

ĆWICZENIE nr 1

Podstawy pracy laboratoryjnej

Celem ćwiczenia jest wprowadzenie do prawidłowego i bezpiecznego wykonywania podstawowych czynności laboratoryjnych.

ZAKRES MATERIAŁU OBOWIĄZUJĄCEGO NA ĆWICZENIE:

1. *Podstawowe zasady bezpieczeństwa i higieny pracy w laboratorium chemicznym; zasady korzystania z odczynników chemicznych; budowa i zasady posługiwania się palnikiem gazowym Meckera rodzaje wag oraz zasady prawidłowego ważenia, podstawowe sposoby odmierzania cieczy, przygotowywanie roztworów, wytrącanie i sączenie osadów, sposoby oddzielania osadu od roztworu, suszenie i prażenie osadów.*
2. *Znajomość podstawowych obliczeń chemicznych (umiejętność obliczania/przeliczania stężeń procentowych i molowych w oparciu o wzory).*

LITERATURA

1. *Minczewski J., Marczenko Z., Chemia analityczna. T.1. Podstawy teoretyczne i analiza jakościowa. Wyd. 10. PWN, Warszawa 2023.*
2. *Cox P. A., Krótkie wykłady Chemia nieorganiczna, PWN, Warszawa 2020.*
3. *Bieleński A., Podstawy chemii nieorganicznej, PWN, Warszawa 2012.*
4. *Leroy L., Jones L., Atkins P., Chemia ogólna, PWN, Warszawa 2020.*
5. *Skrypt do ćwiczeń z chemii ogólnej, nieorganicznej i analitycznej, pod redakcją E. Skrzydlewskiej, Uniwersytet Medyczny w Białymstoku, Białystok 2010.*
6. *Galus Z., Ćwiczenia rachunkowe z chemii analitycznej. WNT, Warszawa 2022*
7. *Cygański A.: Chemiczne metody analizy ilościowej. Wyd. 6. PWN, Warszawa 2017.*
8. *Z. Warnke (red.): Obliczenia z chemii ogólnej, Wydawnictwo Uniwersytetu Gdańskiego, Gdańsk, 2011*

I. CZĘŚĆ WPROWADZAJĄCA

Omówienie zasad bezpieczeństwa i higieny pracy w laboratorium chemicznym:

- ✓ zachowanie się w laboratorium chemicznym,
- ✓ porządek w pracowni,
- ✓ zabezpieczenia osobiste,
- ✓ postępowanie z odczynnikami chemicznymi,
- ✓ przechowywanie substancji chemicznych,
- ✓ klasyfikacja substancji niebezpiecznych,
- ✓ wiadomości niezbędne w razie wypadku,
- ✓ postępowanie w przypadku wystąpienia niebezpieczeństwa.

II. CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

Zapoznanie z podstawowym wyposażeniem laboratorium (szkło i sprzęt laboratoryjny) oraz zasady ich użytkowania.

1. Zasady prawidłowego obsługiwaniania palnika gazowego; ogrzewanie cieczy

Doświadczenie 1.1. Zapalanie i gaszenie palnika gazowego

Zasady zapalania palnika

- należy upewnić się, że główny zawór gazowy w laboratorium został odkręcony (zawór odkręca asystent), następnie odkręcić zawór znajdujący się przy stole laboratoryjnym
- sprawdzić, czy dopływ powietrza jest całkowicie zamknięty (pierścień regulujący dopływ powietrza powinien być zakręcony),
- palącą się zapalkę należy zbliżyć do palnika, a następnie powoli odkręcić kurek przy palniku i regulować dopływ powietrza odkręcając pierścień; (nie wolno postępować w kolejności odwrotnej; przy zbyt dużym dopływie powietrza może nastąpić tzw. przeskoczenie płomienia),
- na początku gaz zapala się dając świecący płomień, regulując dopływ odpowiedniej ilości powietrza należy płomień wyregulować tak aby był wyraźnie zróżnicowany na dwa stożki (zewnątrzny i wewnętrzny),
- w przypadku „przeskoczenia” płomienia, należy **natychmiast zgasić palnik (odcinając dopływ gazu)**, palnik można zapalić dopiero po ostygnięciu.

