

Metody rozdzielania mieszanin związków chemicznych.

1. Krystalizacja.
2. Sublimacja.
3. Ekstrakcja.
4. Destylacja.
5. Chromatografia.

Wiele produktów organicznych stanowi mieszaniny różnych związków chemicznych. Niewielkie ilości domieszek (zanieczyszczeń) mogą w zasadniczy sposób wpływać na właściwości substancji. Oczyszczenie substancji, czyli oddzielenie jej od innych związków mieszaniny poreakcyjnej lub mieszaniny uzyskanej z materiałów pochodzenia naturalnego, stanowi bardzo ważny etap umożliwiający identyfikację związku chemicznego. W tym procesie wykorzystuje się różnice we właściwościach substancji, takich jak: rozpuszczalność, temperatura wrzenia, prężność pary czy oddziaływanie z innymi substancjami.

1. Krystalizacja

Krystalizacja polega na oczyszczaniu stałych związków chemicznych przy wykorzystaniu różnicy w rozpuszczalności związku i jego zanieczyszczeń. Dobór rozpuszczalnika zależy od budowy i właściwości substancji oczyszczanej. Związki o budowie polarnej łatwiej rozpuszczają się w rozpuszczalnikach polarnych, takich jak woda, alkohole, ketony, estry, kwasy organiczne. Natomiast substancje o budowie niepolarniej wykazują większą rozpuszczalność w rozpuszczalnikach niepolarnych, jak: benzyna, czterochlorek węgla, eter. Rozpuszczalnik powinien charakteryzować się znacznym przyrostem rozpuszczalności danego związku ze wzrostem temperatury i słabo rozpuszczać znajdujące się w mieszaninie zanieczyszczenia. Korzystną cechą rozpuszczalnika jest niepalność i nietoksyczność oraz niska temperatura wrzenia. Proces krystalizacji polega na rozpuszczeniu zanieczyszczonej próbki w odpowiednim rozpuszczalniku w temperaturze bliskiej temperaturze wrzenia rozpuszczalnika, tak aby otrzymany roztwór osiągnął jak najwyższe stężenie. Następnie roztwór sączy się na gorąco, a przesącz pozostawia do ostygnięcia. Powolne oziębianie sprzyja tworzeniu się dużych kryształów, które po odsączeniu suszy się na powietrzu, w suszarce lub w eksykatorze zawierającym substancję pochłaniającą wodę.

Jeżeli oczyszczany związek bardzo dobrze rozpuszcza się w danym rozpuszczalniku i nawet po wymrożeniu nie krystalizuje, można go krystalizować z mieszaniny rozpuszczalników. W takim przypadku jeden z rozpuszczalników służy do rozpuszczenia, a drugi – do wytrącenia związku. Skład mieszaniny rozpuszczalników i najkorzystniejsze warunki krystalizacji dobiera się doświadczalnie. Czystość otrzymanego związku określa się poprzez wyznaczenie jego temperatury topnienia lub metodami spektroskopowymi (IR, UV, NMR).

UNIwersytet Rolniczy w Krakowie

KATEDRA CHEMII I FIZYKI

Przykłady rozpuszczalników najczęściej stosowanych do krystalizacji ułożone według malejącej polarności:

Rozpuszczalnik	Temperatura wrzenia [°C]	Uwagi
Woda	100	-
Metanol	64,5	palny, toksyczny
Etanol (95%)	78	palny
Aceton	56	łatwo palny
1,2-Dichloroetan	84	toksyczny
Kwas octowy lodowaty	118	r cy, pary toksyczne
Octan etylu	78	palny
Chloroform (CHCl ₃)	61	niepalny, pary toksyczne
Eter dietylowy	35	bardzo łatwo palny
Cykloheksan	81	palny
Eter naftowy	40-60	bardzo łatwo palny

2. Sublimacja

Sublimacja jest procesem przechodzenia substancji stałej w stan pary z pominięciem stanu ciekłego. Może zachodzić w całym zakresie temperatur i ciśnień, w których dana substancja współistnieje w stanie stałym i gazowym. Prężność pary nad taką substancją musi być niższa od ciśnienia w punkcie potrójnym, w którym fazy stała, ciekła i gazowa pozostają w równowadze, a temperatura sublimacji jest niższa od temperatury topnienia. Zjawiskiem odwrotnym jest resublimacja. Łatwo sublimują między innymi: suchy lód (zestalony CO₂), kamfora, lód, chlorek rtęci(II) – (tzw. sublimat), chlorek amonu, jod. Sublimację wykorzystuje się do oczyszczania i rozdzielania stałych związków chemicznych o wysokiej prężności pary. Substancję sublimowaną ogrzewa się w naczyniu z przykryciem, które chłodzi się, najczęściej wodą. Tworzące się pary związku ulegają resublimacji bezpośrednio na zimnej przykrywce albo w osobnym naczyniu, do którego są kierowane strumieniem obojętnego gazu. Ten sposób stosuje się na przykład do wyosobniania kofeiny z herbaty czy kawy, do oczyszczania kwasu benzoowego, naftalenu, kwasów ftalowych. Sublimowana siarka w postaci drobnitkich kryształków nazywana jest kwiatem siarczanym.

3. Ekstrakcja

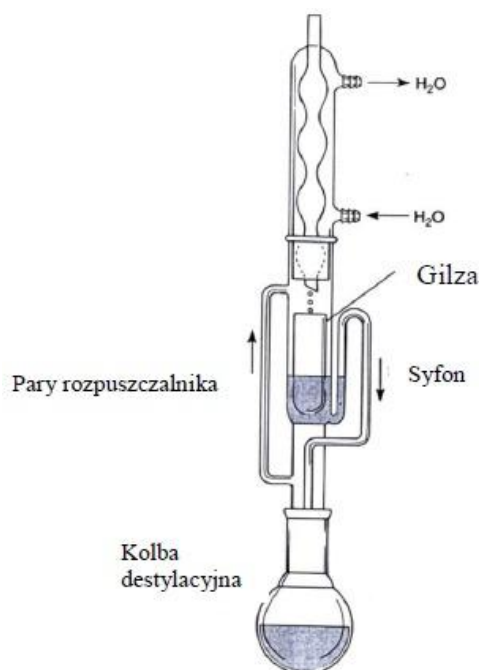
W tej metodzie rozdziału i oczyszczania wykorzystuje się różną rozpuszczalność związku w dwu niemieszających się cieczach. Zgodnie z prawem Nernsta, rozpuszczona substancja rozdziela się pomiędzy dwie niemieszające się fazy ciekłe tak, że stosunek jej stężeń w obu fazach jest w stanie równowagi wielkością stałą, niezależną od ilości substancji rozpuszczonej i ilości obu rozpuszczalników. Ekstrakcja polega na wielokrotnym wytrząsaniu w naczyniu, nazywanym rozdzielaczem, rozdzielanej mieszaniny zawierającej dany związek i dwa niemieszające się ze sobą rozpuszczalniki, na przykład: wodę i chloroform czy wodę i eter

naftowy. Rozdzielacz pozostawia się w statywie w celu rozdzielenia się obu cieczy, po czym - odlewa się rozpuszczalnik ekstrahujący z rozpuszczonym w nim związkiem. Czynność powtarza się z nową porcją rozpuszczalnika aż do całkowitego wyodrębnienia związku z mieszaniny. Wyekstrahowany związek krystalizuje z roztworu po usunięciu nadmiaru rozpuszczalnika. Rozpuszczalniki stosowane do ekstrakcji dobiera się eksperymentalnie. Korzystniejsze jest kilkakrotne powtórzenie ekstrakcji ze świeżymi mniejszymi porcjami rozpuszczalników aniżeli jednokrotne stosowanie dużej ich ilości.

W przypadku substancji trudno rozpuszczalnych, zwłaszcza związków stałych, ekstrakcję można prowadzić metodą ciągłą w tzw. aparacie Soxhletha. Jest to kolba okrągłodenna z nasadką zawierającą oczyszczaną substancję i zaopatrzona w zwrotną chłodnicę wodną, która umożliwia skraplanie rozpuszczalnika i jego zawracanie do rozdzielanej mieszaniny w kolbie. Proces taki może być prowadzony przez wiele godzin.

