

## КРИСТАЛДАУ ЖӘНЕ ҚАЙТА КРИСТАЛДАУ

**Кристалдау.** Кристалдау әдісі қоспа компоненттерінің әртүрлі ерігіштігіне негізделген қатты заттар қоспасын бөлу.

Кристалдау процесі: 1) заттың қыздырылған қаныққан ерітіндісін сәйкес еріткіште дайындау;

- 2) ерімейтін қоспадан ыстық ерітінділерді сүзу;
- 3) кристалдану тудыратын ерітіндінің салқындауы;
- 4) ерітіндіден кристалдарды бөлу;
- 5) кристалдарды кептіру.

Кристалдау әдісімен таза заттар алу үшін ерітінді дұрыс таңдау керек.

Ерітіндіге қойылатын талаптар: 1) зат ерітіндіде қыздырғанда жақсы, ал салқындатқанда нашар еруі қажет;

2) ерітінді затпен әрекеттеспей керек;

3) кристалданатын заттың ерітіндідегі ерігіштігінің құрамындағы қоспалардың ерігіштігінен айырмашылығы болу керек, 4) ерітінді кристалдың бетінен оңай жуылу керек.

Ерітіндіні таңдағанда «ұқсас зат ұқсас ерітіндіде ериді» деген ұстанымға сүйену керек. Жақсы зерттелінген заттар үшін ерітінді және оның мөлшерін анықтауыштарда көрсетілген ерігіштігіне байланысты таңдауға болады.

Барлық жағдайда тазаланып жатқан заттың балқу температурасы еріткіштің қайнау температурасынан жоғары болуы қажет. Шамамен 10°C, әйтпесе салқындатқан кезде кейбір органикалық заттар түскен кезде майлы зат ретінде бөлініп еріткішпен араласпайды. Егер де мұндай жағдай болса, онда қоспаны қатты суытып колбаның қабырғасына үйкелеп қайта кристалдау керек. Таза зат алу үшін қайта кристалдауды қайталап ерітіндіні өте баяу суыту керек.

Белгісіз зат үшін ерітінді таңдағанда алдымен оның ерігіштігін суда тексеру қажет. Ол үшін заттың аз мөлшерін пробиркаға салып, 1 мл су (ерітінді) құйып оның бөлме температурасындағы ерігіштігін байқайды. Егер зат салқында ерімесе, зат салынған пробирканы қайнағанша плитkada қыздырады. Егер ерітінді кристалдауға жарамды болса, онда пробирканы салқындатқанда кристалдар түсу керек. Зат құрамында боялған қоспалар болса активтелген көмір қосады. Көмірді салған кезде бірден көпіретіндігін ескеру керек, сондықтан оны ыстық ерітіндіге емес, біраз салындатылған ерітіндіге қосу керек (көмір кристалданатын заттың 2% салмағына есептеліп алынады).

Кристалдау үшін ерітіндіні таңдағаннан кейін затты өлшеп алып конусты колбаға салып алдын ала қыздырылған суды (ерітіндіні) біртіндеп қосады. Егер бұл кезде зат ерімесе тағы да су немесе ерітіндіні қосып тағы да қыздырады.

Зат толық ерігеннен кейін ыстық ерітіндіні сүзу кезінде кристалдар түспейтіндей етіп сүзу керек. Кристалдану процесі воронкада басталмас үшін воронканы ақырын қыздыру керек және ерітіндінің артық қанықпауын қадағалау керек. Егер ерітінді ақырын салқындаса, онда ірі кристалдар түзіледі. Кристалдарды толық бөлу үшін колбаны салқын судың ағынында салқындату қажет. Кристалдануды колба қабырғасын шыны таяқшамен үйкелеу арқылы жылдамдатуға болады.

Бөлінген кристалдарды ерітіндіден вакуумды сулы насос арқылы Бюхнер воронкасы кигізілген Бунзен колбасында (егер ерітінді көп болса) және бүйір тесігі бар кішкентай пробиркада сүзеді. Кристалдарды бөліп алғаннан кейін ауада кептіріп, өлшейді және таза заттың шығымын кристалдауға алған заттың салмағына қатысты есептейді.