Zasady gaszenia płomienia

- przed zgaszeniem palnika, w pierwszej kolejności należy zamknąć dopływ powietrza,
- następnie zamknąć kurek gazowy znajdujący się przy stole laboratoryjnym, a po zgaśnięciu płomienia należy zakręcić kurek gazowy znajdujący się przy palniku,
- zamknąć główny zawór gazowy w laboratorium (zawór zakręca asystent lub dyżurny po skończonych ćwiczeniach).

Wykonanie doświadczenia:

Zapalenie i zgaszenie palnika gazowego typu Meckera,

Uwaga! Nie wolno pozostawiać palących się palników bez nadzoru

Doświadczenie 1.2. Ogrzewanie cieczy

Zasady ogrzewania cieczy w probówce:

- ogrzewanie cieczy w probówce należy przeprowadzać trzymając probówkę w drewnianej łapie w pozycji ukośnej
- probówkę wypełnić cieczą nie więcej niż 1/3 objętości,
- wylot probówki powinien być skierowany zawsze od siebie w stronę przez nikogo nie zajętą,
- należy ogrzewać probówkę z boku w pobliżu lustra cieczy, a nie dno probówki,
- probówkę ogrzewa się w płomieniu nieświecącym (bez stożka), stale mieszając zawartość
- aby uniknąć przegrzania cieczy ogrzewanie powinno odbywać się we względnie wolnym tempie.

Zasady ogrzewania cieczy w zlewce:

- wylot zlewki zakrywamy szkiełkiem zegarkowym o odpowiedniej średnicy (nie wolno stosować szczelnych zamknięć tj. korków, zakrętek, hermetycznych pokrywek),

- naczynie powinno być odizolowane specjalną płytą izolacyjną od źródła ciepła (przy ogrzewaniu na palniku gazowym jest to bezwzględnie konieczne)
- naczynie wypełniany cieczą w objętości nie przekraczającą 2/3 objętości naczynia, natomiast kolby stożkowe i krystalizatory w 1/2 objętości),
- aby uniknąć przegrzania cieczy ogrzewanie powinno odbywać się we względnie wolnym tempie.

Wykonanie doświadczenia:

Ogrzewanie cieczy w probówce:

- a) do próbówki o poj. 10 ml wlewamy wodę destylowaną około 1/4 objętości próbówki*
- b) próbówkę umieszczamy w drewnianej łapie,*
- c) trzymając próbówkę ukośnie umieszczamy nad płomieniem palnika, zawartość mieszamy delikatnie poruszając próbówką nad palnikiem*
- d) podczas ogrzewania wylot próbówki powinien być skierowany zawsze od siebie w stronę przez nikogo nie zajętą,*
- e) ogrzewanie prowadzimy do momentu wrzenia cieczy*
- f) po skończeniu próbówkę umieszczamy w statywie (do ostygnięcia)*

2. Ważenie

W celu zważenia badanej substancji w laboratorium chemicznym, zależnie od wymaganej czułości i dokładności, stosuje się różne rodzaje wag, które można w różny sposób sklasyfikować.

