
PODSTAWOWE TECHNIKI PRACY LABORATORYJNEJ: OCZYSZCZANIE SUBSTANCJI PRZEZ DESTYLACJĘ I EKSTRAKCJĘ

CEL ĆWICZENIA

Zapoznanie studenta z metodami rozdziału mieszanin na drodze destylacji i ekstrakcji.

Zakres obowiązującego materiału

Destylacja. Destylacja frakcyjna. Temperatura wrzenia. Ekstrakcja. Prawo podziału Nernsta. Rozpuszczalność. Wysalanie. Roztwór: nienasycony, nasycony, przesycony. Rozpuszczanie związków z wiązaniami jonowymi i kowalencyjnymi w rozpuszczalnikach polarnych i niepolarnych. Azeotropia, azeotropy, pH roztworów wodnych, obliczenia związane z pH roztworów.

Literatura

- A. Bielański, "Podstawy chemii nieorganicznej", PWN, 2009.
- L. Pauling, P. Pauling, "Chemia", PWN, 1998.
- M.J. Sienko, R.A. Plane, "Chemia Podstawy i zastosowania", WNT, 2002.

Sprzęt:

kolba stożkowa - 250cm³
kolba kulista - 500cm³
chłodnica Liebiga
nasadka do destylacji
termometr (ze szlifem)
łapy
statyw
podnośnik
czasza grzejna
regulator mocy
porcelanka
lejek
szkiełko zegarkowe
rozdzielacz z korkiem
2 zlewki – 250 cm³
pH-metr (ew. papierki wskaźnikowe)
cylinder miarowy – 100 cm³
naczynko wagowe
waga

Odczynniki:

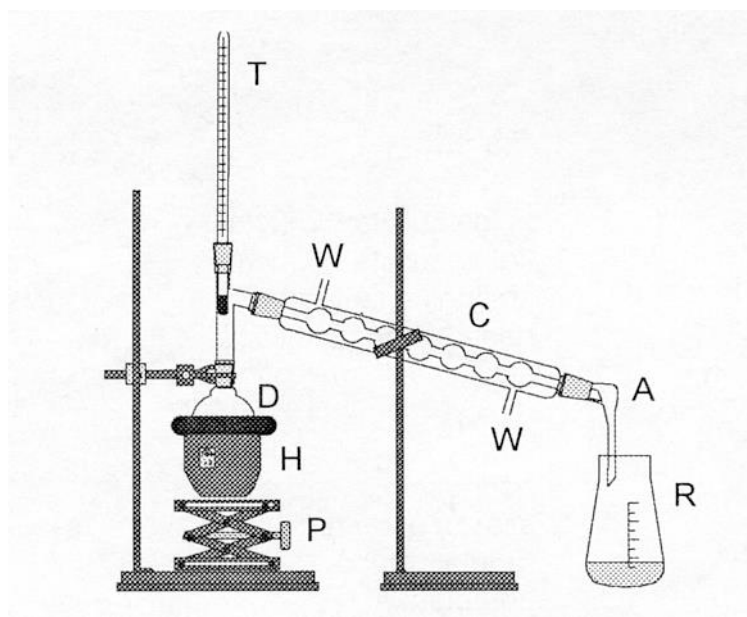
chloroformowy roztwór kwasu
2-hydroksybenzoesowego
wodny roztwór kwasu
2-hydroksybenzoesowego
chloroform
NaCl (stały)

OPIS WYKONANIA ĆWICZENIA

Zadanie 1

Destylacja

Okolo 250 cm^3 chloroformu zanieczyszczonego kwasem 2-hydroksybenzoesowym wlewamy do kolby kulistej (D) o pojemności 500 cm^3 zawierającej kawałki porcelanki. Kolbę umieszczamy w czaszy grzejnej (H) ustawionej na podnośniku (P) i przy pomocy łapy mocujemy ją do statywu. Chłodnicę Lebiega (C) z nasadką destylacyjną umieszczamy na odpowiedniej wysokości i łączymy z kolbą destylacyjną (D) a następnie przymocowujemy łapą do statywu (patrz schemat). Dolny wlot chłodnicy (W) łączymy z węzłem gumowym doprowadzającym zimną wodę, natomiast wlot górny (W) z węzłem gumowym odprowadzającym wodę z chłodnicy do zlewu. Jako odbieralnik podstawiamy kolbę stożkową (R) o poj. 250 cm^3 .