Ten sposób ekstrakcji jest szczególnie często stosowany do próbek pochodzenia roślinnego. Metodą ekstrakcji otrzymuje się zatężone roztwory substancji biologicznie aktywnych i używanych jako lekarstwa, dodatki do żywności, kosmetyków lub tp. Ekstraktami są różnego rodzaju wywary (np. rosół, zaparzona herbata), eliksiry, nalewki.

Aparat Soxhletha

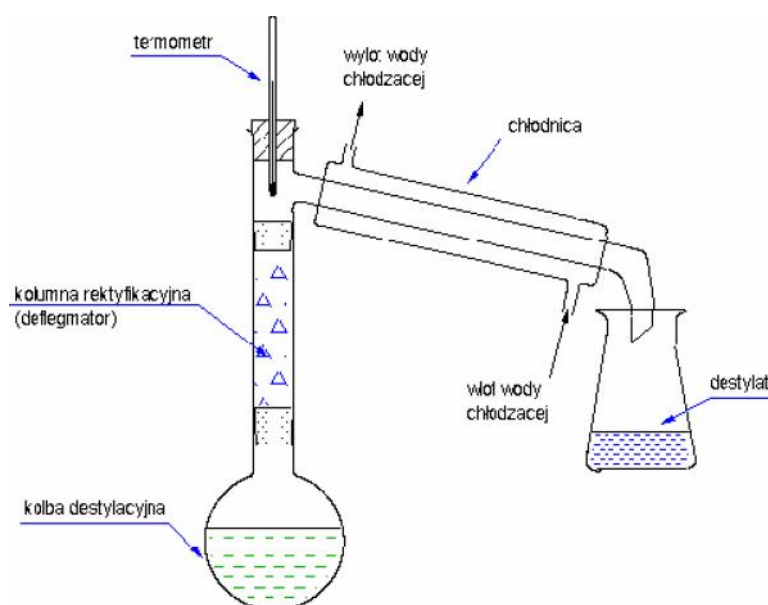


http://farmacja.cm-uj.krakow.pl/~mkz/skrypt_wstepne.pdf.

4. Destylacja.

Do rozdzielania i oczyszczania mieszaniny cieczy stosuje się **destylację**. Metoda ta polega na przeprowadzeniu cieczy w stan pary, skropleniu par w chłodnicy i zebraniu destylatu w odbieralniku. Każdy składnik ciekłej mieszaniny wrze, w innej temperaturze. To umożliwia zebranie w odbieralniku frakcji o różnych temperaturach wrzenia, a więc o różnym składzie chemicznym. Otrzymany destylat zawiera więcej niż ogrzewana mieszanina cieczy niższej wrzącej, czyli łatwiej lotnej. Każde kolejne odparowanie i skroplenie powoduje utworzenie pary bogatszej w składnik łatwiej wrzący, a dalsze prowadzenie destylacji dla kolejno otrzymywanych destylatów – prowadzi do całkowitego rozdzielania mieszaniny na składniki.

Zestaw do destylacji



moonshine-still.republika.pl

W celu zmniejszenia liczby kolejnych destylacji stosuje się kolumny destylacyjne, w których zachodzi ciągły proces częściowego odparowywania cieczy i częściowego skraplania par, nazywany destylacją frakcjonowaną lub rektyfikacją. Metodą destylacji frakcjonowanej rozdziela się mieszaniny cieczy zarówno w laboratoriach, jak też w przemyśle. W kolumnie przemysłowej kolejne etapy odparowywania i skraplania zachodzą na różnych jej wysokościach, czyli na tzw. półkach. Para wydzielająca się podczas wrzenia ogrzewanej cieczy ulega skropleniu na pierwszej półce, z której równocześnie odparowuje ciecz bardziej lotna i skrapla się na wyższej półce, tam znów odparowuje na wyższą półkę ciecz bardziej lotna itd. Im więcej półek ma kolumna, tym lepszy jest rozdział ciekłej mieszaniny na składniki.

Destylacja jest popularną metodą oczyszczania wody (woda destylowana) i odzyskiwania rozpuszczalników organicznych z mieszanin. Rektyfikację stosuje się w przemyśle

UNIwersytet Rolniczy w Krakowie

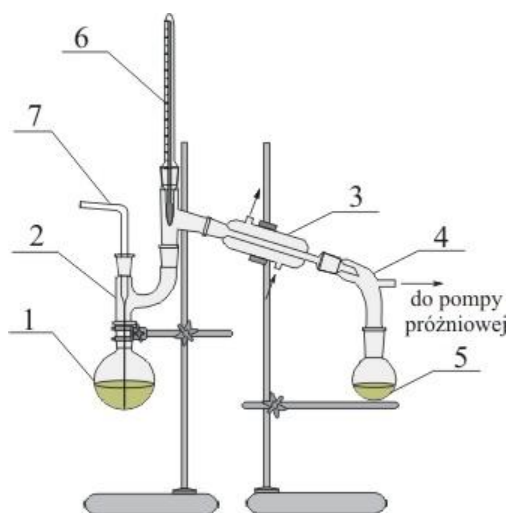
KATEDRA CHEMII I FIZYKI

chemicznym, paliwowym (przeróbka ropy naftowej), fermentacyjnym (produkcja napojów alkoholowych), farmaceutycznym.

Niektóre mieszaniny cieczy, zwane mieszaninami azeotropowymi, w temperaturze wrzenia tworzą parę o takim samym składzie jak ogrzewana ciecz, a więc nie mogą być rozdzielone metodą destylacji. Azeotropami są na przykład mieszaniny: woda – etanol (zawiera 4,4% wody), etanol – benzen (zawiera 32,4% etanolu), woda – kwas mrówkowy (zawiera 77,5% wody), aceton-chloroform (zawiera 80% acetonu), fenol-anilina (zawiera 58% fenolu). Te mieszaniny mogą być rozdzielone na czyste składniki metodami chemicznymi.

Wysokowrzące ciecze często ulegają rozkładowi lub innej przemianie chemicznej w temperaturze wrzenia pod normalnym ciśnieniem. Aby temu zapobiec, prowadzi się destylację pod zmniejszonym ciśnieniem. W takich warunkach temperatura wrzenia cieczy ulega obniżeniu, tak że można rozdzielić ją na składniki.

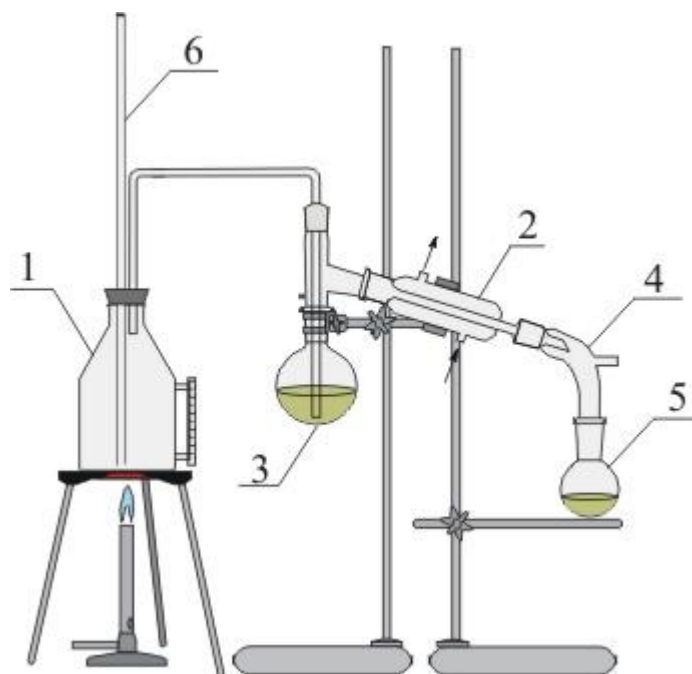
Zestaw do destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem



chorg.p.lodz.pl

Jeżeli poddawane destylacji wysokowrzące substancje nie reagują i nie mieszają się praktycznie z wodą, obniża się ich temperaturę wrzenia przez destylację z parą wodną.

Zestaw do destylacji z parą wodną



chorg.p.lodz.pl

1. wytwornica pary wodnej
2. chłodnica
3. kolba destylacyjna
4. przedłużacz
5. odbieralnik
6. rurka bezpieczeństwa

Ta metoda jest często wykorzystywana w przemyśle perfumeryjnym i farmaceutycznym do wyosabniania z materiału roślinnego wysokowrzących olejków eterycznych stosowanych jako substancje lecznicze lub zapachowe.