Wagi można podzielić ze względu na:

nośność i dokładność:

- zwyczajne (nośność: 5-10 kg; dokładność: ± 1 g),
- techniczne (nośność: 100-1000 g; dokładność: $\pm 0,01$ g),
- analityczne (nośność: 100-200 g; dokładność: $\pm 0,1$ mg),
- półmikroanalityczne (nośność: 100 g; dokładność: $\pm 0,1$ mg),
- mikroanalityczne (nośność: 5-30 g; dokładność: $\pm 0,001$ mg),
- ultramikroanalityczne (nośność: do 1000 μg ; dokładność: $\pm 0,1 - 0,01$ μg).

zasadę działania:

- dźwigniowe – masę ważonego przedmiotu wyznacza się poprzez zrównanie jej masą znaną – odważnikami,
- sprężynowe – masa wyznaczana jest poprzez odkształcenie sprężyny spowodowanej masą ważonego przedmiotu,
- elektromechaniczne – masa przedmiotu wyznaczana jest jako funkcja wartości sygnału elektrycznego, wytworzonego przez ważony przedmiot,
- hydrauliczne - masa przedmiotu wyznaczana zostaje jako funkcja ciśnienia wywieranego przez masę ciała za pomocą tłoka na ciecz w naczyniu zamkniętym.

Obecnie najczęściej stosowana i najbardziej popularna jest **waga elektroniczna**. Jest to waga elektryczna wyposażona w elektroniczny układ wskazujący, najczęściej cyfrowy. Waga elektroniczna to urządzenie do wyznaczania masy przedmiotu umieszczonego na nośni przy udziale siły grawitacji. Po położeniu przedmiotu na nośniku wagi w wyniku działania siły ciężkości następuje odkształcenie przetwornika pomiarowego, np. zmiany oporu elektrycznego drutu w związku z jego odkształceniem czy indukcji.

Wśród wag elektronicznych, w zależności od czułości i dokładności, wyróżnia się wagi:

- techniczne,
- mikroanalityczne,
- ultramikroanalityczne,

- termowagi (wagosuszarka, analizator wilgoci) – urządzenie, w którym próbka podlega działaniu wzrastającej temperatury. Pozwala ona na kontrolowanie zmiany masy ważonej substancji podczas ogrzewania.

Parametry charakteryzujące wagę: czułość, nośność i dokładność

- ✓ **Czułość** jest to reakcja wskazań wagi na zmianę pod wpływem minimalnej masy położonej na szalkę
- ✓ **Nośność** wagi jest to największe, dopuszczalne obciążenie szalki, które nie spowoduje uszkodzenia wagi.
- ✓ **Dokładność** wagi jest to zgodność pomiędzy otrzymanym wynikiem ważenia z wynikiem rzeczywistym – im różnica ta jest mniejsza tym większa dokładność pomiaru.

Podstawowe zasady użytkowania wag analitycznych:

- ✓ waga powinna być czysta,
- ✓ waga powinna być wypoziomowana,
- ✓ waga nie może być obciążana powyżej nośności,
- ✓ ważone substancje nie powinny być kładzione bezpośrednio na szlacie wagi:
 - substancje stałe waży się w naczynkach wagowych lub na szkiełkach zegarkowych,
 - ciecze waży się w zamkniętych butelkach lub kolbkach,
- ✓ rozmiar naczynka nie powinien być zbyt duży w porównaniu z naważką
- ✓ wstawianie i zdejmowanie naczynka lub szkiełka z szalki należy wykonywać spokojnym ruchem, przenosząc je szczypcami,
- ✓ przedmioty ważone należy umieszczać na środku szalki,
- ✓ waga nieużywana powinna pozostawać nieobciążona.

Doświadczenie 2.1. Ważenie

Wykonanie doświadczenia:

Ważenie substancji stałej na wadze analitycznej:

- a) należy włączyć wagę,
- b) gdy na wyświetlaczu wagi pojawi się komunikat 0,0000 g, na szalce wagi ustawić zamknięte naczynko wagowe,
- c) wagę wytarować,
- d) szczypcami naczynko zdjąć z wagi,
- e) do naczynka wsypać około pół łyżeczki stałego NaCl,
- f) zamknięte naczynko z substancją ustawić na szalce wagi,
- g) na wyświetlaczu odczytać masę substancji z dokładnością do 0,0001 g,
- h) naczynko zdjąć z szalki wagi,
- i) wagę wytarować,
- j) wagi nie wylączyć, pozostawić z komunikatem na wyświetlaczu 0.0000g.