Кристалдау және қайта кристалдау әдісі арқылы заттарды тазартуда мынандай үш мәселеге көңіл бөлу керек:

- 1) органикалық заттың ерігіштігі температураға тікелей байланысты болуы шарт;
- 2) берілген бір еріткіште тазартылуға тиіс зат бөгде затқа қарағанда жақсы еруге тиіс;
- 3) еріткіш тазартылған затпен реакцияға түспеуі қажет.

## Органикалық заттарды қайта кристалдандыруда қолданылатын еріткіштердің қасиеті

№	Заттың аты, құрылымдық формуласы	Мол. масса	$t_{\text{балқу}}^{\circ\text{C}}$ анықта-ма	$t_{\text{балқу}}^{\circ\text{C}}$ тәжіри-бе	Кристалл түрі, формасы	Шығы-мы, %
1						
2						
3						

### 4-кесте

№	Еріткіш	Қайнау температурасы	Органикалық заттарды ерітуі
1	Су	100	Спирттер, карбон қышқылдары, фенолдар, альдегидтер, кетондар
2	Этил спирті	78	Спирттер, фенолдар, альдегидтер, кетондар, амин қышқылдары
3	Метил спирті	64,7	Спирттер, фенолдар, альдегидтер, кетондар, амин қышқылдары
4	Ацетон	56,4	Альдегидтер, кетондар
5	Сірке қышқылы	118,5	Карбон қышқылдары
6	Бензол	80	Көмірсутектер, спирттер, нитроқосылыстар
7	Толуол	110	Бензолдағы сияқты, бірақ ерігіштігі жоғары
8	хлороформ	61	Галогентуындыларға, майлар және т б.

**Еріткішті таңдап алу.** Бірінші пробиркаға бірдей мөлшерде 0,01 г тазаланған зат және бірдей көлемде (0,5-1 мл) әртүрлі еріткіштерді құйып, қалыпты температурадағы ерігіштігін байқайды. Сол пробиркалардағы затты қыздырып ерітеді. Қыздырғанда қай еріткіште тазаланатын зат жақсы еріп, ал суытқанда кристалл көп түсетін еріткіш сол зат үшін қолайлы болып есептеледі.

Егер еріткіш су емес, органикалық еріткіш болса, онда кері салқындатыш қолданылады. Одан әрі қарай қыздырылған ерітінді қатпарлы сүзгі арқылы сүзіледі де сүзгіден өткен ерітінді суытылады.

Ерітіндінің сууы кезінде заттың қайтадан кристалдануы жүреді. Бұл түзілген таза кристалдар ерітіндіден сүзу арқылы бөлініп алынады. Алынған таза заттың массасы өлшеніп, шығымы анықталады. Таза заттың балқу температурасы анықталады. Алынған нәтижелерді 4-кестеге жазады.

*Реактивтер:* қымыздық қышқылы, нафталин, су және этил спирті.

*Құрал-жабдықтар:* стакан, таразы, сүзгі қағаз, спирт шамы.

*Қымыздық қышқылын қайта кристалдандыру.* Сыйымдылығы 100 мл стаканға 1 г қымыздық қышқылын салып, оның үстіне 50 мл дистилденген су құйып, қоспаны қышқыл толық ерігенше қыздырады да, алынған ыстық ерітіндіні колба сыртынан суық сумен тез салқындатады. Колба түбіне ине тәрізді қымыздық қышқылының кристалдары шөгеді. Қоспаны Бюхнер воронкасында сору арқылы сүзіп, алынған кристалдарды суық сумен сүзіп жуады да сүзгі қағазға сорғызу арқылы кептіреді (8-сурет).