5. Chromatografia.

Chromatografia jest najbardziej rozpowszechnioną metodą rozdzielania i analizy związków organicznych. Polega na podziale substancji zawartych w rozdzielanej mieszaninie pomiędzy dwie fazy: fazę stacjonarną (nieruchomą) i fazę ruchomą. Fazę stacjonarną może stanowić bibuła filtracyjna (chromatografia bibułowa), cienka warstwa adsorbentu naniesiona na płytkę szklaną lub plastikową (chromatografia cienkowarstwowa TLC), czy też wypełnienie kolumny (chromatografia kolumnowa).

UNIwersytet Rolniczy w Krakowie

KATEDRA CHEMII I FIZYKI

W przeciw prądzie do fazy stacjonarnej płynie faza ruchoma, zawierająca rozpuszczoną mieszaninę substancji rozdzielanych. Rozpuszczalnikiem (fazą ruchomą) może być ciecz, a gdy mieszanina składa się z lotnych składników, fazą ruchomą może być gaz.

W zależności od właściwości fazy stacjonarnej można wyróżnić:

- a. **chromatografię adsorpcyjną** : faza stacjonarna jest ciałem stałym, a rozdział następuje dzięki różnicy w zdolności adsorpcji poszczególnych substancji z roztworu na tym ciele stałym;
- b. **chromatografię podziałową**: faza stacjonarna jest ciałem stałym z zaadsorbowaną na jego powierzchni warstwą cieczy, która zachowuje się jak faza nieruchoma; rozdział następuje dzięki różnicy we współczynniku podziału pomiędzy fazą stacjonarną i fazą ruchomą poszczególnych składników mieszaniny.
- c. **chromatografię jonowymienną**: w której rozdział następuje dzięki różnej podatności składników mieszaniny do wymiany ich jonów z jonami grup funkcyjnych wymieniaacza jonowego wypełniającego kolumnę.
- d. **chromatografię sitową** : do rozdziału wykorzystuje się różnicę wielkości cząsteczek poszczególnych składników rozdzielanej mieszaniny.

Skuteczność rozdziału mieszaniny związków zależy od odpowiedniego doboru fazy stacjonarnej i fazy ruchomej (rozpuszczalnika - eluentu). Wynik rozdziału chromatograficznego, tzw. **chromatogram**, otrzymywany jest albo w postaci plamek na fazie stacjonarnej (chromatografia bibułowa i cienkowarstwowa), albo jako wykresy pików uzyskane przy zastosowaniu specjalnych detektorów w przyrządach zwanych **chromatografami**.

Metody chromatograficzne umożliwiają rozdział i analizę, jakościową jak też ilościową, złożonych mieszanin związków organicznych i nieorganicznych. Z tego powodu są najczęściej stosowaną techniką analityczną w laboratoriach chemicznych, farmaceutycznych, analiz medycznych i środowiskowych, przy produkcji i kontrolowaniu jakości żywności, a także w przemysłowych laboratoriach kontrolno-pomiarowych. Chromatografia jest metodą pozwalającą na wykrycie nawet śladowych ilości zanieczyszczeń w mieszaninie, a jej wersja tzw. chromatografia preparatywna, może być dogodną metodą rozdziału większych ilości związków.

I. Krystalizacja

Szkło i sprzęt laboratoryjny:

kolba okrągłodenna na 250 cm³, chłodnica zwrotna, elektryczny płaszcz grzejny z zasilaczem, kamyczki wrzenne, kolba stożkowa, lejek szklany, bibuła filtracyjna, bagietka szklana, lejek Buchnera, kolbka ssawkowa z tubusem, pompka wodna

Odczynniki:

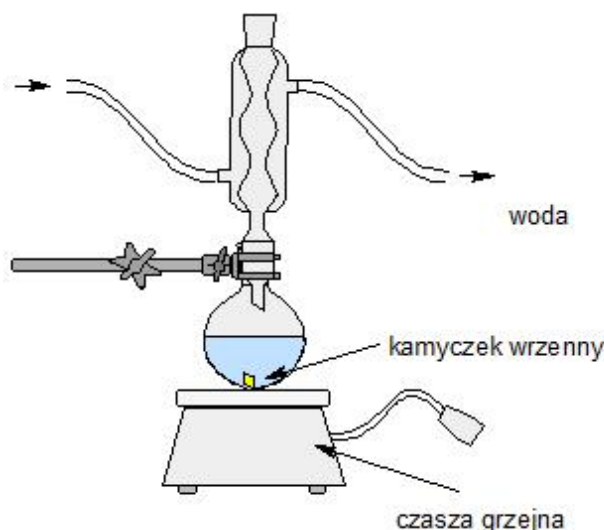
wybrana przez asystenta substancja organiczna przeznaczona do oczyszczenia przez krystalizację, rozpuszczalnik odpowiedni do krystalizacji danej substancji

Wykonanie

W kolbie okrągłodennej umieścić ok. 1 łyżeczki substancji przeznaczonej do oczyszczenia. Dodać ok. 10 cm³ odpowiedniego rozpuszczalnika, kilka kamyczków wrzennych, podłączyć kolbę do chłodnicy zwrotnej. Sprawdzić poprawność podłączenia węży doprowadzających i odprowadzających wodę chłodzącą.

Podłączyć płaszcz grzejny (czaszę grzejną) do zasilacza, a zasilacz do gniazda elektrycznego. Rozpocząć ogrzewanie początkowo ustawiając pokrętko zasilacza na ok. 1/3 mocy maksymalnej. Gdy roztwór w kolbie zacznie wrzeć odczekać 5 minut i sprawdzić (przez ostrożne podniesienie kolbki do góry) czy cała dodawana substancja już się rozpuściła. Jeśli nie, to dodać przez chłodnicę zwrotną ok. 5 cm³ rozpuszczalnika i kontynuować ogrzewanie. Procedurę powtarzać do momentu, gdy w kolbce nie będzie już nierozpuszczonej substancji. (Uwaga: próbka przeznaczona do oczyszczania może zawierać pewną ilość nierozpuszczalnych zanieczyszczeń).

Zestaw do krystalizacji

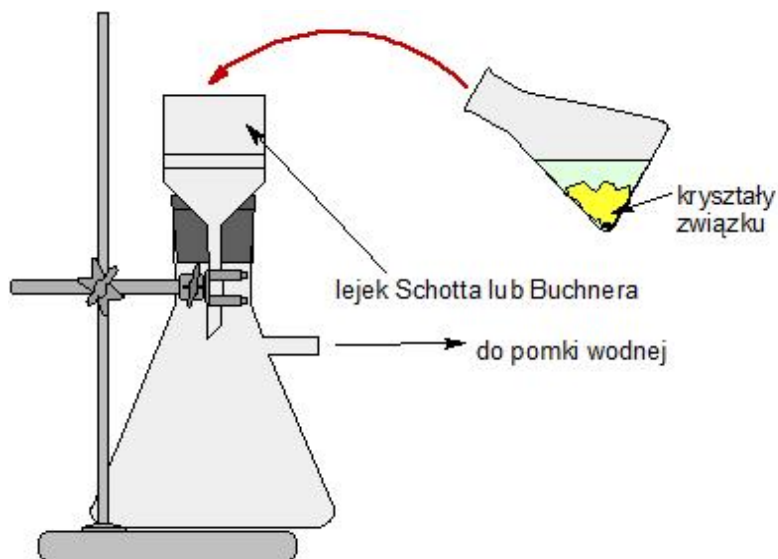


chemorganiczna.com

W drugim płaszczu grzejnym ogrzać lejek i przygotować sączone karbowany. Ogrzany lejek umieścić w kolbie stożkowej, a w lejku sączone. Kolbę z wrzącym roztworem wyciągnąć z płaszcza grzejnego, odłączyć od chłodnicy zwrotnej, a jej zawartość szybko wlać na sączone umieszczony w lejku. Przesączone pozostawić do powolnego wystudzenia.

Gdy kolba z przesączone całkowicie wystygnie przygotować sączone bibułowy, suchy lejek Buchnera i suchą kolbkę ssawkową. Lejek umieścić w kolbie ssawkowej, umieścić w nim sączone bibułowy tak, aby dokładnie pokrywał powierzchnię sączone lejka, a kolbę podłączyć do włączonej pompki wodnej.

Zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem



chemorganiczna.com

Sączek zwilżyć niewielką ilością rozpuszczalnika użytego do krystalizacji, roztwór z osadem wymieszać pręcikiem szklanym i po pręciku przelać na sączek. Jeśli w kolbie stożkowej pozostanie osad, którego nie będzie się dało wybrać pręcikiem, dodać niewielką ilość rozpuszczalnika, wymieszać i przenieść na sączek. Sączenie kontynuować do momentu, gdy do kolbki ssawkowej przestanie kapać rozpuszczalnik. Następnie **najpierw** odłączyć pompkę wodną, po czym sączek wraz z osadem ostrożnie przenieść na szalkę Petriego i zostawić do wysuszenia.

Po wysuszeniu osadu można zmierzyć jego temperaturę topnienia.

Środki ostrożności

Doświadczenie wykonywać pod włączonym digestorium.

Niektóre rozpuszczalniki mogą być toksyczne lub niebezpieczne dla zdrowia (np. metanol, chloroform, dichlorometan) unikać kontaktu skóry i błon śluzowych oraz wdychania par. Większość rozpuszczalników jest łatwopalna (wyjątkiem jest chloroform).

Płaszcz grzejny i autotransformator pracują pod napięciem 230V prądu zmiennego – grozi porażeniem elektrycznym w przypadku uszkodzenia przewodów lub w/w urządzeń.



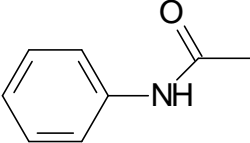
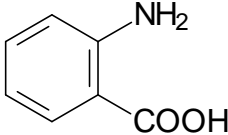
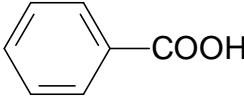
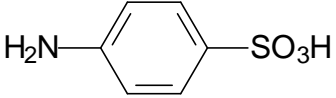
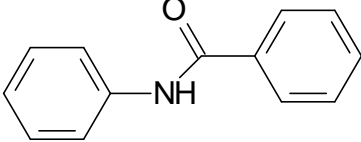
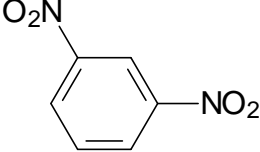
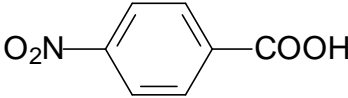
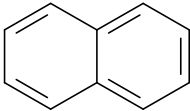
Utylizacja odpadów

Przesącz po krystalizacji wylać do odpowiedniego pojemnika na odpady organiczne.

Wykorzystane w doświadczeniu szkło laboratoryjne przepłukać i umyć ciepłą wodą z dodatkiem detergentu.

UNIwersytet Rolniczy w Krakowie

KATEDRA CHEMII I FIZYKI

Nazwa związku	Wzór strukturalny	Zalecany rozpuszczalnik	Temperatura topnienia [°C]
acetanilid		woda	114
kw. antranilowy		woda	144-146
kw. benzoowy		woda	122
kw. sulfanilowy		woda	288 (rozkład)
benzanilid		etanol	163
<i>m</i> -dinitrobenzen		etanol	90
kw. <i>p</i> -nitrobenzoowy		etanol	240
naftalen		etanol	80

II. Sublimacja i resublimacja. Oczyszczanie bezwodnika ftalowego.

Szkló i sprzęt laboratoryjny:

wąska wysoka zlewka ok. 200 cm³, kolba okrągłodenna 100 cm³, palnik, trójnóg, siatka ceramiczna

Odczynniki: zanieczyszczony bezwodnik ftalowy

Wykonanie

Do zlewki wsypać taką ilość zanieczyszczanego bezwodnika ftalowego, aby całe dno było przykryte jego cienką warstwą. Zlewkę postawić na siatce grzejnej umieszczonej nad palnikiem. Następnie przykryć zlewkę kolbą okrągłodenną napełnioną zimną wodą. Ogrzewać całość nad palnikiem gazowym do czasu, aż zlewka wypełni się białymi oparami bezwodnika. Wyłączyć palnik i pozostawić całość do ostygnięcia; w tym czasie nie należy poruszać zlewką, ani podnosić kolby z wodą. Po ostygnięciu ostrożnie unieść kolbę i zaobserwować wygląd zgromadzonego na niej osadu.

Ćwiczenie można również wykonać umieszczając substancję zanieczyszczoną w parownicze, którą przykrywa się odwróconym lejkiem szklanym chłodzonym wilgotnym kawałkiem waty.

Środki ostrożności

Doświadczenie wykonywać pod włączonym digestorium.

Przed zapaleniem palnika upewnić się, że w bezpośredniej bliskości nie znajdują się rozpuszczalniki organiczne lub inne palne substancje.

Unikać wdychania par bezwodnika ftalowego.

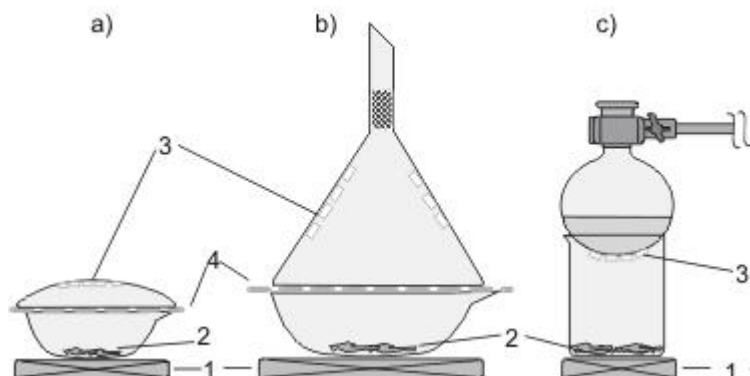


Postępowanie z odpadami

Oczyszczony przez resublimację bezwodnik ftalowy zebrać i wsypać do odpowiedniego pojemnika podpisanego „Bezwodnik ftalowy po oczyszczaniu”.

Pozostałość na dnie zlewki rozkruszyć szpatułką metalową i wrzucić do pojemnika na odpady stałe, palne.

Przykładowe zestawy stosowane do sublimacji



preview_html_466c3006.png

1- płyta grzejna

2- substancja sublimowana

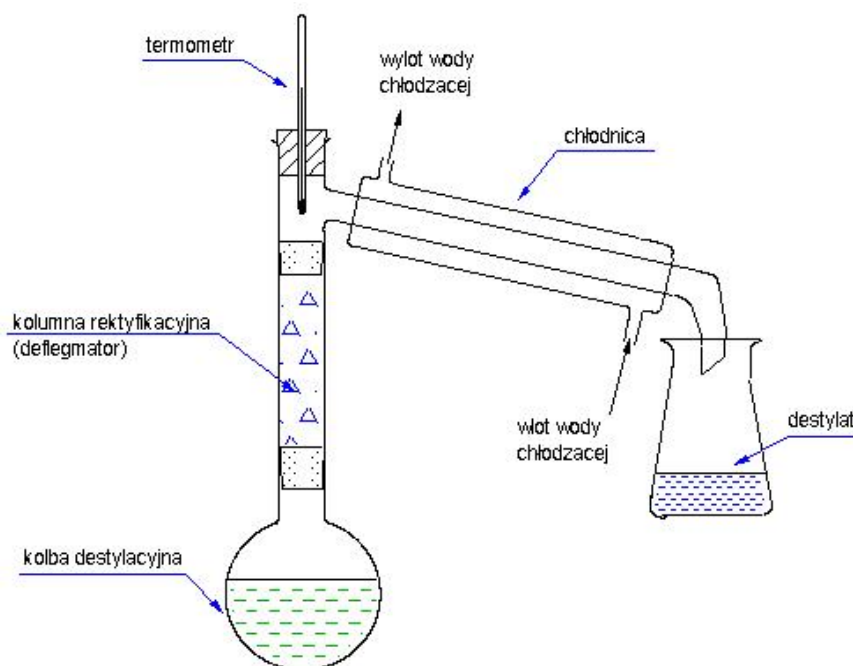
3- substancja po sublimacji

4- parownica

III. Destylacja frakcyjna . Oczyszczanie acetonu.

Szkło i sprzęt laboratoryjny:

kolba okrągłodenna 250 cm³ , kolumna destylacyjna (deflegmator), chłodnica destylacyjna, termometr, lejek szklany, cylinder miarowy 100 cm³, płaszcz grzejny, zasilacz elektryczny



mailgrupowy.pl

Odczynniki:

zanieczyszczony aceton (zlewki acetonu wykorzystywanego do mycia szkła),
kamyczki wrzenne, smar do szlifów