3. Prażenie substancji

Prażenie polega na ogrzewaniu, uprzednio wysuszonej substancji, w wysokiej temperaturze (1000-1200⁰C). W czasie prażenia substancja traci wszystkie składniki lotne i bardzo często ulega różnym przemianom chemicznym uzyskując jednocześnie stałą masę.

Doświadczenie 3.1. Prażenie soli w tyglu porcelanowym

Wykonanie doświadczenia:

- a) do porcelanowego tygla należy odważyć ok. 500 mg uwodnionego chlorku kobaltu (II) ($\text{CoCl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$),
- b) tygiel stabilnie umieścić na trójnogu bezpośrednio nad płomieniem palnika, prażyć wykonywać przez 10 min.
- c) pozostawić do wystygnięcia,
- d) obserwować zmianę barwy chlorku kobaltu (II) w czasie prażenia,
- e) napisać schemat zachodzących przemian

Doświadczenie 3.2. Prażenie w łyżce do spalań

Wykonanie doświadczenia:

- a) należy odważyć 200 mg siarczynu (VI) miedzi (II) i umieścić na łyżce do spalań,
- b) ogrzewać w płomieniu palnika,
- c) obserwować zmiany zachodzące w czasie ogrzewania,
- d) napisać schemat zachodzących przemian

4. Odmierzanie cieczy

Do odmierzania niewielkich objętości cieczy w laboratoriach stosuje się:

- ✓ pipety miarowe,
- ✓ pipety automatyczne,
- ✓ pipety Pasteura.

Pipeta miarowa jest to długa, wąska szklana rurka posiadająca precyzyjną skalę, która na jednym końcu posiada precyzyjnie wykonane zwężenie, a na drugim gładką i prostą końcówkę. Końcówka służy do nakładania specjalnej pompki (np. gumowej ssawki). Pipety miarowe mogą mieć pojemność od 0,5 do 200ml.

Pipety umożliwiające pomiar tylko jednej objętości ale za to z bardzo dużą precyzją nazywamy **pipetami mianowanymi**. Pipety takie nie posiadają pełnej skali, jedynie nacięcie na szyjce wskazujące na poziom do którego trzeba pobrać ciecz.

Do bezpiecznego i higienicznego napełniania pipet szklanych służą różnego rodzaju nasadki, pompki i trójzaworowe gruszki gumowe (właściwe operowanie zaworkami umożliwia korzystanie z pipety bez konieczności zdejmowania gruszki).

Pipeta automatyczna jest to rodzaj pipet miarowych, które posiadają mechanizm dozujący, regulator oraz wymienną końcówkę (z tworzywa sztucznego: z teflonu lub polietylenu). Ciecz pobierana się bezpośrednio do końcówki, przy pomocy tłoczka, który po zwolnieniu jest wypychany przez sprężynkę zasysając ściśle określoną ilość cieczy. Produkowane są także stało-pojemnościowe lub wielokanałowe wersje pipety automatycznej. Pipety automatyczne służą przede wszystkim do szybkiego odmierzania niewielkich objętości cieczy - od 1 μ l do 5 ml.

Przy użyciu pipet automatycznych można odmierzać ciecze techniką "pipetowania normalnego" albo "pipetowania różnicowego".

Postępowanie w przypadku pipetowania normalnego:

- a) tłok pipety wcisnąć do pierwszego oporu, następnie zanurzyć końcówkę pipety pionowo 2-3 mm pod powierzchnię odmierzanej cieczy,
- b) następnie powoli zwolnić tłok zapewniając gładki jego przesuw i zassanie cieczy do końcówki,
- c) odczekać 2-3 sekundy, wyciągnąć końcówkę z cieczy przesuując po ściance naczynia (pionowo),
- d) przenieść pipetowaną ciecz do naczynia docelowego dotykając końcówką ścianki lub dna naczynia, powoli nacisnąć tłok do pierwszego oporu,
- e) następnie należy docisnąć tłok do drugiego oporu i “wydmuchnąć” z końcówki ewentualne pozostałości odmierzanej cieczy.