A-nasadka, C-chłodnica, D-kolba destylacyjna, H-czasza grzejna, R-odbieralnik, T-termometr, W-doprowadzenie i odprowadzenie wody do chłodnicy, P -podnośnik

Czaszę grzejną (H) łączymy przewodem z regulatorem mocy, który podłączamy do prądu. Początkowo pokrętko regulatora ustawiamy na połowę zakresu skali. Kiedy roztwór osiągnie temperaturę wrzenia zmniejszamy pokrętkiem regulatora moc grzania tak, aby zapewnić równomierne i niezbyt intensywne wrzenie mieszaniny w kolbie destylacyjnej. Destylację prowadzimy do momentu oddestylowania ok. 75% objętości mieszaniny. W trakcie doświadczenia kilkakrotnie sprawdzamy temperaturę wrzenia cieczy. Kroplę otrzymanego destylatu oraz mieszaniny poddanej destylacji наносimy na szkiełko zegarkowe i po ich odparowaniu obserwujemy różnice między nimi. Następnie roztwór z kolby destylacyjnej (po ostygnięciu) zlewamy w całości do butelki z napisem "Chloroform z kwasem 2-hydroksybenzoesowym", a destylat do butelki z napisem "Chloroform destylowany".

Po zakończeniu doświadczenia demontujemy zestaw do destylacji.

Zadanie 2 Ekstrakcja

UWAGA: przed przystąpieniem do ćwiczenia sprawdź szczelność rozdzielacza!

A. Około 20 cm^3 wody zawierającej kwas 2-hydroksybenzoesowy wlewamy do rozdzielacza. Przy pomocy pH-metru (ewentualnie papierka wskaźnikowego) sprawdzamy wartość pH tego roztworu i zapisujemy w tabeli I (opracowanie wyników). Do rozdzielacza z kwasem 2-hydroksybenzoesowym dodajemy 20 cm^3 destylowanego chloroformu. Rozdzielacz zamykamy korkiem szklanym i wstrząsamy przez około 3 minuty (pamiętaj o odprowadzeniu par chloroformu poprzez ostrożne otwarcie kranu rozdzielacza). Po tym czasie rozdzielacz umocowujemy w statywie i czekamy do momentu całkowitego rozdzielenia się warstw. Warstwę chloroformową (dolną) zlewamy do zlewki podstawionej pod rozdzielacz (pamiętamy przy tym o wyjęciu z rozdzielacza szklanego korka) i następnie wlewamy do butelki z napisem "Chloroform z kwasem 2-hydroksybenzoesowym". Sprawdzamy pH roztworu wodnego i zapisujemy jego wartość w tabeli I. Opisane powyżej czynności powtarzamy jeszcze dwukrotnie na tej samej porcji wodnego roztworu kwasu 2-hydroksybenzoesowego. Wartości pH uzyskane po kolejnych ekstrakcjach zapisujemy w tabeli I.

B. Do nowej porcji 20 cm^3 wodnego roztworu kwasu 2-hydroksybenzoesowego umieszczonego w rozdzielaczu dodajemy 2,5 g stałego NaCl i wstrząsamy do momentu rozpuszczenia się soli. Za pomocą pH-metru (ewentualnie papierka wskaźnikowego) sprawdzamy a następnie zapisujemy w tabeli I wartość pH wodnego roztworu tego kwasu. Do rozdzielacza dodajemy 20 cm^3 czystego chloroformu i wszystkie czynności wykonujemy tak jak opisano w części A. Ekstrakcję powtarzamy jeszcze dwukrotnie na tej samej porcji wodnego roztworu kwasu 2-hydroksybenzoesowego z dodatkiem NaCl. Wartości pH uzyskane po kolejnych ekstrakcjach zapisujemy w tabeli I.

C. Do 20 cm^3 wodnego roztworu kwasu 2-hydroksybenzoesowego znajdującego się w rozdzielaczu dodajemy jednorazowo 60 cm^3 czystego chloroformu i wstrząsamy jak opisano w części A. Po zlaniu warstwy chloroformu z kwasem 2-hydroksybenzoesowym i wlaniu go do odpowiednio opisanej butelki sprawdzamy i zapisujemy w tabeli I wartość pH warstwy wodnej pozostałej w rozdzielaczu.