Wykonanie

Do kolby okrągłodennej o pojemności 250 cm³ wlać przez lejek 125 cm³ zanieczyszczonego acetonu i dodać kilka kamyczków wrzennych. Następnie upewnić się, że wszystkie szlify służące łączeniu szklanej aparatury (kolba, kolumna destylacyjna, chłodnica destylacyjna, termometr) są czyste, suche i pokryte niewielką ilością smaru. Połączyć ze sobą elementy zestawu do destylacji, sprawdzić poprawność połączenia węży gumowych doprowadzających i odprowadzających wodę z chłodnicy. Ustawić powolny przepływ wody przez chłodnicę i rozpocząć ogrzewanie na płaszczu grzejnym (ok. 40% mocy). Destylat zbierać w cylindrze miarowym aż do osiągnięcia temperatury 60 °C, po czym wyłączyć ogrzewanie. Odczytać objętość zebranego destylatu i obliczyć wydajność destylacji.

Środki ostrożności

Destylację wykonywać pod włączonym digestorium.

Płaszcz grzejny i jego zasilacz pracują pod napięciem 230V prądu zmiennego – istnieje ryzyko porażenia elektrycznego w przypadku uszkodzenia lub zalania wodą przewodów lub w/w urządzeń.

Aceton jest łatwopalny.



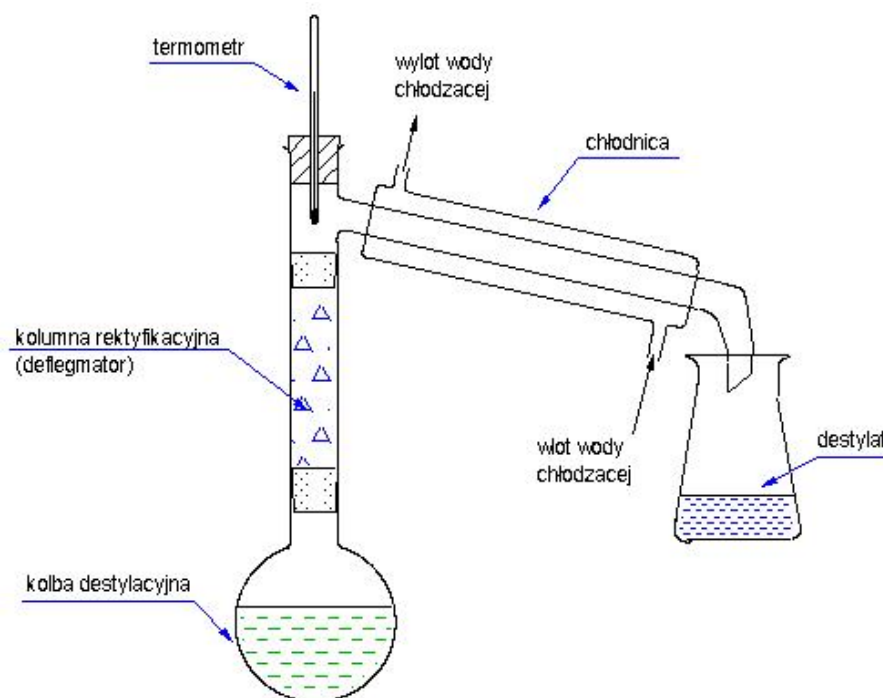
Postępowanie z odpadami

Zawartość kolby okrągłodennej po ostygnięciu wylać do zbiornika na ciekłe odpady organiczne bez chlorowcopochodnych.

IV. Destylacja frakcyjna. Rozdział mieszaniny dwuskładnikowej.

Szkło i sprzęt laboratoryjny:

kolba okrągłodenna o pojemności 250 cm³, deflegmator (kolumna destylacyjna), chłodnica wodna destylacyjna, termometr ze szlifem, kolby stożkowe (3 sztuki), elektryczny płaszcz grzejny, zasilacz elektryczny, cylinder miarowy o pojemności 25 cm³, lejek szklany



mailgrupowy.pl

Odczynniki: zanieczyszczona mieszanina dwóch rozpuszczalników, kamyczki wrzenne, smar do szlifów

Wykonanie

W kolbie okrągłodennej umieścić ok. 100 cm³ (połowa objętości kolby) zanieczyszczonej mieszaniny rozpuszczalników. Wrzucić kilka kamyczków wrzennych. Kolbę umieścić w płaszczu grzejnym, zamontować deflegmator (wcześniej smarując szlif smarem). Następnie zamontować chłodnicę destylacyjną (ponownie smarując szlif), w chłodnicy zamontować termometr, sprawdzić poprawność podłączenia węży doprowadzających i odprowadzających wodę chłodzącą.

Podłączyć zasilacz do płaszcza grzejnego oraz do gniazdka elektrycznego. Rozpocząć ogrzewanie początkowo ustawiając pokrętkę zasilacza na ok. 1/3 mocy maksymalnej.

Gdy rozpocznie się destylacja pierwsze porcje destylatu (2 cm³) zebrać do cylindra miarowego i wylać do pojemnika na odpady organiczne. Następnie zbierać dalsze porcje destylatu do tego samego cylindra, po każdym zebranych 5 cm³ zapisać temperaturę wrzenia. Frakcje destylujące przy temperaturach mieszczących się w zakresie 10 stopni przelać do pierwszej suchej kolby stożkowej i kontynuować zbieranie destylatu (pierwsza frakcja zawiera głównie niżej wrzący rozpuszczalnik). Gdy temperatura zacznie ponownie wzrastać nadal zbierać destylat zapisując temperaturę, ale umieszczać go w drugiej suchej kolbie stożkowej (frakcje pośrednie zawierają mieszaninę rozpuszczalników niemożliwą do rozdestylowania przy tej długości kolumny). Gdy temperatura ponownie się ustabilizuje kontynuować zbieranie destylatu i notowanie temperatur, trzecią frakcję zebrać do trzeciej suchej kolby stożkowej – zawiera ona głównie wyżej wrzący rozpuszczalnik.

UNIwersytet Rolniczy w Krakowie

KATEDRA CHEMII I FIZYKI

Destylację zakończyć (przez wyłączenie zasilania), gdy w kolbie okrągłodennej pozostanie już tylko niewielka ilość cieczy.

Środki ostrożności



Doświadczenie wykonywać pod włączonym digestorium.

Znajdujące się w mieszaninie rozpuszczalniki mogą być toksyczne lub niebezpieczne dla zdrowia (np. metanol, chloroform, dichlorometan) unikać kontaktu skóry i błon śluzowych oraz wdychania par. Większość rozpuszczalników jest łatwopalna (z stosowanych w tym ćwiczeniu wyjątkiem jest chloroform).

Płaszcz grzejny i autotransformator pracują pod napięciem 230V prądu zmiennego – grozi porażeniem elektrycznym w przypadku uszkodzenia przewodów lub w/w urządzeń.

Aceton używany do mycia jest łatwopalny.

Postępowanie z odpadami

Pierwsze porcje destylatu, frakcję pośrednią i resztki z kolby okrągłodennej umieścić w pojemniku na odpady organiczne. Czyste frakcje rozpuszczalników przekazać asystentowi prowadzącemu ćwiczenie.

Wykorzystane w ćwiczeniu szkło laboratoryjne należy umyć ciepłą wodą z dodatkiem detergentu i pozostawić do dalszego mycia w odpowiednim naczyniu.

