

Téma: Separační metody – sublimace

Úkol: Proved'te sublimaci surového kafru a vyhodnot'te kvalitu produktu

Postup:

1. Do kádinky 400 cm³ odvažte 2 g surového kafru a umístěte jej do středu dna kádinky.
2. Na kádinku postavte trakční baňku a upevněte jí pomocí držáku k laboratornímu stojanu.
3. Obsah kádinky zahřívejte opatrně spirálovým elektrickým vařičem na kterém je položena azbestová síťka, přičemž kafr nesmí roztát. Páry kafru se usazují na dně baňky, která funguje jako vzdušný nebo vodní chladič.
4. Po ukončení sublimace pomocí tyčinky odstraňte ze dna baňky sublimát a převed'te jej na hodinové sklo. Po zvážení produktu vypoč'tete výtěžek sublimace.
5. Do odměrné baňky 100 cm³ navažte 1 g přesublimovaného kafru, rozpust'te v ethanolu a doplňte po rysku. Na polarimetru změřte úhel otočení roviny polarizovaného světla a vypoč'tete měrnou otáčivost a srovnajte s tabelárními údaji.

Otázky a úkoly:

Nastudujte teorii k separačním technikám (viz seznam doporučené literatury)

Porovnejte výtěžek sublimace s výtěžky ostatních separačních postupů, zdůvodněte. Vyhodnot'te kvalitu produktů.

Uvedeným postupem proved'te čištění technického 2-naftolu, pomocí stanovení teploty tání před a po sublimaci zhodnot'te kvalitu separace nečistot (t.t. 2-naftolu = 123 °C).

Napište vzorce uvedených sloučenin a podle teploty tání rozhodněte, zda jde o kofein (t.t. = 235 °C), theofyllin (t.t. = 272 °C), nebo theobromin (t.t. = 351 °C)

Téma: Separační metody - extrakce

Úkol: Stanovte extrakcí obsah silic v kmínu nebo anýzu

Postup:

- 1/ Z destilační baňky (500 cm³), extrakčního tělesa a zpětného chladiče sestavte aparaturu Soxhletova extraktoru
- 2/ Do celulosové patrony odvažte 10 g drceného kmínu nebo anýzu
- 3/ Naplněnou patronu vložte do extrakčního tělesa
- 4/ Do destilační baňky extraktoru předložte 300 cm³ ethanolu a přidejte varné kamínky
- 5/ Zahřívejte obsah baňky k varu a sledujte kondenzaci par rozpouštědla v chladiči. Kondenzát

musí vtékat přímo do patrony s extrahovaným materiálem

6/ Pozorujte zbarvení rozpouštědla při extrakci (u kmínu většinou zelené, u anýzu žluté)

7/ Po cca 2 hodinách extrakce vypněte a odstavte topné hnízdo v okamžiku, kdy veškeré rozpouštědlo je zpět přečerpáno z extrakčního tělesa do baňky.

8/ Pomocí laboratorních kleští vyjměte opatrně patronu s extrahovaným materiálem a vysušte jej do konstantní váhy.

9/ Ze snížení hmotnosti přírodního materiálu vypočtete obsah silic.

10/ Z ethanolového extraktu můžete oddestilovat ethanol a destilační zbytek použít k identifikaci.

11/ Anýzovou silici rozpusťte v 1 cm³ n-pentanu, vložte do ledové chladicí lázně a pipetou přidejte 10 % roztok bromu v pentanu do nažloutlého zbarvení (k pipetování použijte výhradně gumového balónku). Roztok odpařte na vodní lázni asi na třetinový objem, převed'te do suché zkumavky ochlad'te. Vyloučený produkt překrystalujte v cca 1 cm³ n-pentanu a změřte teplotu tání.

Otázky a úkoly:

Nastudujte teorii k separačním technikám (viz seznam doporučené literatury)

Napište vzorce extrahovaných látek

Rozhodněte jakého rozpouštědla je možné použít pro extrakci oleje z máku.