Postępowanie w przypadku pipetowania różnicowego:

- a). tłok pipety należy wcisnąć do drugiego oporu i zanurzyć końcówkę pipety pionowo 2-3 mm pod powierzchnię odmierzanej cieczy,
- b). zwalniać tłok powoli zapewniając gładki jego przesuw i zassanie cieczy do końcówki,
- c). odczekać 2-3 sekundy, wyciągnąć końcówkę z cieczy przesuując po ściance naczynia (pionowo),
- d). przenieść pipetowaną ciecz do naczynia docelowego dotykając końcówką ścianki lub dna naczynia, powoli nacisnąć tłok do pierwszego oporu, część cieczy pozostanie w końcówce,
- e). nie zwalniając nacisku na tłok (pierwszy opór), przenieść pipetę do naczynia wyjściowego z dozowaną cieczą i opróżnij końcówkę poprzez docisnięcie tłoka do drugiego oporu.

Pipeta Pasteura jest najprostszym rodzajem pipet. Służy do pobierania i przenoszenia niewielkich ilości cieczy. Pipety te mają kształt dłuższej lub krótszej rurki szklana bądź plastikowej, o pojemności ok. 1 ml, która posiada dolny odcinek wąski i górny odcinek szerszy.

Doświadczenie 4.1. Odmierzanie cieczy pipetą klasyczną

Wykonanie doświadczenia:

- a) wybieramy pipetę o poj. 5 ml, na końcówkę pipety należy nałożyć pompkę do pipetowania i pobrać 1 ml wody destylowanej (menisk dolny powinien zatrzymać się na kresce)
- b) trzymając pipetę pionowo dokonać odczytu tak aby oko było na wysokości kreski,
- c) po ustaleniu położenia dolnego menisku, dotknąć końcem pipety suchej ścianki naczynia, z którego pobiera się płyn, w celu usunięcia pozostałej na ściance pipety kropli
- d) pipetę przenieść się nad naczynie, trzymając pipetę lekko pochyloną, dotknąć jej końcem ścianki naczynia i pozwolić wypłynąć cieczy,
- e) w zwężeniu na końcu pipety pozostaje kropla, której nie wolno wytrząsać i wydmuchiwać, jak również dotykać końcem pipety cieczy w naczyniu

Doświadczenie 4.2. Pobieranie cieczy pipetą Pasteura

Wykonanie doświadczenia:

- a) na górny koniec szklanej pipety Pasteura należy nałożyć ssawkę silikonową,
- b) ścisnąć ssawkę (przy pipecie szklanej i plastikowej), zanurzyć końcówkę pipety w wodzie destylowanej i następnie zwalniając ssawkę pobrać dowolną objętość cieczy (w czasie pipetowania pipetę należy trzymać pionowo),
- c) pipetę wraz z pobraną cieczą przenieść nad naczynie, do którego jest odmierzany roztwór (zlewka o poj. 100ml). Trzymając pipetę lekko pochyloną, dotknąć jej końcem ścianki naczynia i naciskając ssawkę, pozwala się wypłynąć cieczy,
- d) powtórzyć powyższe czynności z użyciem plastikowej pipety Pasteura.