*Нафталинді қайта кристалдандыру.* 1 г нафталинге 30 мл этил спиртіні қосып, су жылытқышта қыздырады. Нафталиннің ерімегені болса, оған тағы да 2-3 мл этил спиртіні қосады. Егер қоспа майланса, аздап салқындатып барып, 0,1-0,25 г көмір ұнтағын қосады да ерітіндінің түсі жойылғанша 2-3 мин қыздырады. Ыстық ерітіндіні сүзіп, алынған ерітіндіні колба сыртынан суық суға салып немесе су ағынының астына ұстап суытады.

Салқындағанда таза нафталиннің кристалдары түзіледі. Түзілген кристалдарды бөліп алу үшін ерітіндіні Бюхнер воронкасында сүзеді. Алынған кристалдарды сүзгі қағазда кептіреді. Кептірілген таза нафталинді оның балқу температурасын анықтауға жұмсайды.

### Бақылау сұрақтары

1. Кристалдау және қайта кристалдау процестеріне анықтама беріңдер?
2. Қайта кристалдау процесін түсіндіріңдер?
3. Еріткіш және оған қандай талаптар қойылады?
4. Кристалдану жылдамдығы неге байланысты?
5. Неліктен қайта кристалдауға ерігіштігі жоғары ерітіндіні таңдауға болмайды?

### №2 зертханалық жұмыс ВОЗГОНКАЛАУ (СУБЛИМАЦИЯ)

*Возгонкалау* деп қатты заттың қыздырғанда сұйықтыққа айналмай, бірден буға айналып, қайтадан қатты заттың түзілуін айтады. Возгонкалау – қатты заттарды тазартудың бір жолы.

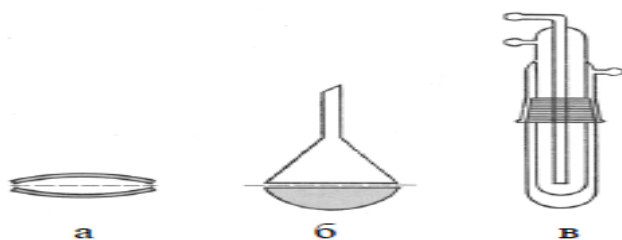
Возгонкалануға барлық заттар бірдей қабілетті емес. Сондықтан возгонкалау заттарды тазалаудың универсалды әдісі емес.

Возгонкалау кезінде затты абайлап қыздыру керек. Возгонкалауды конусты воронкамен жабылған фарфорлы табақшада жүргізуге болады. Сублимаат қайтадан табақшаға түспес үшін оны тесілген домалақ сүзгі қағазбен жабады. Воронканы штативке лапкамен бекітіп суық сумен ылғалданған сүзгі қағаздың қиыршықтарымен кептіреді. Спирт шамының жалыны зат салынған табақшаға тимеу керек (3-5 см).

Затты буланып ұшқан қақтары воронка қабырғасында 15-20 минуттан кейін пайда болады. Сублимацияның екі түрі болады:

- а) қарапайым сублимация (15-сурет. а, б);
- б) вакуумде өтетін сублимация (15-сурет. в).

*15-сурет*



*а – сағаттық шыныдағы затты қайта буландыру; б – фарфор табақшаға воронка қойып буландыру; в – вакуумдағы сублимацияға арналған прибор*

Возгонкалауды аз мөлшерде сағат шынысында да жүргізуге болады. Ол үшін тесігі бар сүзгі қағазды сағат шынысына қойып, үстіңгі жағынан екінші сағат шынысымен жабады. Пробиркаға 1 г нафталин салып баяу қыздырады, нәтижесінде нафталин возгонкаланып, пробирканың ауыз жағында қайта кристалданады.

Бейорганикалық химия курсына йодты возгонкалайды.

### Бақылау сұрақтары

1. Возгонкалау қандай жағдайда қолданылады?
2. Возгонкалау температурасы дегеніміз не?
3. Возгонка кезінде зат шығымы болмас үшін затты қалай қыздырады?
4. Сублимация жылдамдығын арттыу үшін не істеу керек?

### №3 Зертханалық жұмыс