

7. Vaja: Prekristalizacija

a) Osnove:

Prekristalizacija je metoda čiščenja, pri kateri izkoriščamo odvisnost topnosti od temperature.

Sol vsebuje:	Višja temperatura	Nižja temperatura
kristalohidrat	bolj topen	manj topen
nečistoče	netopne in topne	topne

b) Naloga:

Prekristaliziraj npr. 32g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$! Nasičeno raztopino za prekristalizacijo naredi pri npr. 60°C !

c) Računske naloge:

1. Koliko gramov KCl se izloči, če 500g pri 90°C nasičene raztopine KCl ohladimo na 10°C ? Podatke odčitaj iz krivulje za topnost!

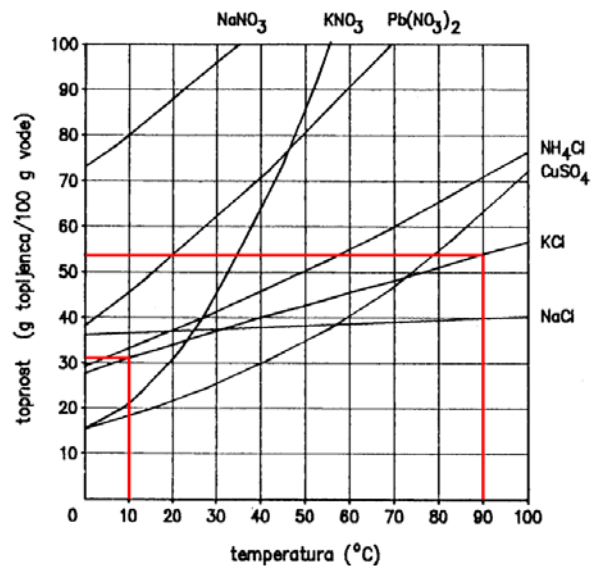
$$t^{90} = 54\text{g} / 100\text{g H}_2\text{O}$$

$$t^{10} = 31\text{g} / 100\text{g H}_2\text{O}$$

$$m_R^{90} = 500\text{g}$$

$$w_R^{90} = \frac{m_T}{m_i + m_T} = \frac{54\text{g}}{154\text{g}} = 0,3506$$

$$w_R^{10} = \frac{m_T}{m_i + m_T} = \frac{31\text{g}}{131\text{g}} = 0,2366$$



$$m_T^{90} = m_T^{10} + m(\text{KCl})$$

$$m_R^{90} w_R^{90} = m_R^{10} w_R^{10} + m(\text{KCl}) \quad m_R^{10} = m_R^{90} - m(\text{KCl})$$

$$m_R^{90} w_R^{90} = [m_R^{90} - m(\text{KCl})] w_R^{10} + m(\text{KCl})$$

$$m_R^{90} w_R^{90} = m_R^{90} w_R^{10} - m(\text{KCl}) w_R^{10} + m(\text{KCl})$$

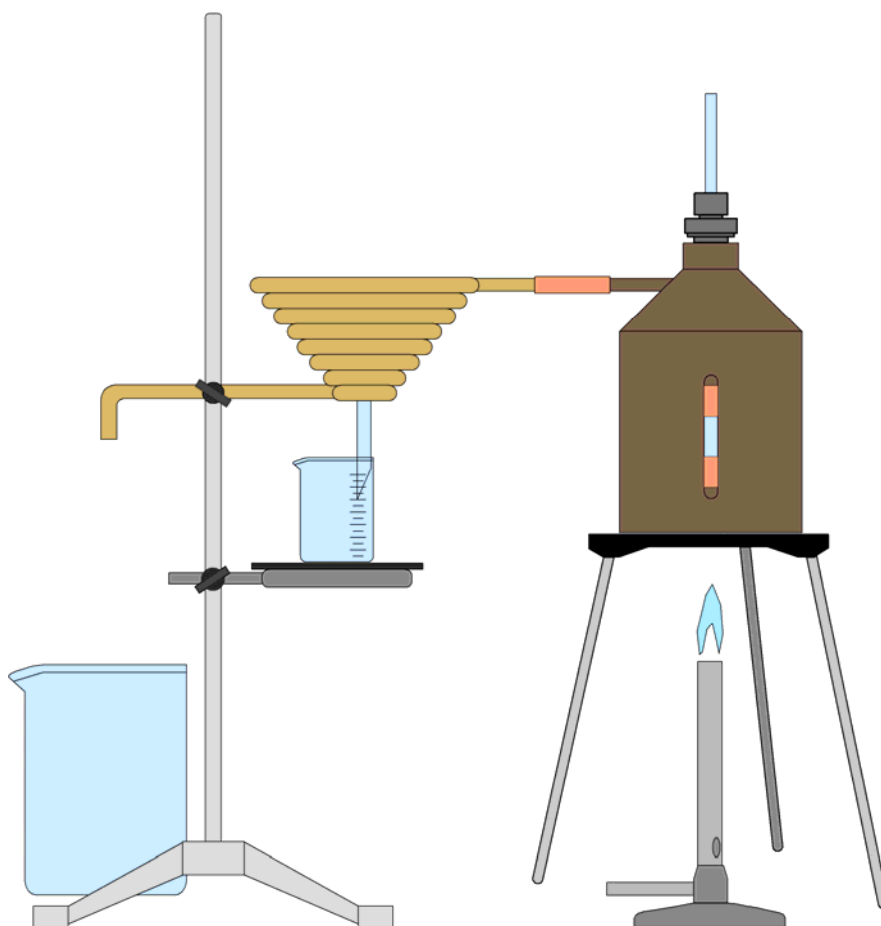
$$m_R^{90} (w_R^{90} - w_R^{10}) = m(\text{KCl})(1 - w_R^{10})$$

$$m(\text{KCl}) = \frac{m_R^{90} (w_R^{90} - w_R^{10})}{1 - w_R^{10}} = \frac{500\text{g}(0,3506 - 0,2366)}{1 - 0,2366} = 74,7\text{g}$$

d) Izvedba vaje:

