**Téma:** Kryštalizácia a destilácia

**Úloha č.1:** Príprava kyseliny dusičnej

**Princíp práce:**

Destilácia je čistiaca metóda, používa sa na oddeľovanie jednotlivých zložiek z kvapalných zmesí na základe rozdielnej teploty varu. Zmes sa zahreje do varu a pary, ktoré vznikli kondenzujú. S jednoduchou destiláciou nie je možné dokonale oddeliť zložky, preto je lepšie použiť frakčnú destiláciu. Ak chceme dosiahnuť dôkladné oddelenie zložiek musí sa teplota varu líšiť aspoň o 50°C a destilované látky nesmú vytvárať azeotropné zmesi.

Každá destilačná aparatúra má tri základné časti: varnú (destilačnú) banku, chladič a predlohu.

V dokonale hladkých nádobách vzniká utajený var. Vzniká pretože v nádobe nie je prítomný vzduch, ktorý by prinášal do kvapaliny pravidelne vzduch a vynášal pary na povrch. Preto sa do kvapaliny vkládajú malé porcelánové úlomky alebo sklenené guľôčky. Ak je jedna zo zložiek nestála pri vyššej teplote, používa sa destilácia pri zníženom tlaku. Destilácia s vodnou parou sa používa na oddelenie látok s podstatne vyššou teplotou varu ako má voda, pretože by mohol nastať nežiaduci rozklad.

Kyselina dusičná je silná kyselina, ale nie až taká silná ako je napríklad kyselina sírová. V laboratóriu sa pripravuje vytesňovaním KNO3 alebo NaNO3 pomocou H2SO4 a následnou destiláciou. Prebieha v dvoch stupňoch, pri teplote 80-90°C:

KNO3(s) + 2 H2SO4(aq) KHSO4 \* H2SO4(aq) + HNO3(aq)

Ďalším zahrievaním pri teplote 115 – 130⁰C vzniknutá podvojná soľ ďalej pôsobí na KNO3 podľa reakcie:

KNO3(s) +KHSO4 \* H2SO4(aq) 2 KHSO4(s) + HNO3(aq)

Sumárna reakcia má tvar:

KNO3(s) + H2SO4(aq) KHSO4(s) + HNO3(aq)

Chemikálie ktoré sme použili: dusičnan draselný ( KNO3 )

Kyselina sírová ( H2SO4 )

**Postup práce:**

1.Pripravíme si destilačnú aparatúru  
2.Odvážime si 20g KNO33.Banku položíme na pieskový kúpeľ

4.Do varnej banky s objemom 250 cm3 nasypeme KNO3 a hodíme porcelánové telieska  
5. Na naplnenej banke potrieme tukom zábrus a pripojíme Liebigov chladič, kde ako chladiace médium použijeme vodu

6.Pomocou lievika pridáme zriedenú kyselinu sírovú v pomere 1:1  
7.Nasadíme si ochranný štít a opatrne zahrievame

7.Počas destilácie kontrolujeme teplotu teplomerom s rozsahom do 150°C   
8.Ak teplota stúpne nad 120°C, tak to necháme ochladiť 9.Sledujeme ako sa destiluje HNO3  
10.Po ukončení necháme aparatúru ochladnúť, následne varnú banku odpojíme a vzniknuté pary v digestore pomocou stričky opláchneme  
11.Vzniknutú HNO3 nalejeme do odmerného valca a pyknometrom zmeriame hustotu

12.Všetky použité pomôcky umyjeme a upraceme

**Schéma:**

**Výpočty:**

w(H2SO4)=0,96

m(KNO3)=20g  
M(KNO3)=101,098g\*mol-1  
M(H2SO4)=98,016 g\*mol-1

M(HNO3)=63g\*mol-1ρ =(H2SO4 96%)=1,8355

V(H2SO4)=? Ml

KNO3 (s) + H2SO4 (aq) KHSO4 (aq) + HNO3 (aq)

ρ = = = = 0,198 mol

m(H2SO4)= ρ + M (H2SO4) \* υ = 0,198\*98,016\*1=19,41

x=1941/96=20,22

V(H2SO4)= = =11,016+ 30%nadbytok = 14,32 ml

HUSTOTA:

Objem HNO3= 11 ml = 0,011 l = 0,011dm3  
pyknometer so zátkou m1  8,41g

pyknometer s kyselinou dusičnou m2 21,660g

pyknometer s čistou vodou m3 18,947 g

ρ = = = =1,257

VÝŤAŽNOSŤ:

c(HNO3)= 8,392 mol\*dm-3 (podľa tabuľky najbližšie)