Doświadczenie 4.3. Odmierzanie cieczy pipetą automatyczną

Wykonanie doświadczenia:

Zastosowanie techniki pipetowania normalnego do dokładnego odmierzenia cieczy:

- a) wytarować wagę automatyczną na naczynko wagowe,
- b) zdjąć naczynko z szalki wagi,
- c) wybraną pipetę automatyczną nastawić na maksymalną objętość (V) i odpipetować wodę do naczynka wagowego stosując technikę pipetowania normalnego,
- d) umieścić naczynko z wodą na szalce i odczytać masę odmierzanej wody z dokładnością do 0,0001 g,
- e) ważenie powtórzyć 3-krotnie, za każdym razem stosując suche naczynko wagowe i notując wskazanie wag ,

Zastosowanie techniki pipetowania różnicowego do dokładnego odmierzenia cieczy:

- a) wytarować wagę automatyczną na naczynko wagowe,
- b) zdjąć naczynko z szalki wagi,
- c) wybraną pipetę automatyczną nastawić na maksymalną objętość (V) i odpipetować wodę do naczynka wagowego stosując technikę pipetowania różnicowego,
- d) umieścić naczynko z wodą na szalce i odczytać masę odmierzanej wody z dokładnością do 0,0001 g,
- e) ważenie powtórzyć 3-krotnie, za każdym razem stosując suche naczynko wagowe i notując wskazanie wagi,
- f) porównać wyniki masy wody uzyskane techniką pipetowania normalnego i różnicowego.

5. Rozpuszczanie (roztwarzanie) substancji

Rozpuszczanie i roztwarzanie ciał stałych w cieczach są czynnościami najczęściej spotykanymi w praktyce laboratoryjnej, ponieważ większość reakcji chemicznych przeprowadza się w roztworach.

Często zamiast terminu „roztwarzanie” zwyczajowo używa się terminu „rozpuszczanie”, pomimo że określenie to jest prawidłowo użyte jedynie w przypadku czysto fizycznego procesu przeprowadzania substancji stałej do roztworu. Natomiast jeżeli przejście substancji stałej do fazy ciekłej odbywa się na drodze reakcji chemicznej mówimy i procesie roztwarzania.

Dlatego w przypadku soli posługujemy się terminem rozpuszczania np. cukru czy soli kuchennej w wodzie, ale o roztwarzaniu wodorotlenku żelaza w kwasie solnym czy miedzi w kwasie azotowym.

Podział roztworów

1. biorąc pod uwagę stan skupienia:

- a) gazowe (mieszanki gazów)
- b) ciekłe:
 - cieczy w cieczy,
 - ciała stałego w cieczy,
- c) stałe (kryształy mieszane) - powstają podczas krystalizacji,

2. biorąc pod uwagę stopień nasycenia roztworu:

- a) nienasycony,
- b) nasycony,
- c) przesycony,

roztwór nienasycony to taki, w którym można jeszcze rozpuścić pewną ilość substancji rozpuszczonej

roztwór nasycony to taki, w którym dana substancja już się więcej nie rozpuszcza

roztwór przesycony – to roztwór, w którym ilość substancji rozpuszczonej jest większa niż wynosi rozpuszczalność w danych warunkach, a mimo to substancja nie krystalizuje

3. biorąc pod uwagę wielkość cząsteczek substancji rozpuszczonej:

- a) rzeczywiste (właściwe)
- b) koloidalne
- c) zawiesiny

Roztwory rzeczywiste (właściwe) – są to układy homogeniczne, w których nie da się wyodrębnić poszczególnych składników, np. mieszanina wody i soli kuchennej; średnica cząsteczek substancji rozproszonej w ośrodku rozpraszającym jest w przybliżeniu równa średnicy cząstek ośrodka rozpraszającego i wynosi 10^{-10} - 10^{-9} m.

Roztwory koloidalne (zól) – są to niejednorodne mieszaniny, zwykle dwufazowe, tworzące układ dwóch substancji, w którym jedna z substancji jest rozproszona w drugiej. Rozdrobnienie (czyli dyspersja) substancji rozproszonej jest tak duże, że fizycznie mieszanina sprawia wrażenie substancji jednorodnej, choć w rzeczywistości nie jest to wymieszanie na poziomie pojedynczych cząsteczek. Średnica cząstek substancji rozproszonej jest większa od średnicy cząstek ośrodka rozpraszającego, a ich wielkość waha się w granicach 10^{-9} – 10^{-7} m.