OBSERWACJE I WYNIKI

Zadanie 1

Wygląd kropli roztworu użytego do destylacji oraz kropli destylatu po odparowaniu chloroformu

Zadanie 2

Porównaj wartości pH roztworów wodnych po kolejnych ekstrakcjach w zadaniu A a następnie w zadaniu B.

Porównaj wartości pH roztworów wodnych po jednokrotnej ekstrakcji z zadania C z wartością pH roztworu wodnego po trzech ekstrakcjach z zadania A.

OPRACOWANIE WYNIKÓW

Zadanie 1

Na podstawie obserwacji obu kropli roztworu przed i po destylacji wyjaśnij, na czym polega różnica pomiędzy nimi.

Zadanie 2

Zgodnie z podanym poniżej przykładem, oblicz dla kolejnych pomiarów i zapisz w tabeli I stężenie jonów H^+ , stężenie niezdysojowanego kwasu w warstwie wodnej oraz całkowite stężenie kwasu w warstwie wodnej.

Przykładowe obliczenia

Dla roztworu o $pH=3,5$ (przykładowa wartość pH użyta do obliczeń) stężenie jonów wodorowych wyznaczamy ze wzoru:

$$pH = -\log[H^+] \quad \text{stad} \quad [H^+] = 10^{-pH}$$

czyli

$$[H^+] = 10^{-3,5} = 0,000316 \text{ mol/dm}^3 = 3,16 \cdot 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$$

Ponieważ badany kwas jest jednoprotnowy (HA) i dysocjuje wg. równania



stężenie zdysocjowanego kwasu w roztworze wodnym wynosi:

$$[A^-] = [H^+] = 3,16 \cdot 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$$

Stężenie niezdysojowanego kwasu [HA] obecnego w warstwie wodnej, obliczymy korzystając ze wzoru na stałą dysocjacji (pK_1 dla kwasu 2-hydroksybenzoesowego wynosi 2,969)

$$pK_1 = -\log K_1 \quad \text{stad} \quad 2,969 = -\log K_1 \quad \text{czyli} \quad K_1 = 0,001074$$

$$K_1 = \frac{[A^-][H^+]}{[HA]} \quad [HA] = \frac{[A^-][H^+]}{K_1}$$

[HA] -stężenie niezdysojowanego kwasu,
 K_1 -stała dysojacji kwasu.

dla naszego przykładu:

$$[HA] = \frac{3,16 \cdot 10^{-4} \cdot 3,16 \cdot 10^{-4}}{0,001076} = 0,000093 \text{ mol/dm}^3 = 9,3 \cdot 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$$

Całkowite stężenie kwasu w warstwie wodnej jest sumą stężeń kwasu niezdysojowanego [HA] i zdysojowanego $[A^-]$, a zatem:

$$[A^-] + [HA] = 3,16 \cdot 10^{-4} \text{ mol/dm}^3 + 9,3 \cdot 10^{-5} \text{ mol/dm}^3 = 4,09 \cdot 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$$

Tabela I

Badany roztwór	Wartość pH	Stężenie jonów H^+ [mol/dm ³]	Stężenie kwasu niezdysojowanego w warstwie wodnej [mol/dm ³]	Całkowite stężenie kwasu w warstwie wodnej [mol/dm ³]
Wodny roztwór kwasu 2-hydroksybenzoesowego przed ekstrakcją				
Wodny roztwór po I ekstrakcji				
Wodny roztwór po II ekstrakcji				
Wodny roztwór po III ekstrakcji				
Wodny roztwór kwasu 2-hydroksybenzoesowego z NaCl przed ekstrakcją				
Wodny roztwór po I ekstrakcji z NaCl				
Wodny roztwór po II ekstrakcji z NaCl				
Wodny roztwór po III ekstrakcji z NaCl				
Wodny roztwór po jednokrotnej ekstrakcji 60 cm ³ CHCl ₃				

Jak zmienia się zawartość kwasu 2-hydroksybenzoesowego po jednokrotnej ekstrakcji dużą ilością chloroformu w porównaniu z trzykrotną ekstrakcją małymi porcjami chloroformu?

W jaki sposób dodatek NaCl wpływa na proces ekstrakcji kwasu 2-hydroksybenzoesowego z roztworu wodnego?

Ocena za kolokwium

Ocena za raport

Ocena za wykonanie ćwiczenia

Podpis prowadzącego