

ĆWICZENIE 10

SUBLIMACJA I EKSTRAKCJA

1. Sublimacja

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z metodą sublimacji, za pomocą której można rozdzielić i oczyścić niewielkie ilości stałych substancji organicznych. Sublimacja jest procesem, w którym substancja stała przechodzi bezpośrednio w stan pary przy stałej temperaturze. Po oziębieniu pary przechodzą w fazę stałą pomijając stan cieczy.

Aparatura i szkło: łaźnia piaskowa, parowniczką, lejek, dziurkowany krążek bibuły filtracyjnej, wata, sublimator, 2 zlewki, 2 probówki.

Odczynniki: kawa, herbata, kakao, mieszanina kamfory z kwasem bursztynowym, czerwony piasek (lub żwir), chlorek amonu, rodanek potasu, azotan srebra.

a. Ćwiczenie praktyczne: Sublimacja kofeiny, teofiliny i teobrominy z kawy, herbaty i kakao

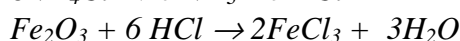
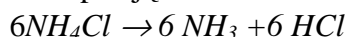
Parowniczkę, w której znajduje się kawa umieścić w łaźni piaskowej. Parowniczkę przykryć krążkiem bibuły filtracyjnej, a następnie lejkiem, tak by brzegi jego wychodziły poza brzegi parownicy. Lejek obłożyć wilgotną watą. Cały zestaw wolno ogrzewać. Zaobserwować zachodzące zjawisko. Identyfikacyjnie postępować z herbatą i kakaem. Podać wzory strukturalne kofeiny, teobrominy i teofiliny.

b. Ćwiczenie praktyczne: Oczyszczanie kamfory przez sublimację

Pobrać 1g mieszaniny kamfory i kwasu bursztynowego i umieścić próbkę w małej parownicy. Parowniczkę przykryć szkiełkiem zegarkowym z kilkoma kawałkami pokruszonego lodu. Cały zestaw ogrzewać ostrożnie palnikiem gazowym. Po zebraniu znacznej ilości kamfory na powierzchni szkiełka zegarkowego zakończyć ogrzewanie. Kamforę zebrać za pomocą szpachelki ze szkiełka. Umieścić kamforę na bibule i pozostawić do osuszenia. Oznaczyć temperaturę topnienia kamfory i mieszaniny kamfory z kwasem bursztynowym. Porównać wyniki i wyciągnąć wnioski.

b. Ćwiczenie praktyczne: Wykrywanie żelaza w piasku lub żwirze

Wymieszać w zlewce w równych ilościach czerwony piasek (lub żwir) i chlorek amonowy. Masa mieszaniny powinna wynosić ok. 2-3 g. Mieszaninę umieścić w sublimatorze i ogrzewać płomieniem palnika do chwili całkowitego zużycia NH_4Cl lub odbarwienia się piasku. Powstały w reakcji chlorek żelaza (III) w postaci nalotu gromadzi się na chłodniejszych ściankach rurki sublimatora. Utworzony nalot spłukać niewielką ilością wody do zlewki. Otrzymany roztwór rozdzielić do dwóch probówek, w których wykonać reakcje potwierdzające obecność jonów: Fe^{3+} (z rodankiem potasu) i Cl^- (z azotanem (V) srebra). Reakcje zachodzące w sublimatorze opisują równania:



sumarycznie:



2. Ekstrakcja cieczy

Ekstrakcja polega na przeprowadzeniu substancji z roztworu do innej fazy ciekłej, wykorzystując różnice w rozpuszczalności substancji i jej zanieczyszczeń w obu fazach. Fazy te nie mieszają się ze sobą, a rozdział substancji pomiędzy te dwie fazy określony jest prawem Nernsta:

$$K = \frac{C_1}{C_2}$$

C_1 - stężenie substancji w jednym rozpuszczalniku,

C_2 - stężenie substancji w drugim rozpuszczalniku,

K - współczynnik podziału, stały w danej temperaturze.

W praktyce ekstrakcja stosowana jest zwykle do wydzielenia połączenia organicznego z wodnego roztworu. Proces polega na wytrząsaniu wodnego roztworu z rozpuszczalnikiem organicznym nie mieszającym się z wodą i pozostawieniu warstw do rozdzielania.

Celem ćwiczenia jest wyizolowanie za pomocą ekstrakcji badanej cieczy z roztworu, w którym znajdują się zanieczyszczenia.

Aparatura i szkło: 2 rozdzielacze, 2 zlewki, 2 statywy, aparat Soxhleta.

