III.

Metody rozdzielania mieszanin

Zagadnienia

- Rodzaje i podział mieszanin
- Różnice między związkiem chemicznym a mieszaniną
- Metody rozdzielania mieszanin
    - Chromatografia
    - Krystalizacja
    - Ekstrakcja
    - Filtracja
    - Destylacja

Karty charakterystyk substancji niebezpiecznych znajdują się na końcu instrukcji

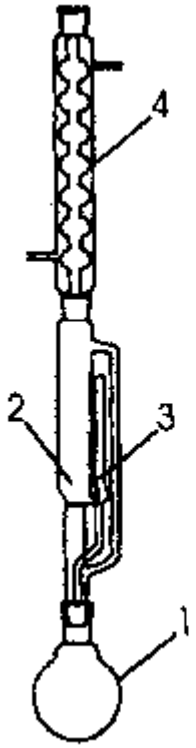
Ćwiczenie 1

Ekstrakcja ciągła w aparacie Soxhleta

Odczynniki:	Sprzęt laboratoryjny:
• Świeża trawa • Etanol (lub aceton)	• Kolba okrągłodenna • Aparat Soxhleta • Chłodnica zwrotna • Płaszcz grzejny • Gilza (lub bibułka) • Porcelanka

Wykonanie ćwiczenia:

Odważyć 2 g świeżej trawy. Przenieść odważoną próbkę do gilzy, od góry gilzę zamknąć i całość umieścić w nasadce ekstrakcyjnej. Do kolby okragłodennej wprowadzić kamyki wrzenne i wlać ok. 200 ml etanolu lub acetonu. Kolbę umieścić w płaszczu grzejnym, zamontować na niej aparat Soxhleta i chłodnice zwrotną (Rys. 1). Włączyć przepływ wody chłodzącej i rozpocząć ogrzewanie. Utrzymywać stan łagodnego wrzenia przez 1 godzinę. Wyłączyć ogrzewanie, zawartość kolby okrągłodennej przenieść na wyparkę rotacyjną i zatężyć mieszaninę chlorofili do objętości 10 ml. Następnie wykonać rozdział za pomocą chromatografii stosując jako eluent heksan i aceton w stosunku 6:1.



1 - kolba destylacyjna

2 - ekstraktor

3 - rurka przelewowa

4 - chłodnica zwrotna

Rys. 1 Schemat zestawu do ekstrakcji ciągłej w aparacie Soxhleta

Ćwiczenie 2

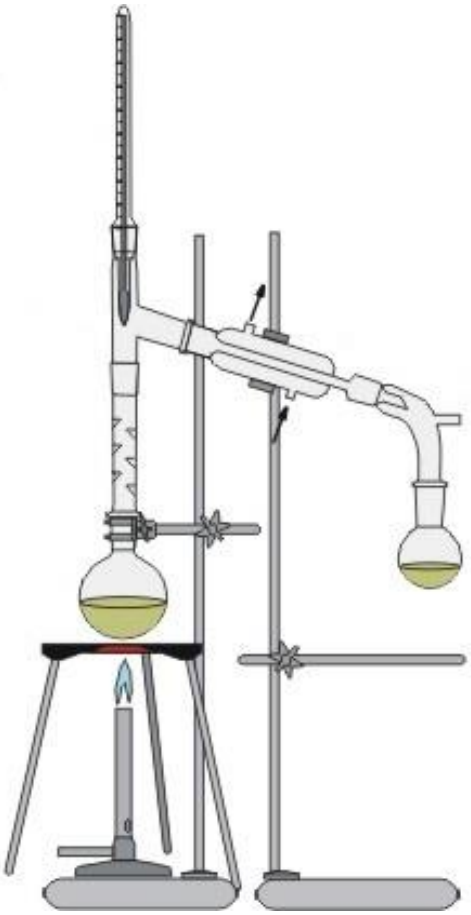
Destylacja prosta

Odczynniki:	Sprzęt laboratoryjny:
• Woda + etanol • Woda + aceton	• Kolba okrągłodenna • Chłodnica Liebiga • Termometr • Nasadka destylacyjna • Przedłużacz • Odbieralniki • Cylinder miarowy • Płaszcz grzejny • Porcelanka

