**№2 лабораториялық жұмыс**

№5 жұмыс. Қайталай кристалдау. № 6-жұмыс. Сублимациялау (Бірден булану). №7-жұмыс. Балқу температурасын анықтау.

**№ 5 жұмыс. Қайтакристалдану**

Тұздарды және басқа да электролиттер мен органикалық қосылыстарды тазалау әдістерінің бәрінің ішінен бірінші орында қайтакристалдану тұрады. Қыздырған кезде тұздардың ерігіштігі артатындығын қолдана отырып, қайнау температурасында қаныққан ерітінді дайындауға, оны механикалық қоспалардан сүзіп, суытуға болады. Бұл жағдайда көбінесе таза тұздың кристалдарын алуға мүмкіндік туады. Осылайша суытқанда ерітінді тек негізгі затқа қарағанда аса қаныққан болады, ал процент үлесі мөлшерінде болатын тұздар қоспалар кристалдар ерітіндісінен ерітінді затты айырып алғаннан кейін қалатын сұйықтықта қалады.

Заттарды қайтакристалдау арқылы тазалаудың тиімділігі олардың ерігіштігіне байланысты 5-30( шегінде жатқан заттарды 75-85 ( ерігіштікке қарағанда тазалау толығырақ болады. Бұдан өте оңай еритін заттарды тазалағанда қайтакристалдану пайдасыз екендігін көруге болады. Ерігіштік берілген температурадағы қаныққан ерітіндінің концентрациясымен анықталады. Ерігіштікті көбінесе екі тәсілмен 100 грамм қаныққан ерітіндідегі еріген заттың грамм санымен немесе 100 грамм еріткіште қаныққан ерітінді түзілгенше еритін ерітілетін заттың грамм санымен өрнектейді.

Егер жоғары температурада қаныққан ерітінді дайындап және суытсақ, онда суытқанда еріген заттың бір бөлігі тұнбаға түседі де, қоспалар ерітінді затты айырып алғаннан кейін қалатын ерітіндіде қалады, себебі оларға қарағанда ерітінді қанықпаған болады. Осылайша тазаланатын зат қоспадан тазартылады. Қайтакристалдану процесінің мәнін түсіну үшін мынандай мысалды қарастырамыз. Мысалы: калий бихроматын қайтакристалдау керек делік. Қайтакристалдауды 600С-да 200 г К2Сr2О7 қаныққан ерітіндісінен жүргіземіз. Осы ерітіндіні дайындау үшін тұз бен су мөлшерін есептейміз. Ерігіштік кестесінен К2Сr2О7 -нің 600С-да суда ерігіштігі 32,8( екенін табамыз. Сонда 600С-да қаныққан 200 г ерітінді дайындауға керекті тұз мөлшерін мына пропорция арқылы анықтауға болады:

Егер 100 г қаныққан ерітіндіде 32,8 г тұз болса, онда 200 г қаныққан ерітіндіде х г тұз болады. Бұдан: х = 3,8( 200/100 ( 65,6 г К2Сr2О7. Су мөлшері 200 ( 65,6 ( 134,4 г немесе 134,4 мл. Таразыда 65,6 г К2Сr2О7 өлшеп алып, оны стақанға салып, суды өлшек немесе цилиндрмен құямыз. Ерітіндіні араластырып, қыздырамыз (су немесе құм жылытқышында) және қатпарлы сүзгімен (неліктен?) ыстықтай сүзуге арналған құйғыда сүземіз. Егер ерітінді сүзгеннен кейін қанықпаған болса оны кәрлен тостағанға салып жылтыр қабықша пайда болғанша буландырады да (суық су немесе салқындатқыш қоспа қолдана отырып), берілген температураға дейін суытады. Баяу суытқанда ірі кристалдар, ал тез суытқанда өте ұсақ кристалдар түзіледі. Негізінде орташа кристалдар алуға тырысу керек (неліктен?).

Кристалдағанда түскен заттарды еріген затты айырып алғаннан кейін қалатын сұйықтықтан вакуумда сүзу арқылы бөліп алып, суық еріткіштің аздаған мөлшерімен жуады. Жуылған кристалдарды сүзу қағазына салып, ауада кептіреді. Егер зат кристалдық суын жоғалтпаса, оны ылғалсорғышта кептіруге болады. *(Ылғалсорғыштың құрылысы мен қолданылуы туралы П.И.Воскресенский Техника лабораторных работ. - М.: Химия, 1973 -. 71-76 б. кітабынан танысасыңдар).* Ауада жайылып кететін заттарды дереу сығып, қырналған тығыны бар ыдысқа салады.