Odczynniki: etanol, chloroform, fiolet krystaliczny, mięta, goździki, wełna owcza, skóra bydlęca.

a. Ćwiczenie praktyczne - ekstrakcja fioletu krystalicznego.

Ekstrakcja pojedyncza

Rozpuścić kryształek fioletu krystalicznego w 30 cm³ wody. Podzielić roztwór na dwie równe części. Umieścić czysty, suchy i uprzednio nasmarowany rozdzielacz na 125 cm³ na kółku i wlać do niego, przy zamkniętym kranie, pierwszą porcję roztworu fioletu krystalicznego i 15ml chloroformu. Rozdzielacz zamknąć starannie korkiem, odwrócić go i otworzyć kran dla wyrównania ciśnienia. Zamknąć kran wstrząsać rozdzielacz ostrożnie przez chwilę i z powrotem otworzyć kran w celu wyrównania ciśnienia. Następnie zamknąć kran, wytrząsać energicznie przez 1 minutę, a następnie po odwróceniu, umieścić rozdzielacz na kółku. Usunąć korek z rozdzielacza i pozostawić mieszaninę do rozdzielania na dwie wyraźne warstwy. Spuścić dolną warstwę chloroformu do zlewki, a warstwę wodną wylać górną częścią rozdzielacza do drugiej zlewki.

Ekstrakcja wielokrotna

Ekstrahować w rozdzielaczu o pojemności 60 cm³, drugą porcję początkowego roztworu fioletu krystalicznego, trzema oddzielnymi porcjami chloroformu o objętości 5 cm³ każda. Połączyć trzy wyciągi (ekstrakty) chloroformowe i przenieść do trzeciej zlewki, a ekstrahowany roztwór wodny przelać górną częścią rozdzielacza do próbówki zlewki. Porównać intensywność zabarwienia dwu roztworów chloroformowych, a następnie dwu roztworów wodnych.

Porównać wyniki badań ekstrakcji pojedynczej i wielokrotnej. Wyciągnąć wnioski.

b. Ćwiczenie praktyczne- ekstrakcja ciągła.

Wykonać gilzę z paska bibuły o długości ok. 20 cm i szerokości równej wysokości kolumny aparatu. Uformowaną gilżę zważyć na wadze technicznej i analitycznej. W gilżie umieścić mieszaninę ciała stałego (mięta, wełna lub skóra). Substancja umieszczona w gilżie nie może sięgać wyżej niż rurka przelewowa w kolumnie. Zważoną gilżę z substancją umieścić w aparacie Soxhleta i włączyć odpowiedni rozpuszczalnik. Aparat podgrzewać łagodnie na kuchence elektrycznej. Rozpuszczalnik ekstrahujący wrze łagodnie, para przechodzi poprzez rurkę boczną, a kondensat ścieka na ciało stałe i powoli ekstrahuje rozpuszczoną substancję.

Jako rozpuszczalników do ekstrakcji używa się:

- etanolu - do ekstrakcji goździków,
- etanolu - do ekstrakcji mięty,
- chlorku metylenu lub czterochlorku węgla - do ekstrakcji wełny i skór.

Po zakończeniu procesu ekstrakcji wyjąć gilżę z aparatu, wysuszyć i ponownie zważyć. Na podstawie wyników ważenia obliczyć procentową zawartość wyekstrahowanej substancji w próbce.

ĆWICZENIE 11

CHROMATOGRAFIA

Chromatografia jako metoda rozdzielania i identyfikacji substancji. Chromatografia jest to zespół metod rozdzielania mieszaniny substancji na poszczególne składniki lub grupy. Opiera się ona na zjawiskach fizykochemicznych takich jak adsorpcja, podział pomiędzy dwie fazy ciekłe, wymiana jonowa, różnica w trwałości osadu.

Opierając się na zachodzących zjawiskach fizykochemicznych podzielono chromatografię na: adsorpcyjną, podziałową, osadową i jonowymienną.

Uwzględniając technikę prowadzenia procesu chromatograficznego rozróżnia się chromatografię, kolumnową, bibułową, cienkowarstwową i gazową.

Celem ćwiczenia jest rozdział i identyfikacja połączeń organicznych za pomocą chromatografii cienkowarstwowej i bibułowej.

Aparatura i szkło: zestaw do chromatografii cienkowarstwowej (płytki szklane pokryte żelem krzemionkowym, komory chromatograficzne), bibuła Whatmana w postaci krążka i paska, kapilary, probówka, pipeta, bagietka szklana, cylinder miarowy (10 cm³).