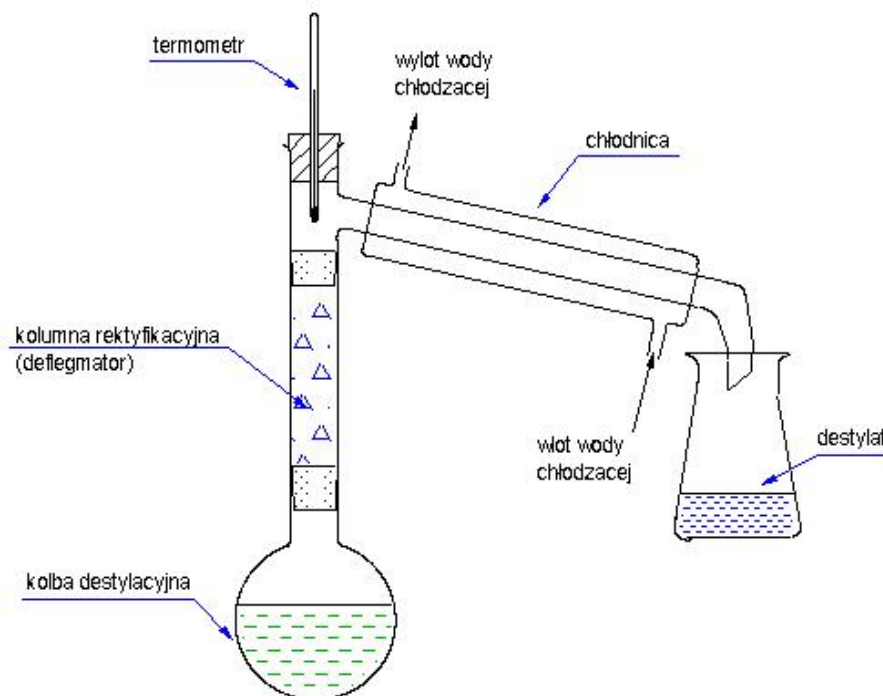
Sprawozdanie

W sprawozdaniu opisać przebieg doświadczenia. Sporządzić wykres zależności temperatury wrzenia mieszaniny (oś y) od zebranej objętości destylatu (oś x). Podać odpowiednie wnioski.

V. Destylacja frakcyjna . Wyodrębnianie etanolu z napoju alkoholowego.

Szkło i sprzęt laboratoryjny:

kolba okrągłodenna 250 cm³, kolumna destylacyjna (deflegmator), chłodnica destylacyjna, termometr, kolba stożkowa 25 lub 50 cm³ z korkiem, kolba stożkowa 100 cm³, lejek szklany, pipeta Mohra 10 cm³, szkiełko zegarkowe, płaszcz grzejny, zasilacz elektryczny



mailgrupowy.pl

Odczynniki: napój alkoholowy, kamyczki wrzenne, smar do szlifów

Wykonanie

W kolbie okrągłodennej o pojemności 250 cm³ umieścić ok. 150 cm³ napoju alkoholowego i dodać kilka kamyczków wrzennych. Następnie upewnić się, że wszystkie szlify służące łączeniu szklanej aparatury (kolba, kolumna destylacyjna, chłodnica destylacyjna, termometr) są czyste, suche i pokryte niewielką ilością smaru. Połączyć ze sobą elementy zestawu do destylacji, sprawdzić poprawność połączenia węży gumowych doprowadzających i odprowadzających wodę z chłodnicy. Ustawić powolny przepływ wody przez chłodnicę i rozpocząć ogrzewanie na płaszczu grzejnym (ok. 40% mocy). Zbierać destylat aż do osiągnięcia temperatury 85 °C, po czym wyłączyć ogrzewanie.

10 cm³ uzyskanego destylatu odmierzyć suchą pipetą Mohra do zważonej suchej kolby z korkiem, zatkać kolbę i zważyć całość z dokładnością do 0,0001g. Na podstawie wyników ważenia obliczyć gęstość destylatu i oszacować w nim zawartość procentową etanolu posługując się poniżej umieszczoną tabelą.

Pod digestorium w obecności prowadzącego ćwiczenia wykonać próbę palności destylatu. W tym celu nalać ok. 1 cm³ destylatu na szkiełko zegarkowe i podpalić.

Środki ostrożności

Destylację oraz próbę palności wykonywać pod włączonym digestorium.

Płaszcz grzejny i jego zasilacz pracują pod napięciem 230V prądu zmiennego – istnieje ryzyko porażenia elektrycznego w przypadku uszkodzenia lub zalania wodą przewodów lub w/w urządzeń.



UNIwersytet Rolniczy w Krakowie

KATEDRA CHEMII I FIZYKI

Postępowanie z odpadami

Zawartość kolby okrągłodennej ostrożnie wylać do zlewu tak, aby nie trafiły do niego kamyczki wrzenne. Kamyczki wyrzucić do pojemnika na stałe niepalne odpady chemiczne.

Zawartość procentowa etanolu [%]	Gęstość [g/cm ³]
40	0,937
45	0,926
50	0,916
55	0,904
60	0,893
65	0,881
70	0,869

Zawartość procentowa etanolu [%]	Gęstość [g/cm ³]
75	0,857
80	0,845
85	0,833
90	0,820
95	0,806
100	0,791

VI. Destylacja z parą wodną. Ekstrakcja olejku goździkowego z goździków.

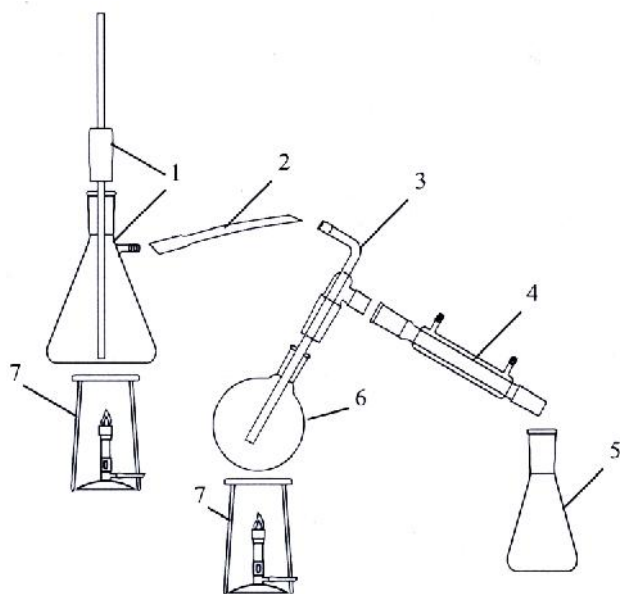
Szkło i sprzęt laboratoryjny:

zestaw do destylacji z parą wodną (kolba okrągłodenna 250 cm³, chłodnica wodna, kociołek do wytwarzania pary wodnej, grzałka elektryczna), palnik z trójnogiem i siatką ceramiczną, grzałka elektryczna, kolba stożkowa 250 cm³, dwie kolby stożkowe 100 cm³ z korkiem, lejek szklany, rozdzielacz, moździerz

Odczynniki: goździki, chlorek metylenu (dichlorometan), bezwodny siarczan(VI) magnezu, smar do szlifów

Wykonanie

W kolbie okrągłodennej umieścić ok. 2 łyżeczki roztartych w moździerzu goździków. Uzupełnić kolbę wodą do ok. połowy objętości i zamontować w zestawie. Sprawdzić szczelność połączeń szlifowych oraz poprawność podłączenia węży doprowadzających i odprowadzających wodę chłodzącą. Rozpocząć ogrzewanie wody w kociołku (wężyk doprowadzający powinien być niepodłączony do zestawu destylacyjnego!). Gdy woda w kociołku będzie już gorąca rozpocząć łagodne ogrzewanie kolby. Gdy z wężyka zacznie wydobywać się para wodna podłączyć go do zestawu destylacyjnego i zwiększyć intensywność ogrzewania. Pod chłodnicę postawić odbieralnik (kolbę stożkową bez szlifów). Gdyby prędkość destylacji była zbyt duża można zmniejszyć intensywność grzania kolby z goździkami lub kociołka.



Elementy zestawu do destylacji z parą wodną:

- 1 – kociołek do wytwarzania pary wodnej
- 2 – wąż gumowy
- 3 – rurka szklana doprowadzająca parę wodną
- 4 – chłodnica wodna
- 5 – odbieralnik
- 6 – kolba okrągłodenna
- 7 – ogrzewanie (palnik gazowy lub grzałka elektryczna)

mailgrupowy.pl

UNIwersytet Rolniczy w Krakowie

KATEDRA CHEMII I FIZYKI

Destylacja jest zakończona, gdy roztwór kapiący do odbieralnika stanie się całkowicie klarowny. W celu zakończenia destylacji wyłączyć ogrzewanie kolby oraz kociołka i odłączyć wężyk doprowadzający parę wodną do zestawu. Cały zestaw destylacyjny pozostawić do wystudzenia.