Wykonanie ćwiczenia:

Przygotować mieszaninę wody i acetonu lub wody i etanolu Przed przystąpieniem do destylacji sprawdzić temperaturę wrzenia składników mieszaniny. Zmontować zestaw do destylacji prostej według schematu (Rys. 2). Mieszaninę wlać do kolby destylacyjnej (powinna być wypełniona co najwyżej do połowy). Aby zapobiec przegrzaniu cieczy, wrzucić do kolby kawałeczki porcelany. Kolbę połączyć z chłodnicą Liebiega, umieścić termometr (jego koniec powinien sięgać na wysokość bocznej

rurki nasadki) i odbieralnik destylatu. Przed przystąpieniem do części doświadczalnej zgłosić prowadzącemu gotowość układu destylacyjnego do pracy. Odkręcić dopływ wody do chłodnicy i sprawdzić szybkość przepływu przez chłodnicę. Włączyć ogrzewanie i obserwować zmiany temperatury na termometrze. Proces prowadzić do momentu, gdy temperatura po okresie utrzymywania się na stałym poziomie, ponownie zacznie wzrastać. Destylację przerwać przez wyłączenie ogrzewania. Po około 5 minutach zamknąć dopływ wody do chłodnicy. Otrzymany destylat zlać do cylindra i odczytać jego objętość.



Rys. 2 Schemat do destylacji prostej

Ćwiczenie 3

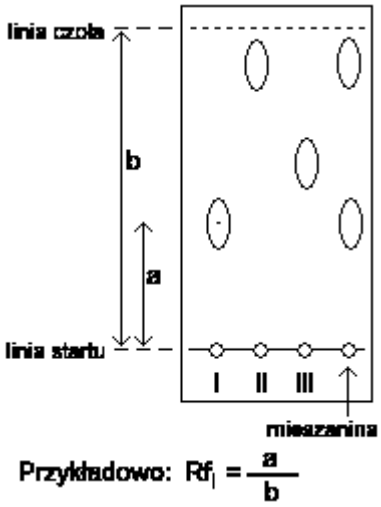
Chromatografia cienkowarstwowa

Odczynniki:	Sprzęt laboratoryjny:
• Mieszanina porfiryn • Kolorowe mazaki • Etanol	• Komora chromatograficzna • Płytka chromatograficzna • Kapilara • Pęseta • Linijka i ołówek

Wykonanie ćwiczenia:

Do komory chromatograficznej nalać etanolu (faza ruchoma) na wysokość 0,5 cm, następnie komorę szczelnie zamknąć. Na płytce chromatograficznej zaznaczyć linię startu w odległości 2 cm od dolnej krawędzi oraz linię mety w odległości 1 cm od górnej krawędzi. Na linię startu nanieść za pomocą kapilary mieszaninę porfiryn lub atrament z mazaka. Następnie po wysuszeniu umieścić płytkę w komorze chromatograficznej, zanurzając jej krawędź w fazie ruchomej i rozwijać do linii docelowej. Płytkę wyjąć pozostawić do wyschnięcia. Składniki barwne są widoczne w postaci kolorowych plamek (Rys. 3). Obliczyć wartość współczynników retencji tzw. wartość Rf poszczególnych składników mieszaniny.

Rf = odległość pomiędzy linią startu a środkiem plamki / odległość pomiędzy linią startu a linią czoła



Rys. 3 Rozdział barwników na płytce chromatograficznej

Ćwiczenie 4

Krystalizacja PbI_2

Odczynniki:	Sprzęt laboratoryjny:
• 0,1 mol/dm^3 KI • 0,25 mol/dm^3 $Pb(NO_3)_2$ • 2 mol/dm^3 CH_3COOH	• Probówki • Cylinder miarowy • Łyżeczka metalowa • Zestaw do sączenia: lejek prosty z sączkiem • Zlewka • Palnik gazowy