Қайтакристалдау мен 100С-ға дейін суыту нәтижесінде 55 г К2Сr2О7 тұзы мен 105 мл қаныққан ерітіндісі алынды делік; ерітіндінің тығыздығын бірге тең деп аламыз. Кестеден 100С - да қаныққан тұздың ерігіштігін табамыз және онда қалған тұз массасын есептейміз: Егер 100 г қаныққан ерітіндіде 7,8 г тұз болса, онда 55 г қаныққан ерітіндіде х г тұз болады. Бұдан: х = 105 ( 768/100 ( 8,1 г. Демек, алынған үлгідегі К2Сr2О7 мөлшері 55+8,1 ( 63,1 г немесе W (К2Сr2О7) ( 63,1 ( 100/65,6 ( 96,1 ( - ті құрайды. Қоспа мөлшері 65,6  63,1 ( 2,5 г немесе ( бойынша 100  96,1 ( 3,9(. Егер еріген затты айырып алғаннан кейінгі сұйықтықта (маточный раствор) заттың көп мөлшері қалса және егер зат қымбат болатын болса, онда қалған сұйықтықты буландырып, заттың келесі үлесін бөліп алады.

Ерігіштігі белгісіз затты қайтакристалдағанда еріткіштің аздаған көлемін алып, берілген температураға дейін қыздырады, оған қайтакристалдануға керекті затты салады. Ерітіндіні сүзіп, бетінде қабыршақ түзілгенше буландырады. Кристалдарды бөліп, тазалығын тексеріп, өлшейді. Органикалық еріткіштерді қолданғанда қыздырғанда және сүзгенде өздігінен тұтануды болдырмайтын шараларды қолданған жөн.

***Тапсырма:*** *Оқытушының нұсқауымен бір зат алып, берілген температурада қайтакристалдауды жүргізіңдер. Жұмыс жоспарын жасаңдар. Негізгі өнімнің шығымын және қоспа мөлшерін есептеңдер.*

**№ 6 жұмыс. Бірден булану**

Көптеген заттар қыздырған кезде балқымай-ақ бірден буланады. Осындай заттардың буларын салқындатқанда олар газтәрізді жағдайдан сұйық фазаға өтпей бірден қатты фазаға ауысады. Осылайша, бірден булану екі сатыдан тұрады, біреуі-қатты заттың булануы, екіншісі-түзілген будың қатты затқа конденсациялануы. Тазалау үшін бірден булану тек негізгі өнім бірден буланатын болса, ал қоспалар буланбайтын болса ғана ыңғайлы. Кристалдауға қарағанда бірден буланудың артықшылығы, бірден булану нәтижесінде әдетте таза өнім тез алынады және бірден булануды заттардың өте аз мөлшерімен де оңай жүргізуге болады.

Бірден булануды 18-суретте көрсетілген аспапта жүзеге асырады. Құты немесе кәрлен ыдысты құм жылытқысында қыздырған жөн. Стаканды қыздырғанда оның бетін дөңгелек түпті салқын сумен толтырылған құтымен жабады. Стақанды абайлап қыздырады.

|  |  |
| --- | --- |
|  | Буланған кристалдарды шыны қалақшамен шынышақшаға немесе сағат шынысына салып, өлшейді. Бірден буландыруды диаметрі ыдыс диаметрінен біршама кіші болатын құйғының кең жағымен жа - |
| *18-сурет. Бірден булану* | былған кәрлен ыдыста жүргізуге болады. |

Құйғының жіңішке созылған жағының ұшын мақтамен жабады, ал айдалған зат кері ыдысқа түспес үшін оның бетін бірнеше тесік жасалған сүзгі қағазымен жабады.

Бірден булануға ұшырайтын зат ұсақ ұнтақталған болуы керек.