Znajdującą się w odbieralniku emulsję przenieść do rozdzielacza i dodać ok. 20 cm³ chlorku metylenu. Rozdzielacz zamknąć korkiem i wytrząsać przy czym kilkakrotnie otwierać korek w celu odpowietrzenia rozdzielacza, a następnie pozostawić do rozwarstwienia i ustabilizowania się warstw. Wtedy zlać dolną warstwę organiczną do kolby stożkowej i dwukrotnie powtórzyć powyższą procedurę ekstrakcji stosując kolejne porcje

20 cm³ chlorku metylenu. Po zebraniu trzech porcji warstwę wodną pozostałą w rozdzielaczu wylać do zlewu pod digestorium, a do rozdzielacza przenieść zebrane porcje roztworu organicznego. Dodać ok. 50 cm³ wody destylowanej i intensywnie wytrząsnąć. Po ustabilizowaniu się warstw część organiczną zlać do kolby stożkowej ze szlifem, a górną warstwę wodną wylać do zlewu pod digestorium.

Do zebranego w kolbie roztworu organicznego dodać porcję (jedną łyżkę) bezwodnego MgSO₄ i wymieszać. Jeśli po wymieszaniu cała dodana sól sklei się w jedną bryłę dodać kolejną porcję MgSO₄. Wymieszać i pozostawić na kilka minut aż do wyklarowania się roztworu. Po tym czasie roztwór przesączyć do czystej, suchej kolby stożkowej ze szlifem stosując lejek szklany i sączonek karbowany. Uzyskany roztwór przekazać asystentowi prowadzącemu ćwiczenie.



Środki ostrożności

Ekstrakcję destylatu chlorkiem metylenu wykonywać pod włączonym digestorium.

Chlorek metylenu jest szkodliwy i może być rakotwórczy – unikać kontaktu ze skórą i wdychania oparów.

Para wodna wydobywająca się z kociołka ma temperaturę przekraczającą 100 °C i może powodować poważne oparzenia – zachować ostrożność.

Postępowanie z odpadami

Zestaw do destylacji po wystudzeniu zdemontować. Pozostałość goździków w kolbie wyrzucić do kosza, a kolbę umyć ciepłą wodą z dodatkiem detergentu. Chłodnicę można przepłukać acetonem wylewając popłuczyny do pojemnika na zlewki acetonu.

VII. Ekstrakcja i chromatografia. Rozdział barwników obecnych w zielonych liściach.

Szkło: moździerz porcelanowy, dwie kolbki stożkowe o poj. 100 cm³ z korkiem, szkiełko zegarkowe, cylinder miarowy 25 cm³, pipetka Pasteura, komora chromatograficzna lub słoik z zakrętką, kapilara

Odczynniki: zielone liście, piasek, metanol, eter naftowy, bezwodny siarczan(VI) magnezu, eluent (mieszanka eteru naftowego, toluenu i etanolu w stosunku objętościowym 9:3:1), płytka TLC

Wykonanie

Do moździerza włożyć 1 większy rozdrobniony liść, dosypać ok. ½ łyżeczki piasku i dodać ok. 20 cm³ metanolu. Całość ucierać intensywnie do uzyskania jednolitej zawiesiny. Uzyskaną zawiesinę przenieść do kolbki stożkowej z korkiem (kolba „A”) i wytrząsać z ok. 15 cm³ eteru naftowego. Pozostawić na chwilę do ustabilizowania warstw i górną warstwę (fazę organiczną) zdekantować do drugiej suchej kolbki stożkowej z korkiem (kolba „B”). Wytrząsanie zawartości kolby „A” powtórzyć z drugą porcją eteru naftowego; uzyskaną fazę organiczną dodać do kolby „B”. Do połączonych zielonych ekstraktów w kolbie „B” dodać łyżeczkę bezwodnego MgSO₄, wymieszać i pozostawić aż do wyklarowania się roztworu. Następnie roztwór zlać ostrożnie znad osadu na szkiełko zegarkowe i pozostawić pod digestorium do zatężenia do objętości ok. 2 cm³.

Przygotować komorę chromatograficzną (słoik z zakrętką) nalewając eluent na wysokość nie większą niż 0,5 cm, po czym ją zamknąć; komora musi pozostawać zamknięta w celu nasycenia jej wnętrza parami eluentu.

Na płytce TLC zaznaczyć ołówkiem linię startową w odległości ok. 1 cm od dołu płytki. Zatężony ekstrakt nabrać do szklanej kapilary na wysokość ok. 1,5 cm i nanieść na środek linii startowej. Nanoszenie wykonać tak, aby utworzona plamka miała średnicę nie większą niż ok. 1-2 mm. Plamkę powstałą po naniesieniu ekstraktu każdorazowo wysuszyć suszarką. Nanoszenie i suszenie plamki powtarzać aż do nałożenia całego ekstraktu na płytkę. Następnie płytkę wysuszyć suszarką i włożyć pionowo do komory chromatograficznej (słoika)(patrz rysunek), tak aby plamka z ekstraktem znajdowała się **powyżej** poziomu eluentu w komorze, zamknąć komorę (słoik) i pozostawić bez poruszania aż do momentu, gdy czoło eluentu wzniesie się na wysokość ok. 1 cm od górnej krawędzi płytki. Płytkę wyjąć z komory. Tuż po wyjęciu płytki należy zaznaczyć na niej ołówkiem czoło eluentu oraz obrysować wszystkie barwne plamki. Jeśli to możliwe, to sfotografować płytkę, gdyż z czasem barwy plamek ulegają zmianom. Policzyc ilość barwników w ekstrakcie, obliczyć ich współczynniki R_f oraz przyporządkować karoten, chlorofil *a*, chlorofil *b* i ksantofile do odpowiednich plamek. Płytkę TLC dołączyć do sprawozdania.

Środki ostrożności

Użyte rozpuszczalniki są łatwopalne.

Rozcieranie, odparowywanie rozpuszczalnika z szalki Petriego i suszenie płytki wykonywać pod włączonym digestorium. Komorę chromatograficzną można używać na stole laboratoryjnym.

Metanol jest toksyczny, eter naftowy jest niebezpieczny dla zdrowia – unikać kontaktu ze skórą i błonami śluzowymi oraz wdychania par.

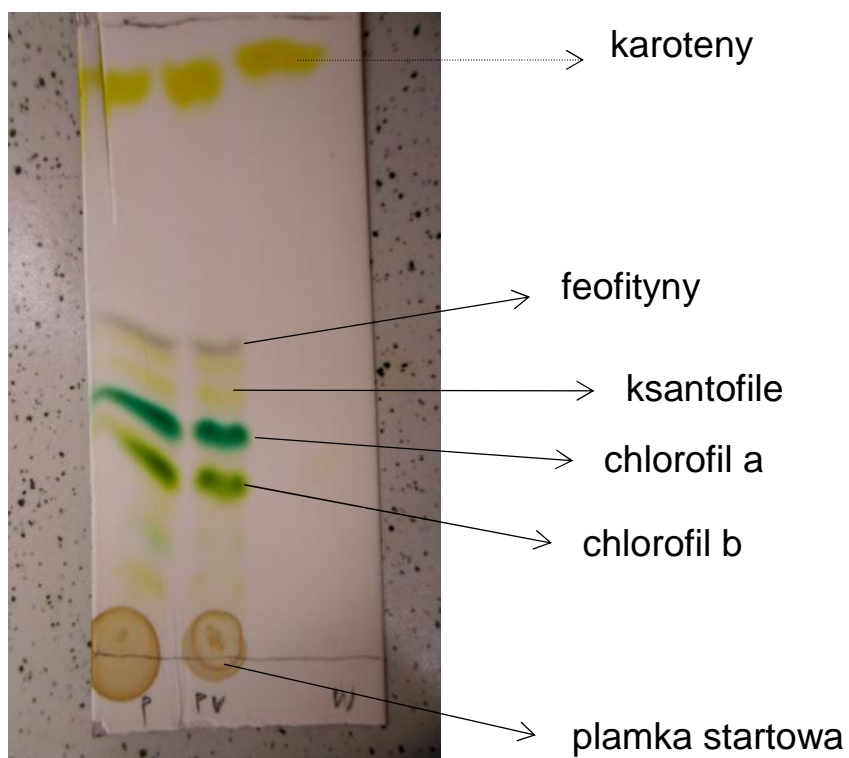


Postępowanie z odpadami

Zawiesinę rozdrobnionych liści oraz pozostały ekstrakt organiczny wylać do pojemnika na ciekłe odpady organiczne nie zawierające chlorowcopochodnych.