Wykonanie ćwiczenia:

Do probówki wlać 10 cm^3 0,1 mol/dm^3 roztworu KI i 1 cm^3 0,25 mol/dm^3 roztworu $Pb(NO_3)_2$. Powstały osad przesączyć i rozdzielić na dwie części do probówek. Do pierwszej części osadu dodać

10 cm^3 wody destylowanej i ogrzewać w probówce nad palnikiem gazowym do całkowitego rozpuszczenia. Następnie zawartość probówki oziębić. Do drugiej probówki z osadem dodać 10 cm^3 2 mol/dm^3 CH_3COOH i ogrzać do rozpuszczenia osadu. Probówkę oziębić. Porównać osady otrzymane po obu krystalizacjach z osadem pierwotnym. Zapisać obserwacje i równania reakcji w formie cząsteczkowej i jonowej.

Ćwiczenie 5

Krystalizacja mocznika

Odczynniki:	Sprzęt laboratoryjny:
• Mocznik (zanieczyszczony) • Etanol • Węgiel aktywny	• Kolba destylacyjna 50 cm^3 • Chłodnica zwrotna • Cylinder miarowy • Płaszcz grzejny • Zestaw do sączenia: lejek prosty z sączkiem • Zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem: kolba ssawkowa, lejek Buchnera, sączek

Wykonanie ćwiczenia:

Naważyć 10 g mocznika i około 0,4 węgla aktywnego, następnie umieścić w kolbce okrągłodennej i dodać 10 cm^3 wody destylowanej. Zamontować zestaw do ogrzewania pod chłodnicą zwrotną. Doprowadzić mieszaninę do wrzenia Przesączyć wrzący roztwór szybko przez lejek z karbowanym sączkiem i pozostawić przesącz do ostygnięcia. Otrzymane kryształy przesączyć na lejku Buchnera pod zmniejszonym ciśnieniem, przemyć etanolem i pozostawić do wysuszenia w temperaturze pokojowej. Preparat należy zważyć i obliczyć wydajność krystalizacji.

Ćwiczenie 6

Ekstrakcja jodu

Odczynniki:	Sprzęt laboratoryjny:
• 0,01 mol/dm^3 roztworu I_2 w KI • Czterochlorek węgla CCl_4	• Cylinder miarowy • Pipeta • Rozdzielacz 50 cm^3 • Zlewki • Lejek szklany

Uwaga: wszystkie czynności wykonać pod dygestorium!

Wykonanie ćwiczenia:

Przed przystąpieniem do ćwiczenia sprawdzić szczelność wybranego rozdzielacza. Przy pomocy cylindra miarowego wlać do rozdzielacza 10 cm^3 wody i dodać pipetą 1 cm^3 0, 01 mol/dm^3 roztworu jodu w jodku potasu. Brunatne zabarwienie roztworu pochodzi od jonu I_3^-. Następnie odmierzyć 5 cm^3 CCl4 i wlać do rozdzielacza. Rozdzielacz zamknąć korkiem i ostrożnie wytrząsać. Poczekać na rozdzielenie się faz (uchylić na chwilę korek rozdzielacza w celu usunięcia par CCl4) i ponownie wytrząsać. Jod przechodzi do fazy organicznej, która przyjmuje zabarwienie fioletowe. Umieścić rozdzielacz w statywie i pozostawić do całkowitego rozdzielenia się fazy wodnej i organicznej. Następnie fazę organiczną zlać do małej zlewki, a ekstrakcję powtórzyć z taką samą (5 cm^3) porcją CCl_4. Po zakończeniu ekstrakcji fazę organiczną i wodną rozdzielić do dwóch różnych zlewek. Przeprowadzić dla porównania ekstrakcję jednokrotną. W tym celu do rozdzielacza należy wlać 10 cm^3 wody, 1 cm^3 jodu w jodku potasu i 10 cm^3 CCl_4. Należy porównać intensywność zabarwienia fazy organicznej podczas dwukrotnej ekstrakcji. Jak zmienia się stężenie jodu w tych roztworach? Porównać barwę wyjściowego roztworu jodu w jodku potasu z barwą fazy wodnej po dwukrotnej i po jednokrotnej ekstrakcji, które z doświadczeń pozwoliło lepiej wydzielić jod z fazy wodnej? Zapisać obserwacje i wnioski wyciągnięte z przeprowadzonych doświadczeń.