1.a. Ćwiczenie praktyczne: Rozdział i identyfikacja barwników techniką chromatografii cienkowarstwowej

Odczynniki: wzorcowe roztwory barwników: czerwieni Kongo, czerwieni fenolowej, błękitu bromofenolowego, badany roztwór mieszaniny tych barwników, eluent: n - butanol, etanol, 2 molowy uwodniony amoniak w stosunku 3:1:1.

Wykonanie:

Na płytkę z żelem krzemionkowym nanieść po kropli pojedynczych roztworów barwników oraz badaną mieszaninę w odstępach 1 cm, w odległości 2 cm od krawędzi. Następnie płytkę umieścić w komorze napełnionej eluentem i rozwijać chromatogram przez 2 godz. Oznaczyć położenie czoła rozpuszczalnika. Po wyjęciu płytki z komory suszyć ją przez 15 minut w temperaturze 60°C.

1.b. Ćwiczenie praktyczne: Rozdział i identyfikacja pochodnych ksantyny metodą chromatografii cienkowarstwowej

Odczynniki: wzorcowe roztwory kofeiny, teobrominy i teofiliny, eluent: trichlorometan, etanol w stosunku obj. 99:1, wywoływacz chromatogramu alkoholowy roztwór jodu i alkoholowy roztwór HCl.

Wykonanie:

Na płytkę szklaną z żelem krzemionkowym nanieść po kropli wzorcowych roztworów teofiliny, teobrominy, kofeiny oraz badaną mieszaninę w odstępach 1 cm, w odległości 2 cm od krawędzi płytki. Płytkę umieścić w komorze chromatograficznej, w której znajduje się eluent. Gdy front rozpuszczalnika osiągnie linię odległą o 0,5 cm od górnej krawędzi płytki, wysuszyć na bibule i spryskać roztworem wywołującym.

1.c. Ćwiczenie praktyczne. Wykrywanie kwasu askorbinowego (witaminy C) w soku z kiszzonej, pomarańczy lub cytryny

Odczynniki: substancja wzorcowa (tabletki witaminy C rozpuszczone w wodzie), sok z kiszzonej kapusty, cytryny lub pomarańczy, eluent: etanol i benzen w stosunku 3:1, wywoływacz chromatogramu - jod.

Wykonanie:

Niewielką ilość badanego soku wlać do próbki i dodać wody do połowy jej objętości. Po wymieszaniu bagietką, roztwór nanieść przy pomocy kapilarki na linię startową płytki chromatograficznej. W odległości 2,5 cm od powstałej plamy nanieść kroplę substancji wzorcowej. Po wysuszeniu plam, płytkę umieścić w komorze chromatograficznej zawierającej etanol i benzen. Gdy mieszanina rozpuszczalników znajdzie się w odległości ok. 2 cm od górnej krawędzi płytki, należy ją wyjąć z komory chromatograficznej i przenieść do drugiej komory, na dnie której umieszczono niewielką ilość jodu. Chromatogram nasycony parami jodu identyfikuje witaminę C zawartą w soku.

Na podstawie otrzymanego chromatogramu, w ćwiczeniach 1a, 1b, 1c, wyznaczyć współczynnik R_f (współczynnik przesunięcia) dla poszczególnych składników mieszaniny i substancji wzorcowych, korzystając z zależności:

$$R_f = \frac{A}{B},$$

gdzie: A - odległość plamy substancji rozdzielonej od miejsca (środk) nałożenia na płytce.
B - odległość frontu rozpuszczalnika od miejsca nałożenia próbki.

1.d. Ćwiczenie praktyczne. Rozdział i identyfikacja barwników zawartych w pisakach za pomocą chromatografii bibułowej

Odczynniki: pisaki kolorowe, eluent: propanol, 25% roztwór wodny amoniaku, woda w stosunku obj. 8:2:2.

Wykonanie:

Na szalce Petriego umieścić krążek bibuły do chromatografii o średnicy większej od średnicy szalki Petriego, z wyciętym w środku otworem. W otworze umieścić pasek bibuły zwinięty w formie walca. Pasek powinien być długości ok. 20 cm i szerokości niewiele mniejszej od wysokości szalki Petriego. Na krążku bibuły zaznaczyć linię startu w odległości 1-1,5 cm od środka i nanieść na niej linię (ok. 0,5 - 1 cm) lub kropki kolorowymi pisakami. Na szalkę Petriego wlać eluent, za pomocą którego następuje rozdział barwników. Rozdział ten jest szybki i umożliwia rozróżnienie kilku barwnych stref odpowiadającym poszczególnym składnikom danego pisaka. Podać wnioski.