***Тапсырма:*** *Оқытушыдан мына заттардың (NH4Cl, І2, күкірт, салицилл және бензой қышқылы, антрацен, нафталин және т.б.) біреуін алып бірден буландыруды жүргізіңдер. Шығымды есептеңдер. Алған заттарыңды балқу температурасын анықтауға сақтап қойыңдар. Йодты тазалауды жүргізіңдер. Ол үшін стақан түбіне йод пен 0,2 г калий йодидінің (КІ неге керек?) қоспасын салыңдар.*

**№ 7 жұмыс. Балқу температурасын анықтау**

Заттың балқу температурасын анықтау үшін анализдің сапалық және сандық әдістері қолданылады. Әртүрлі қоспалардың болуы сандық түрде анықталады. Химиялық әдістермен бірге анализдің физика-химиялық әдістері-физикалық константаларды анықтау (балқу температурасы, тығыздығы және басқа) қолданылады. Химиялық таза заттар белгілі температурада балқиды немесе қатады, демек, балқу немесе қайнау температурасын анықтай отырып заттың тазалығы туралы айтуға болады. Заттың балқу температурасы дегеніміз ол зат қатты жағдайдан сұйық жағдайға ауысатын температураны айтамыз. Әдетте балқу температурасын дөңгелек түпті ыстыққа төзімді құты мен осы құтыға ағаш тығынның көмегімен бекітілген сынауықтан тұратын аспаптың көмегімен анықтайды (19-сурет).

|  |  |
| --- | --- |
| *19-сурет. Балқу температурасын анықтауға арналған аспап* | Құтыға концентрлі күкірт қышқылын, силикон майын немесе қайнау температурасы жоғары басқа сұйықты құяды. Сынауыққа термометр орнатып, оның шаригіне зат салынған капиллярды ұстату үшін резеңке сақина кигізеді. Балқу температурасы 2500С-дан жоғары заттармен жұмыс істеу үшін екі сынауықтан тұратын қарапайым қондырғыны қолданады. Кең сынауыққа жіңішкесін салып, олардың арасындағы саңылауды бос қалдырады. Жіңішке сынауыққа ағаш тығынмен термометрді орнатады. Балқу температурасын анықтау әдістемесі өте қарапайым. Таза заттың аздаған мөлшерін сағат шынысында шыны таяқшамен мұқият үйкелейді. Одан кейін бір ұшы бітелген шыны капилляр алып, оның (ішкі диаметрі 0,7-1,0 мм, ұзындығы 30-60 мм) |

ашық жағымен затты ішіне толтырады.Зат капиллярдың түбіне жетуі және тығыздалуы үшін капиллярды бітеу жағымен төмен қарай ұзындығы 70 см үстел үстіне тігінен қойылған шыны түтік арқылы лақтырады. Капиллярда биіктігі 5 мм - ге дейін жететін заттың тығыз қабаты болу керек. Зат салынған капиллярды резеңке сақинаға бекітіп, термометрге орнатады (капилляр сынап шаригінің деңгейінде болу керек( және құтыны бастапқыда тез, ал соңғы 15-200-та минутына 10С-дан көп емес жылдамдықпен қыздырады. Әйтпесе термометрдің шаригі қызып үлгермейді де балқу температурасы төменірек болып қалады. Белгісіз заттың балқу температурасын анықтағанда қыздыруды тезірек жүргізеді (минутына 5-70С), одан соң әсіресе балқу температурасына жақындағанда баяу қыздыру арқылы, анықтауды қайталайды.

**Егер құтыға концентрлі күкірт қышқылы құйылған болса, заттың балқу температурасын қорғаныш көзілдірік киіп анықтаған жөн.**

Заттың балқуының басталуы оның жұмсаруы және сұйық күйге ауысуы, ал соңы мөлдір сұйықтың түзілуі болып есептеледі. Балқудың алдында зат бастапқыда "жиырылады", капилляр қабырғасынан түседі, оның төменгі шетінде сұйық тамшысы пайда болады. Қыздыру кезінде капиллярдағы затты және сонымен бірге термометрдің көрсетуін бақылап отыру керек. 0,5-1,00 шегіндегі дәлдікпен анықталған балқу температурасы заттың тазалығының белгісі болып табылады.

***Тапсырма:*** *Балқу температурасын анықтау үшін аспап жинаңдар (19-сурет). 2-3 капиллярды қайта кристалдау немесе бірден булану кезінде алынған өте ұсақталған затпен толтырыңдар. Балқу температурасын анықтап, алынған мәліметтерді анықтамалық мәліметтермен салыстырыңдар.*