Ćwiczenie 7

Filtracja (sączenie)

Odczynniki:	Sprzęt laboratoryjny:
• 2 mol/dm^3 $Ca(OH)_2$ • 2 mol/dm^3 $K_2C_2O_4$	• Zestaw do sączenia: zlewka, lejek prosty, sączek, bagietka szklana • Zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem: kolba ssawkowa, lejek Buchnera, sączek • Szkiełka zegarkowe • Tryskawka • Statyw metalowy, łapa okragła

Wykonanie ćwiczenia:

W dwóch zlewkach przeprowadzić reakcję strącania osadu szczawianu wapnia. W tym celu do każdej wlać po 5 cm^3 roztworu $Ca(OH)_2$ i 5 cm^3 roztworu $K_2C_2O_4$. Powstały w obu zlewkach osad CaC_2O_4 oddzielić od roztworu poprzez sączenie. W tym celu przygotować dwa zestawy do sączenia. Pierwszy osad przesączyć przez lejek prosty umocowany za pomocą kółka w statywie metalowym, pod lejkiem umieścić zlewkę w celu odbierania przesączu. Rurka lejka powinna dotykać ścianki zlewki, aby spadające krople cieczy nie rozpryskiwały się. Rurka lejka nie powinna dotykać ani zanurzać się w przesączu!. Wybrać odpowiedni sączek do wielkości lejka i umieścić go tak aby szczelnie przylegał do jego ścianek. Sączek na lejku należy zmoczyć wodą destylowaną z tryskawki. Gdy woda ścieknie, w lejku z dobrze uformowanym i założonym sączkiem powinien utrzymywać się słupek cieczy (to znacznie przyśpiesza proces sączenia). Zawiesinę osadu z roztworem macierzystym przelać na sączek po bagietce, aby ciecz nie rozpryskiwała się. Ścianki zlewki spłukać wodą destylowaną i ponownie

wlać na sączek. Osad zebrany na sączku przemyć wodą destylowaną za pomocą tryskawki i przenieść na szkiełko zegarkowe. Po wysuszeniu sączek z osadem zważyć. Mieszaninę z drugiej zlewki rozdzielić za pomocą sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem. Przygotować sączek i umieścić go na lejku Buchnera, osadzonym w korku gumowym zamykającym szyjkę kolby ssawkowej podłączonej do pompki wodnej. Należy odkręcić wodę w kranie i przelać mieszaninę na sączek. Po zakończeniu sączenia odłączyć lejek a następnie zakręcić kran odcinając dopływ wody. Sączek z osadem przenieść na szkiełko zegarkowe, po wysuszeniu zważyć. Porównać obie metody filtracji, zapisać obserwacje i wnioski.

LITERATURA

1. M. J. Sienko, R. A. Plane, Chemia. Podstawy i zastosowanie. WNT Warszawa 1993
2. D. Bodzek, Skrypt do ćwiczeń z chemii ogólnej i organicznej, ŚlAM Katowice 1998
3. Z. Szmal, T. Lipiec, Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej, PZWL Warszawa 1996
4. R. Lewandowski, Pracownia preparatyki nieorganicznej, WSiP Warszawa 1997

