

KRISTÁLYOSÍTÁS

A legtöbb kémiai reakcióban képződő anyag, mint nyers termék, különböző mértékben tartalmaz szennyezéseket. Kristályos anyagok esetén a szennyezések eltávolításának legegyszerűbb és leggyorsabb módszere az átkristályosítás, ami egy túltelített oldatból történő újrakristályosítást jelent.

A kristályosításkor történő tisztításnál a szilárd anyagok azon tulajdonságát használjuk fel, hogy azok alkalmasan megválasztott oldószerben melegen jobban oldódnak, mint hidegen. A kristályosítást úgy végezzük, hogy az anyagot megfelelő oldószerben melegen feloldjuk, a forró oldatot az oldhatatlan mechanikai szennyeződésektől megsűrjük, majd lehűlés után kristályosodni hagyjuk. A kristályos terméket végül szűrjük és szárítjuk.

A kristályosodás folyamata két fő lépésből áll. A *kristálygócképződés* során egy elemi cella alakul ki az oldatban, amely ha az oldott részecskék véletlenszerű Brown-mozgása által jön létre, homogén göcképződésről beszélünk, ha idegen anyagok (úszó szilárd szennyezések, a tartály belső fala, a keverő) felületén történik, heterogén göcképződésnek hívjuk. Ez utóbbi gyorsabb folyamat, de így is nehezen reprodukálható, ezért az iparban gyakran oltókristályt alkalmaznak, így a kristályosodást akadályozó göcképződés aktiválási energiája csökkenthető. *Gócnövekedés* során a kivált kristályok mérete nő, az oldott részecskék diffúziója és – keverés esetén – a közegmozgás okozta konvekció révén.

A képződő kristályok méreteloszlását döntően a két folyamat egymáshoz viszonyított sebessége határozza meg. A göcképződéshez képest gyors gócnövekedés nagy méretű kristályokat eredményez, ellenkező esetben sok, apró kristály képződik. Tisztítási szempontból egyik véglet sem ideális: az apró kristályok sok oldószert tartalmazhatnak és nehezen szűrhetők, a túl nagy kristályok pedig zárványokban tartalmazhatják az oldószert.

SZENNYEZETT TIMSÓ TISZTÍTÁSA ÁTKRISTÁLYOSÍTÁSSAL (2A)

Bevezetés

A timsó, a kristályos kálium-alumínium-szulfát, $(KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O)$ egy oktaédes kristályokból álló vegyületcsoport legismertebb és egyben névadó tagja. A csoport általános képlete $M(I)M(III)(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$, ahol $M(I)$ egy egyvegyértékű kation (K^+ , Na^+ , NH_4^+ , Rb^+ , stb), $M(III)$ pedig egy háromvegyértékű fémion (Al^{3+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , Mn^{3+} , V^{3+} , Ga^{3+} , stb.). A vegyületeket általában a háromvegyértékű fémről nevezik el, pl. a krómtimsó képlete $KCr(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$.

A kálium-alumínium-szulfátot az orvosi gyakorlatban, az iparban is sokféleképpen használják, többek között textíliák festésénél, illetve tűzállóvá tételénél, a papírgyártásban, valamint bőrök cserzéséhez. A timsó $93^\circ C$ -on megolvad, elveszti kristályvizét és ún. égetett timsóvá alakul. Néhány timsó ásványként is előfordul.

A gyakorlat során homokkal és réz-szulfáttal szennyezett timsó tisztítását végezzük el átkristályosítással. A homok nem oldódik vízben, ezért ha azt először szűréssel eltávolítjuk az oldatból, a szűrlet enyhén kék színű marad az oldott rézsótól. A réz-szulfát hideg vízben sokkal jobban oldódik, mint a timsó, ezért az oldatból és a kivált kristályok felszínéről is nagyobb veszteség nélkül eltávolítható.

Szükséges eszközök

50 cm ³ -es főzőpohár	kristályosító csésze	spriccflaska	mérőhenger
100 cm ³ -es főzőpohár	üvegtölcsér	szűrőpapír	
üvegbot	tölcsérmelegítő	porcelántál	óraüveg

A gyakorlat kivitelezése

Egy 100 ml térfogatú főzőpoharat teszünk a táramérlegre, letárázzuk, majd beleszórjuk a kiadott szennyezett timsót és lemérjük a tömegét (I.). Szűrőpapírból redős szűrőt készítünk. A tölcsermelegítőt feltöltjük vízzel, majd elkezdjük melegíteni. Körülbelül 1,5–2-szeres mennyiségű forró vizet öntünk a timsóhoz és addig kevergetjük, amíg csak a homok marad oldatlan állapotban.