Przykład komory chromatograficznej z umieszczoną w niej płytką TLC



Przykładowa płytka TLC po rozdzieleniu karotenoidów zawartych w liściach.

VIII. Ekstrakcja i chromatografia. Rozdział barwników obecnych w przecierze pomidorowym.

Szkło i sprzęt laboratoryjny:

2 kolby stożkowe 100 cm³ z korkiem, cylinder miarowy 25 cm³, 2 komory chromatograficzne (słoiki z zakrętkami), szkiełko zegarkowe, kapilara

Odczynniki: przecier pomidorowy, toluen, chloroform, bezwodny siarczan(VI) magnezu, 2 płytki TLC

Wykonanie

Około dwu łyżeczek przecieru pomidorowego przenieść do kolby stożkowej z korkiem i czterokrotnie ekstrahować małymi porcjami (po ok. 10 cm³) toluenu każdorazowo wstrząsając energicznie przez ok. 2 minuty, tak aby faza organiczna przybrała intensywnie pomarańczową barwę. Ekstrakty ostrożnie zlewać do suchej kolby stożkowej z korkiem zawierającej na dnie kilkumilimetrową warstwę bezwodnego siarczanu(VI) magnezu. Po dodaniu ostatniego ekstraktu całość energicznie wymieszać i pozostawić do wyklarowania się roztworu nad osadem. Jeśli po trzech minutach roztwór nadal jest mętny, to należy dodać więcej środka suszącego (bezwodnego siarczanu(VI) magnezu), wymieszać i ponownie poczekać ok. trzech minut. Następnie roztwór znad osadu ostrożnie przelać na szkiełko zegarkowe umieszczone pod digestorium i pozostawić do zatężenia.

Przygotować dwie płytki TLC szerokości ok. 1,5 cm. W odległości 1,5 cm od krótszego boku płytki bardzo delikatnie narysować ołówkiem linię startu. Następnie za pomocą szklanej kapilary zatężony roztwór nanosić na płytki TLC w połowie linii startowej. Roztwór nanosić na płytki tak, aby utworzona plamka miała jak najmniejszą średnicę. Po naniesieniu każdej, niewielkiej porcji roztworu płytkę należy wysuszyć suszarką. Na obie płytki nanieść taką ilość roztworu, aby powstała plamka miała intensywnie pomarańczową barwę.

Następnie wlać eluenty do obu komór chromatograficznych: do pierwszej czysty toluen, do drugiej – toluen z chloroformem w stosunku objętościowym 9:1. Warstwa eluentu na dnie komory nie powinna przekraczać 5 mm. Do obu komór chromatograficznych włożyć po jednej płytce TLC, zamknąć komory i obserwować powolne rozwijanie chromatogramów. Płytki należy wyjąć z komór chromatograficznych zanim czoło eluentu osiągnie górny brzeg płytki. Tuż po wyjęciu płytki należy zaznaczyć na niej ołówkiem czoło eluentu oraz obrysować wszystkie barwne plamki. Jeśli to możliwe, to sfotografować płytki, gdyż z czasem barwy plamek ulegają zmianom.



Środki ostrożności

Toluen jest łatwopalny.

Odparowywanie rozpuszczalnika ze szkiełka zegarkowego i suszenie płytki wykonywać pod włączonym digestorium. Komorę chromatograficzną można używać na stole laboratoryjnym.

Toluen i chloroform są szkodliwe – unikać kontaktu ze skórą i błonami śluzowymi oraz wdychania par.

Postępowanie z odpadami

Przecier pomidorowy po ekstrakcji wyrzucić do pojemnika na ciekłe odpady organiczne bez chlorowcopochodnych. Pozostały na szkiełku zegarkowym ekstrakt przenieść do odpowiedniej kolby podpisanej „Ekstrakt z przecieru pomidorowego”.

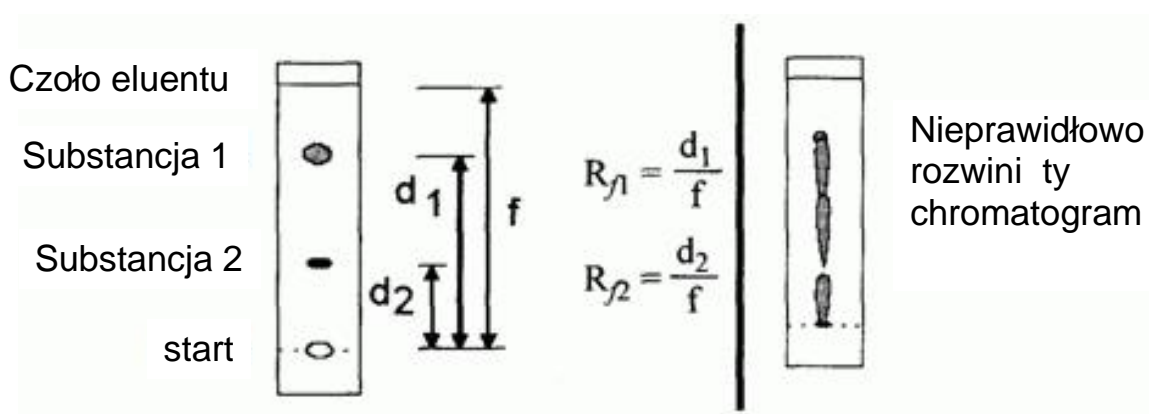
Sprawozdanie

Na podstawie otrzymanych wyników:

- określić który z badanych eluentów lepiej **rozdziela** mieszaninę
- podać przyczyny takiego zachowania się składników mieszaniny pod wpływem zastosowanych eluentów

- c) obliczyć współczynniki R_f dla chromatogramu, na którym rozdział składników mieszaniny był lepszy. W tym celu należy zmierzyć odległość od linii startowej do czoła plamek poszczególnych składników. R_f obliczyć jako stosunek odległości plamki do odległości czoła rozpuszczalnika. Porównać współczynniki R_f i wytłumaczyć różnice między nimi w oparciu o budowę poszczególnych barwników.

Przykład wyznaczania współczynnika R_f



kii3.ntf.uni-lj.si

IX. Chromatografia. Rozdział barwników obecnych w pisakach.

Szkło: komora chromatograficzna (słoik z zakrętką)

Odczynniki: 6 pisaków, eluent: mieszanina propanol-woda (1:1), gruba bibuła

Wykonanie

Z grubej bibuły wyciąć pasek o wymiarach 4,5 na 8 cm. Bardzo delikatnie **ołówkiem** narysować linię startu 1,5 cm od krótszego boku płytki. Na linii startowej zaznaczyć **ołówkiem** 6 punktów równo oddalonych od siebie oraz od brzegu płytki. Każdym z badanych pisaków nanieść dwie kropki na linię startową paska bibuły: jedną kropkę na linii startowej, a drugą przy przeciwległym końcu płytki (wg poniższego rysunku). Następnie wlać eluent do komory chromatograficznej na wysokość nie większą niż 5 mm, włożyć do niej pasek bibuły z naniesionymi kropkami tuszy, zamknąć komorę i obserwować powolne rozwijanie chromatogramu. Pasek bibuły należy wyjąć z komory chromatograficznej zanim czoło eluentu dojdzie do plamek zaznaczonych na górze płytki. Tuż po wyjęciu należy zaznaczyć na bibule ołówkiem czoło eluentu. Policzyc ilość barwników obecnych w poszczególnych pisakach, obliczyć współczynniki R_f dla wszystkich pojawiających się barwników i ocenić czy w różnych pisakach obecne są te same barwniki. Bibułę z plamkami poszczególnych barwników dołączyć do sprawozdania.

Postępowanie z odpadami

Eluent pozostawić w komorze chromatograficznej dla pozostałych grup ćwiczeniowych lub też wylać do zbiornika na ciekłe odpady organiczne bez chlorowcopochodnych.