WYCIĄG Z KART CHARAKTERYSTYKI SUBSTANCJI NIEBEZPIECZNYCH			
Etanol C_2H_5OH	 NIEBEZPIECZEŃSTWO	Nr CAS 64-17-5	Masa cząsteczkowa 60,1 g/mol
	H225 Wysoce łatwopalna ciecz i pary. **H319** Działa drażniąco na oczy		
	P210 Przechowywać z dala od źródeł ciepła, gorących powierzchni, źródeł iskrzenia, otwartego ognia i innych źródeł zapłonu. Nie palić. **P305 + P351 + P338** W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO OCZU: Ostrożnie płukać wodą przez kilka minut. Wyjąć soczewki kontaktowe, jeżeli są i można je łatwo usunąć. Nadal płukać.		
Aceton C_3H_6O	 NIEBEZPIECZEŃSTWO	Nr CAS 67-64-1	Masa cząsteczkowa 58,08 g/mol
	H225 Wysoce łatwopalna ciecz i pary. **H319** Działa drażniąco na oczy. H336 Może wywoływać uczucie senności lub zawroty głowy.		
	P210 Przechowywać z dala od źródeł ciepła, gorących powierzchni, źródeł iskrzenia, otwartego ognia i innych źródeł zapłonu. Nie palić. **P233** Przechowywać pojemnik szczelnie zamknięty. **P240** Uziemić i połączyć pojemnik i sprzęt odbiorczy. **P241** Używać elektrycznego/ wentylującego/ oświetleniowego/ przeciwwybuchowego sprzętu. **P242** Używać nieiskrzących narzędzi. **P305 + P351 + P338** W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO OCZU: Ostrożnie płukać wodą przez kilka minut. Wyjąć soczewki kontaktowe, jeżeli są i można je łatwo usunąć. Nadal płukać.		
Jodek potasu KI	 UWAGA	Nr CAS 7681-11-0	Masa cząsteczkowa 166,01 g/mol
	H372 Powoduje uszkodzenie narządów (Tarczyca) poprzez długotrwałe lub wielokrotne narażenie drogą pokarmową.		
	P260 Nie wdychać pyłu/ dymu/ gazu/ mgły/ par/ rozpylonej cieczy. **P264** Dokładnie umyć ciało po użyciu. **P270** Nie jeść, nie pić i nie palić podczas używania produktu. **P314** W przypadku złego samopoczucia zasięgnąć porady/ zgłosić się pod opiekę lekarza. **P501** Zawartość/ pojemnik usuwać do autoryzowanego zakładu utylizacji odpadów.		
Azotan(V) ołowiu(II) $Pb(NO_3)_2$	 NIEBEZPIECZEŃSTWO	Nr CAS 10099-74-8	Masa cząsteczkowa 331,21 g/mol
	H272 Może intensyfikować pożar; utleniacz. **H302 + H332** Działa szkodliwie po połknięciu i w następstwie wdychania. **H317** Może powodować reakcję alergiczną skóry. **H318** Powoduje poważne uszkodzenie oczu. **H360FD** Może działać szkodliwie na płodność. Może działać szkodliwie na dziecko w łonie		