A keveréket még forrón leszűrjük a melegített tölcseren. A lecsepegett szűrletet jégkockák közé rakva lehűtjük, a kristályosodást keveréssel gyorsíthatjuk. A kivált apró kristályokról leöntjük az enyhén kék színű oldatot, majd 1–2 ml hideg vízzel néhányszor átmoszuk a kristályokat annyira, hogy az oldat színtelen legyen.

Kevés forró vízben újra feloldjuk a timsót és lefedett kristályosító csészében vagy főzőpohárban egy hétre a technikus által kijelölt helyre tesszük, hogy lassan kihűljön. A következő gyakorlaton ellenőrizzük a félretett oldatot: ha nincs kristálykiválás, akkor használjunk "oltókristályt", ami egy kisebb darab timsó kristály, mely lehetővé teszi, hogy a gátolt göcképződést beindítsuk, és így a kristályok növekedése elindulhasson.

A kivált kristályokat papírvattán vagy szűrőpapíron megszáritjuk. Kapszulát készítünk A4-es papírból és tömegét megmérjük (II.). A száraz kristályokat a kapszulába tesszük és megmérjük az együttes tömeget (III.), majd kiszámítjuk a kitermelést. A gyakorlat végén a megfelelően feliratozott kapszulát adjuk be a gyakorlatvezetőnek.

KÁLIUM-SZULFÁT-RÉZ-SZULFÁT KETTŐSSÓ ELŐÁLLÍTÁSA (2B)

Bevezetés

Két feloldott só együttes kikristályosítása kettőssót eredményez. A képződő kettőssó állandó, vegyületekre jellemző összetétellel rendelkezik. A kettőssók egyik csoportjában a kation közös, míg a másik csoportjában az anion. Ez utóbbi legismertebb tagjai a timsók. A kettőssók oldataiban az ionok külön-külön hidratálódnak, nem alkotnak komplex (összetett) ionokat.

A gyakorlaton kálium-szulfát-réz-szulfát kettőssót készítünk K_2SO_4 és $CuSO_4$ közös oldatából történő kristályosítással.

Szükséges eszközök

<i>50 cm³-es főzőpohár (2 db)</i>	<i>vasháromláb</i>	<i>vegyszeres kanál</i>
<i>üvegbot (2 db)</i>	<i>kerámiaháló</i>	<i>spatula</i>
<i>Petri csésze</i>	<i>papírvatta</i>	
<i>Bunsen-égő</i>	<i>spriccflaska</i>	

A gyakorlat kivitelezése

Dörzsmozsárban elporított kristályos réz-szulfátból 3 g-ot bemérünk egy főzőpohárba. A réz-szulfát bemért tömegének és a készítenő kettőssó képletének ($K_2SO_4CuSO_4 \cdot 6H_2O$) ismeretében kiszámítjuk a szükséges kálium-szulfát tömegét. Az egyenértékű kálium-szulfátot egy másik főzőpohárba mérjük. Meleg, de forrásban nem lévő vízből 10–15 cm³-t öntünk mindkét főzőpohárba és a két sót feloldjuk.

Amikor mindkét só feloldódott, a kálium-szulfát-oldatot a réz-szulfát-oldathoz öntjük, jól elkeverjük, majd az egész oldatot átöntjük egy Petri csészébe. A Petri csésze fedelét címkézzük fel, majd tegyük rá és a Petri csészét tegyük el a technikus által kijelölt helyre, hogy az oldat lassan tudjon kihűlni.

Egy héttel később a kivált kristályokról leöntjük az oldatot, a kristályokat szűrőpapír között vagy papírvattán megszáritjuk. Kapszulát készítünk A4-es papírból és tömegét megmérjük (I.). A száraz kristályokat a

kapszulába tesszük és megmérjük az együttes tömeget **(II.)**, majd kiszámítjuk a kitermelést. A gyakorlat végén a megfelelően feliratozott kapszulát adjuk be a gyakorlatvezetőnek.