m(HNO3)= M(HNO3) \* V(HNO3) \* c(HNO3)=63\* 0,011 \* 8,392 = 5,815g

ρ =0,198 mol

n(HNO3) = 0,198 mol

m (HNO3) = n \* M (HNO3) = 0,198\* 63= 12,474g

ι= = \*100% = 0,4661\*100=46,61 %

**Záver:**

Pri zostavovaní destilačnej aparatúry začíname vždy z ľavej strany, kde je umiestnená varná banka, podľa toho pripevňujeme zvyšné časti aparatúry. Dbáme na to aby bola varná banka zasypaná v pieskovom kúpeli. Nezabudneme na varné telieska, aby sme predišli utajenému varu. Pri meraní hustoty s pyknometrom, kde máme kyselinu pracujeme radšej s rukavicou. Po vypočítaní nám vyšla 46,61% výťažnosť. Pri pripravovaní som použila 20g KNO3, hmotnosť H2SO4 bola 19,41g a hustota H2SO4 14,32ml. Pri meraní hustoty mal pyknometer so zátkou 8,4g, pyknometer s kyselinou dusičnou 21,660g a pyknometer s čistou vodou 18,947g. Čiže hustota vyšla 1,257. Hmotnosť HNO3 bola 5,815g a z toho vypočítaná výťažnosť vyšla 46,61%.

**Téma:** Destilácia a kryštalizácia

**Úloha č.2:** Voľná a prerušovaná kryštalizácia modrej skalice (CuSO4 . 5H2O)

**Princíp práce:**

Kryštalizácia je vylučovanie rozpustenej látky z roztoku, základ je rozdielna rozpustnosť za rôznych teplôt v dvoch rôznych rozpúšťadlách. Výsledkom kryštalizácie je tuhá látku v podobe kryštálov. Je to jedna z najbežnejších metód na oddeľovanie látok. Látka sa rozpúšťa len do určitej hodnoty, kým nevznikne nasýtený roztok. Rozpustnosť je množstvo látky v 100 g roztoku alebo v 100g (100cm3) rozpúšťadla za danej teploty. Roztok pred kryštalizáciou zvyčajne upravujeme a vytvárame nasýtený roztok napríklad pomocou zahrievania. Takýto roztok spoznáme tak, že na povrchu sa vytvorí tzv. kryštalizačná blana – tenká vrstva vytvorená z drobných kryštálov.

Veľkosť kryštálov je daná rýchlosťou a spôsobom ochladzovania:

1.prerušovaná kryštalizácia- horúci nasýtený roztok náhle ochladíme, kryštály sú drobné  
2.Voľná kryštalizácia- horúci nasýtený roztok necháme pomaly chladnúť, kryštály sú väčšie

Vylúčené kryštály oddelíme od roztoku odfiltrovaním, premyjeme a vysušíme. Vysokú čistotu látky dosiahneme opakovanou kryštalizáciou- rekryštalizáciou.

Chemikálie ktoré som použila: pentahydrát síranu meďnatého (CuSO4 . 5H2O), koncentrovaná kyselina dusičná, destilovaná voda

**Postup práce:**-Pri prerušovanej kryštalizácii:

1.Do kadičky som si odvážila 5g modrej skalice  
2.Rozpustila vo vypočítanom množstve vody

3.Roztok som zamiešala a ohriala až priviedla do varu, kedy sa mi na povrchu vytvorila tenká blana

4.Roztok som strčila do studenej vody a nechala chladnúť, vodu mením po oteplení

5.Malé kryštáliky, ktoré sa mi vykryštalizovali z môjho roztoku som vysušila medzi filtračným papierom

6. Vysušené a pozbierané množstvo som zvážila

7. Nakoniec som vypočítala výťažnosť

-Pri voľnej kryštalizácii:

1. Do kadičky si odvážim 5g modrej skalice

2. Rozpustila som ju vo vypočítanom množstve destilovanej vody

3. Rozmiešala som to a trochu ohriala aby sa modrá skalica dobre rozpustila

4. Prikryla vystrihnutým filtračným papierom a nechala týždeň kryštalizovať

5. Kryštály som odvážila a vypočítala výťažnosť

**Schéma:**

**Výpočty:**

35,48 g CuSO4 . 5H2O na 100g roztoku  
5g CuSO4 . 5H2O na x g   
x= 13,51g ( na nasýtený roztok pridáme 15g H2O)

Prerušovaná kryštalizácia:  
m1 prázdneho sklíčka: 34,52g  
m2 sklíčka s produktom: 35,48g  
m3 produktu: 35,48-34,52=0,96g

Výťažnosť:   
\*100=0,192\*100=19,2%

Voľná kryštalizácia:  
váha kryštálu: 3,713g  
  
Výťažnosť:  
\*100=0,7426\*100=74,26%

Rozdiel výťažností:   
74,26-19,2=55,06

**Záver:**

Pri vážení sa snažím byť presná a oba roztoky slabo zahrejem aby sa všetko rozpustilo. Počas prerušovanej kryštalizácie v čase keď mám zohriaty roztok ponorený vo vode dávam pozor aby sa mi nevyvrátil a nenaliala sa do neho voda. V takomto prípade musím roztok znovu zahustiť. Pri prerušovanej kryštalizácii sa mi podarilo pripraviť 0,96g produktu, z toho výťažnosť bola 19,2%. Pri voľnej kryštalizácii sa mi podarilo pripraviť 3,713g produktu z toho výťažnosť bola 74,26%. Vzniknutá zelená voda v kadičke bola v dôsledku zvyšných síranov. Rozdiel výťažností medzi prerušovanou a voľnou kryštalizáciou bolo 55,06%.