Uved'te, jakým způsobem je možné dokázat sacharosu ve vodném extraktu řepných řízků..

Téma: Separační metody - destilace

Úkol: Proved'te destilaci technického ethanolu a vyhodno'te kvalitu separačního procesu

Postup:

1/ Z varné baňky 500 cm³, Claisenova nástavce, Liebigova chladiče a alonže sestavte destilační aparaturu, destilát jímejte do odměrného válce, který slouží jako předloha.

2/ Do baňky předložte 300 cm technického ethanolu a vhod'te varné kamínky, zahřívějte obsah baňky topným hnízdem k varu.

3/ Při zahřívání sledujte teplotu varu par vstupujících do chladiče, zaznamenejte teplotu, při které začne kondenzát vytékat do předlohy (začátek destilace), destilují těkavé komponenty.

4/ Destilát (přední frakce) odebírejte do okamžiku, kdy se teplota par ustálí na konstantní hodnotě (teplota varu ethanolu je cca 78 °C) a vyměňte předlohu.

5/ Do druhé předlohy jímejte frakci destilující při konstantní teplotě (hlavní frakce- ethanol) do

okamžiku, kdy teplota par začne opětně stoupat.

6/ V tomto okamžiku přerušte zahřívání a ukončete destilaci. Obsah baňky (destilační zbytek) jsou výše vroucí komponenty.

7/ Změřte objemy přední frakce, hlavní frakce a destilačního zbytku.

8/ Zaznamenejte do grafu závislost teploty par na objemu odebraného destilátu, tzv. destilační křivku.

9/ Z objemů jednotlivých frakcí vypočtete jejich vzájemné zastoupení (v % obj.) a z objemu hlavní frakce výtěžek destilace.

10/ Změřte indexy lomu (při 20 °C) jednotlivých frakcí, odhadněte kvalitu hlavní frakce ($n_D^{20} = 1,3611$ - ethanol, $n_D^{20} = 1,5014$ - benzen)

Závěr:

Otázky a úkoly:

Nastudujte teorii k separačním technikám (viz seznam doporučené literatury)

Vyhodnoťte separační účinnost jednoduché destilace technického ethanolu. Podle indexu lomu přední frakce a destilačního zbytku odhadněte přítomnost možných příměsí.

Odhadněte, jak úspěšné může být dělení směsi benzenu a nitrobenzenu destilací

Jakým dalším způsobem je možné sledovat kvalitu destilačních frakcí.

Téma: Separační metody - krystalizace

Úkol: Proved'te přečištění kyseliny benzoové krystalizací

Postup:

1/ Do varné baňky 500 cm předložte 10 g technické kyseliny benzoové a přidejte minimální množství vody, na baňku nasad'te zpětný chladič.

2/ Obsah baňky zahřívajte topným hnízdem k varu, zpětným chladičem pomocí odměrného válce přidávejte do baňky vodu až do úplného rozpuštění kyseliny za horka. Dodejte malé množství sorbentu (aktivní uhlí) a za horka zfiltrujte na Buchnerově nálevce.

3/ Horký roztok zřed'te malým množstvím vody a ochlad'te za míchání pod tekoucí vodou na laboratorní teplotu.

4/ Vyloučené krystalky odfiltrujte na Buchnerově nálevce, převed'te na hodinové sklo a vysušte do konstantní váhy.

5/ Po zvážení vzorku vypočtete výtěžek krystalizace.

6/ Na bodotávku změřte teplotu tání a porovnejte s tabelární hodnotou ($t.t.=122,4^{\circ}\text{C}$).

7/ Při měření teploty tání sledujte a popište průběh sublimace kyseliny benzoové.

8/ Z celkového objemu vody použité k rozpuštění vypočtete rozpustnost kyseliny benzoové za horka.

Otázky a úkoly:

Nastudujte teorii k separačním technikám (viz seznam doporučené literatury)

Navrhněte rozpouštědlo pro krystalizaci naftalenu.

Jak se bude měnit teplota tání znečistěné látky po krystalizaci?