Najprej izračunamo, koliko vode moramo dodati kristalohidratu, da dobimo pri dani temperaturi nasičeno raztopino. Pri računanju upoštevamo, da sol vsebuje kristalno vodo. V terilnici stremo nekaj več spoli, kot je potrebno. Pri trenju v terilnici upoštevamo, da je mnogo bolje, če tremo manjše količine. Zahtevano maso kristalohidrata zatehtamo v čašo in mu dodamo z merilnim valjem izračunano prostornino vode s 30% prebitkom zaradi izgub pri izparevanju.

Sestavimo aparaturo za vročo filtracijo, kot kaže skica. Ko se bakrena spirala, v kateri je steklen lij z nagubanim filtrom, segreje, začnemo s segrevanjem naše raztopine. Če delamo z železovim(II) sulfatom, dodamo še 1,0g železa v prahu in 5,0mL 20% žveplove(VI) kisline, da preprečimo hidrolizo in oksidacijo. Po potrebi lahko gornji vrednosti povečamo. Ko smo svojo zmes segreli na zahtevano temperaturo in se je vse kristalohidrat raztopil, začnemo s filtracijo. Da bi preprečili izparevanje vode, sproti pokrivamo čašo z nasičeno raztopino in lij u z urnima stekloma. Filtrat lovimo v čašo in ga po končani filtraciji med mešanjem hitro ohladimo. Ko se raztopina ohladi, odfiltriramo izločene kristale s pomočjo Büchnerjevega lija in presesalne buče. Ko skozi kristale nekaj časa sesamo zrak, jih zvrnemo na stehano izparilnico in tehtamo. Izračunamo teoretični dobitek prekristalizacije in izkoristek prekristalizacije glede na teoretični dobitek ter glede na izhodno maso kristalohidrata.



e) **Predračun:**

$$m(\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 32\text{g}$$
$$t^{60} = 54,4\text{g FeSO}_4 / 100\text{g H}_2\text{O}$$

$$M(\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 278,1\text{g}$$
$$M(\text{FeSO}_4) = 151,9\text{g}$$

$$w_R^{60} = \frac{m_T}{m_t + m_T} = \frac{54,4\text{g}}{154,4\text{g}} = 0,3523$$

$$w(\text{KH}) = \frac{M(\text{FeSO}_4)}{M(\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})} = \frac{151,9\text{g/mol}}{278,1\text{g/mol}} = 0,5464$$

$$m_R = \frac{m(\text{FeSO}_4)}{w_R^{60}} = \frac{m(\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})w(\text{KH})}{w_R^{60}} = \frac{32,0\text{g} \cdot 0,5464}{0,3523} = 49,6\text{g}$$

$$m(\text{H}_2\text{O})_{\text{presežek}} = [m_R - m(\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})] \cdot 1,3 = 17,6\text{g} \equiv 17,6\text{mL}$$

f) **Meritve pri vaji:**

$$m(\text{izp.} + \text{pal.}) = 20,3\text{g}$$

$$m(\text{izp.} + \text{pal.} + \text{KH}) = 38,3\text{g}$$

g) **Izračun:**

$$t^{20} = 26,6\text{g FeSO}_4 / 100\text{g H}_2\text{O}$$

$$m(\text{KH})_{\text{PRA}} = m(\text{izp.} + \text{pal.} + \text{KH}) - m(\text{izp.} + \text{pal.}) = 38,3\text{g} - 20,3\text{g} = 18,0\text{g}$$

$$w_R^{20} = \frac{m_T}{m_t + m_T} = \frac{26,6}{126,6} = 0,2101$$

$$m_T^{60} = m_T^{20} + m(\text{KH})w(\text{KH})$$

$$m_R^{60}w_R^{60} = m_R^{20}w_R^{20} + m(\text{KH})w(\text{KH}) \quad m_R^{20} = m_R^{60} - m(\text{KH})$$

$$m_R^{60}w_R^{60} = [m_R^{60} - m(\text{KH})]w_R^{20} + m(\text{KH})w(\text{KH})$$

$$m_R^{60}w_R^{60} = m_R^{60}w_R^{20} - m(\text{KH})w_R^{20} + m(\text{KH})w(\text{KH})$$

$$m_R^{60}(w_R^{60} - w_R^{20}) = m(\text{KH})[w(\text{KH}) - w_R^{20}]$$

$$m(\text{KH})_{\text{TEO}} = \frac{m_R^{60}(w_R^{60} - w_R^{20})}{w(\text{KH}) - w_R^{20}} = \frac{49,6\text{g}(0,3523 - 0,2101)}{0,5464 - 0,2101} = 21,0\text{g}$$

$$\eta_{\text{TEORETIČNI}} = \frac{m(\text{KH})_{\text{TEO}}}{m(\text{KH})} = \frac{21,0\text{g}}{32,0\text{g}} 100\% = 65,6\%$$

$$\eta_{\text{PRAKTIČNI}} = \frac{m(KH)_{\text{PRA}}}{m(KH)} = \frac{18,0\text{g}}{32,0\text{g}} 100\% = 56,3\%$$

$$\eta_{\text{RELATIVNI}} = \frac{\eta_{\text{PRAKTIČNI}}}{\eta_{\text{TEORETIČNI}}} = \frac{56,3\%}{65,6\%} 100\% = 85,8\%$$