

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 szennyezésektől 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

Bevezetés

A timsó, a kristályos kálium-alumínium-szulfát, $(KAl(SO_4)_2 \cdot 12 H_2O)$ egy oktaédes kristályokból álló vegyületcsoport legismertebb és egyben névadó tagja. A csoport általános képlete $M(I)M(III)(SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$, 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 $KCr(SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$.

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 $93\text{ }^\circ\text{C}$ -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, letárazzuk, majd beleszórjuk a kiadott szennyezett timsót és lemérjük a tömegét (**I.**). Szűrőpapírból redős szűrőt készítünk. A tölcsérmelegítőt 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 tölcséren. 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 gócképződést beindítsuk, és így a kristályok növekedése elindulhasson.

A kivált kristályokat papírvattán vagy szűrőpapíron megszáritjuk. Kapszulát készítünk A4-es papírból és a 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.