	matki. **H372** Powoduje uszkodzenie narządów (Krew, Centralny układ nerwowy, Układ odpornościowy, Nerka) poprzez długotrwałe lub powtarzane narażenie. **H410** Działa bardzo toksycznie na organizmy wodne, powodując długotrwałe skutki.		
	P210 Przechowywać z dala od źródeł ciepła, gorących powierzchni, źródeł iskrzenia, otwartego ognia i innych źródeł zapłonu. Nie palić. **P273** Unikać uwolnienia do środowiska. **P280** Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną/ ochronę oczu/ochronę twarzy/ochronę słuchu. **P304 + P340 + P312** W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO DRÓG ODDECHOWYCH: wyprowadzić lub wynieść poszkodowanego na świeże powietrze i zapewnić mu warunki do swobodnego oddychania. W przypadku złego samopoczucia skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ/lekarzem. **P305 + P351 + P338** W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO OCZU: Ostrożnie płukać wodą przez kilka minut. Wyjąć soczewki kontaktowe, jeżeli są i można je łatwo usunąć. Nadal płukać. **P308 + P313** W przypadku narażenia lub styczności: Zasięgnąć porady/zgłosić się pod opiekę lekarza.		
Kwas octowy CH_3COOH	 NIEBEZPIECZEŃSTWO	Nr CAS 64-19-7	Masa cząsteczkowa 60,05g/mol
	H226 Łatwopalna ciecz i pary. **H314** Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu.		
	P210 Przechowywać z dala od źródeł ciepła, gorących powierzchni, źródeł iskrzenia, otwartego ognia i innych źródeł zapłonu. Nie palić. **P280** Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną/ ochronę oczu/ ochronę twarzy. **P301 + P330 + P331** W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: wypłukać usta. NIE wywoływać wymiotów. **P303 + P361 + P353** W PRZYPADKU KONTAKTU ZE SKÓRĄ (lub z włosami): Natychmiast zdjąć całą zanieczyszczoną odzież. Spłukać skórę pod strumieniem wody. **P305 + P351 + P338** W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO OCZU: Ostrożnie płukać wodą przez kilka minut. Wyjąć soczewki kontaktowe, jeżeli są i można je łatwo usunąć. Nadal płukać.		
Tetrachlorek węgla CCl_4	 NIEBEZPIECZEŃSTWO	Nr CAS 56-23-5	Masa cząsteczkowa 153,82 g/mol
	H301 + H311 + H331 Działa toksycznie po połknięciu, w kontakcie ze skórą lub w następstwie wdychania. **H317** Może powodować reakcję alergiczną skóry. **H351** Podejrzewa się, że powoduje raka. **H372** Powoduje uszkodzenie narządów poprzez długotrwałe lub powtarzane narażenie. **H412** Działa szkodliwie na organizmy wodne, powodując długotrwałe skutki. **H420** Działa szkodliwie na zdrowie publiczne i środowisko poprzez niszczące oddziaływanie na ozon w górnej warstwie atmosfery.		
	P201 Przed użyciem zapoznać się ze specjalnymi środkami ostrożności. **P273** Unikać uwolnienia do środowiska. **P280** Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną/ ochronę oczu/ ochronę twarzy. **P301 + P310 + P330** W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ/ lekarzem. Wypłukać usta. **P302 + P352 + P312** W PRZYPADKU KONTAKTU ZE SKÓRĄ: umyć dużą ilością wody. W przypadku złego samopoczucia skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ/lekarzem. **P502** Przestrzegać wskazówek producenta lub dostawcy dotyczących odzysku lub wtórnego wykorzystania.		

<table>
<tr><td rowspan="3">Wodorotlenek wapnia
$Ca(OH)_2$</td><td>
NIEBEZPIECZEŃSTWO</td><td>Nr CAS
1305-62-0</td><td>Masa cząsteczkowa
74,09 g/mol</td></tr>
<tr><td colspan="3">H315 Działa drażniąco na skórę.
H335 Może powodować podrażnienie dróg oddechowych.
H318 Powoduje poważne uszkodzenie oczu.</td></tr>
<tr><td colspan="3">P280 Stosować rękawice ochronne/ ochronę oczu/ochronę twarzy.
P302 + P352 W PRZYPADKU KONTAKTU ZE SKÓRĄ: Umyć dużą ilością wody.
P305 + P351 + P338 + P310 W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO OCZU: Ostrożnie płukać wodą przez kilka minut. Wyjąć soczewki kontaktowe, jeżeli są i można je łatwo usunąć. Nadal płukać. Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ/ lekarzem.</td></tr>
<tr><td rowspan="3">Szczawian potasu
$K_2C_2O_4$</td><td>
UWAGA</td><td>Nr CAS
6487-48-5</td><td>Masa cząsteczkowa
184,24 g/mol</td></tr>
<tr><td colspan="3">H302 + H312 Działa szkodliwie po połknięciu lub w kontakcie ze skórą.</td></tr>
<tr><td colspan="3">P280 Stosować rękawice ochronne/ odzież ochronną.
P301 + P312 + P330 W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: W przypadku złego samopoczucia skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ/ lekarzem. Wypłukać usta.
P302 + P352 + P312 W PRZYPADKU KONTAKTU ZE SKÓRĄ: Umyć dużą ilością wody. W przypadku złego samopoczucia skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ/ lekarzem.</td></tr>
</table>