnách krystalizační nádoby nebo záměrně vložený úlomek krystalu nebo malý (předem získaný) krystal příslušné látky.
3. Čím je krystalizace pomalejší, tím je vzniklý krystal (větší – menší)
4. Při krystalizaci je třeba udržovat teplotu a roztok, v němž krystal roste, musí být příslušnou látkou, aby nedocházelo k rozpouštění již vzniklého krystalu.
5. Podle souměrnosti dělíme krystaly do sedmi **krystalografických soustav**. Přiřaď k sobě odpovídající označení soustav: *kubická – triklinická – tetragonální – hexagonální – orthorombická – romboedrická – monoklinická*
Krychlová = Kosočtverečná =

Šesterečná =

Jednoklonná =

Klencová =

Trojklonná =

Čtverečná =

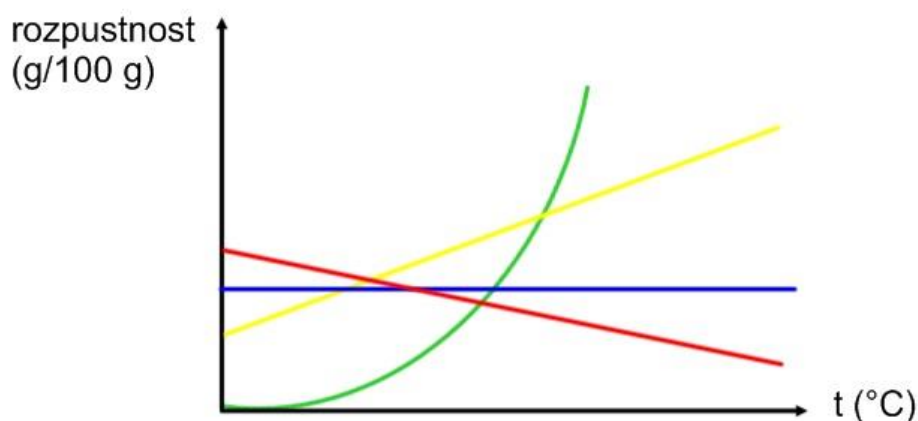
6. Doplň slova do následujícího textu:

Směsné krystaly – diamant a grafit – polymorfie – izomorfie – allotropie – kalcit a aragonit

Schopnost různých sloučenin, které mají podobnou chemickou strukturu (a podobný chemický vzorec), krystalizovat ve stejných krystalografických modifikacích se nazývá neboli stejnotvarost. Např. kamenec draselný – hlinitý a kamenec draselný – chromitý krystalizují v kubické soustavě. Mohou spolu tedy vytvářet tzv., protože velikost iontů v krystalové struktuře je velmi podobná a tyto ionty se tudíž mohou zastupovat.

Pokud jedna látka krystalizuje v několika různých krystalografických modifikacích, jedná se o tzv. Známé jsou dvě formy uhličitanu vápenatého - V případě prvků tento jev označujeme jako Příkladem takového jevu jsou např. dvě formy uhlíku – nebo formy síry – jednoklonná a kosočtverečná.

7. Křivky rozpustnosti jsou grafickým znázorněním závislosti rozpustnosti látek na teplotě. Popiš rozpustnost látek (jejich závislost na rostoucí teplotě) vyjádřenou následujícími křivkami rozpustnosti:



Obrázek 7: Křivky rozpustnosti - různé tvary

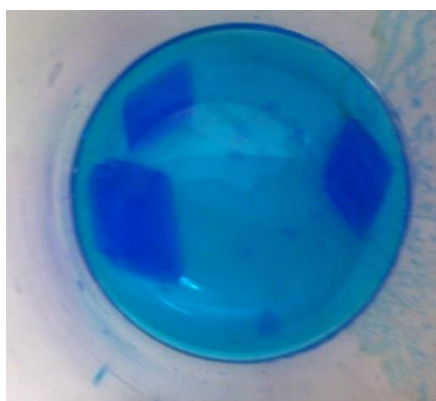
FOTODOKUMENTACE:



Obrázek 8: Vysrážené krystalky chloridu amonného



Obrázek 9: Krystaly modré skalice - různé tvary



Obrázek 10: Krystaly modré skalice 2



Obrázek 11: Velikost vypěstovaných krystalů kamence a modré skalice

SEZNAM ZDROJŮ:

- [01] HERCHEL; Radovan, KLANICOVÁ; Alena, ŠINDELÁŘ; Zdeněk, TRÁVNÍČEK; Zdeněk. *Laboratorní technika*. 1 vydání. Olomouc: Vydavatelství UP Olomouc, 2011. 101 s. ISBN 978 – 80 – 244 – 2857 - 4
- [02] HOLZBECHER; Záviš, CHURÁČEK; Jaroslav. *Analytická chemie*. 1. vydání. Praha: SNTL, 1987. 664 s. 04–612–57
- [03] SOLÁROVÁ; Marie. *Chemické pokusy pro základní a střední školu*. 43. publikace. Brno: nakladatelství Paido, 1996. 93 s. ISBN 80 – 85931 – 25 - 7

METODICKÝ LIST

Název školy	Gymnázium a Jazyková škola s právem státní jazykové zkoušky Zlín
Autor	Mgr. Svatava Benešová
Vzdělávací oblast	Látky a směsi
Vzdělávací obor	Chemie
Tematický okruh	Metody dělení směsí
Druh učebního materiálu	Laboratorní cvičení – žák
Cílová skupina	Žák, 18 - 19 let
Anotace	Pracovní list určen učitelům jako podklad pro laboratorní práci. Obsahuje stručné shrnutí učiva daného okruhu, teoretický popis používaných separačních metod, pracovní návod a úkoly pro samostatnou práci studentů.