Zawiesiny – są to układy niejednorodne, dwufazowe, w których cząstki jednego ciała rozproszone są (faza rozproszona) w drugim ciele (faza rozpraszająca), np. cząstek cieczy w cieczy albo cząstek ciała stałego w gazie. Jeżeli cząstki te są dostatecznie małe, mowa jest o układzie koloidalnym. Ponieważ gęstość fazy rozproszonej w zawiesinach jest na ogół większa niż gęstość fazy rozpraszającej dlatego rozproszone cząstki fazy stałej mają tendencję do sedymentacji (opadania). Średnica cząstek substancji rozproszonej jest większa od średnicy cząstek ośrodka rozpraszającego i wynosi powyżej 10^{-7} .

Doświadczenie 5.1. Sporządzanie i badanie właściwości roztworów właściwych

Wykonanie doświadczenia:

Przygotowanie 1% roztworu chlorku sodu

- a) obliczyć naważkę potrzebną do sporządzenia 100mL 1% roztworu NaCl
- b) na wadze analitycznej odważyć odpowiednią masę soli
- c) naważkę przenieść ilościowo do kolby miarowej o pojemności 100 ml, sól dokładnie mieszając rozpuścić w niewielkiej ilości wody,
- d) następnie uzupełnić kolbę wodą do kreski, zatkać korkiem i dokładnie wymieszać powoli odwracając kolbę 10 razy dnem do góry.

Przygotowanie roztworu kwasu octowego o stężeniu 1mmol/l

- a) oblicz objętość kwasu octowego (mając do dyspozycji roztwór tego kwasu o stężeniu 100mmol/l) potrzebną do sporządzenia 100mL roztworu o stężeniu 1mmol/l.
- b) do kolby miarowej o pojemności 100ml wlać niewielką ilość wody następnie za pomocą pipety odmierzyć obliczoną objętość kwasu octowego i przenieść ilościowo do kolby miarowej o pojemności 100ml, wymieszać, uzupełnić kolbę wodą do kreski, zatkać korkiem i dokładnie wymieszać powoli odwracając kolbę 10 razy dnem do góry.

6. Osady trudno rozpuszczalne

Strącanie (precypitacja, wytrącanie) jest procesem przeciwnym do roztwarzania ciał stałych w cieczach, mającym na celu całkowite usunięcie pewnego składnika z roztworu w postaci trudno rozpuszczalnego osadu.

Osady mogą być:

- ✓ krystaliczne,
- ✓ koloidowe (galaretowate, maziste, kłaczkowate czyli bezpostaciowe).

Otrzymywanie osadów

- osady strąca się najczęściej w zlewkach
- wielkość naczynia dobiera się odpowiednio do objętości roztworu, przy czym ilość cieczy nie powinna przekraczać połowy pojemności naczynia
- ilość strącanego składnika powinna być tak dobrana, aby otrzymanego osadu nie było zbyt wiele, utrudnia to bowiem jego odsączenie i dobre przemycie
- strącanie osadu przeprowadza się mieszając ogrzany roztwór za pomocą bagietki i wkraplając roztwór odczynnika strącającego z pipety lub cylindra miarowego
- po dodaniu całej ilości odczynnika i opadnięciu wytrąconego osadu na dno naczynia sprawdza się, czy wprowadzona ilość odczynnika jest dostateczna:
 - w tym celu do klarownej cieczy wkrapla się nieco roztworu odczynnika i obserwuje, czy nie pojawia się jeszcze zmętnienie
 - jeśli tak, to wkrapla się więcej odczynnika, miesza roztwór, a po odstaniu się osadu ponownie przeprowadza się próbę na całkowite wytrącenie

Do oddzielania osadów od roztworów, w laboratoriach analitycznych najczęściej stosowane są techniki tj.: dekantacja, wirowanie bądź sączenie.

Dekantacja jest procesem polegającym na zlewaniu cieczy z nad osadu, wykonywana jest po opadnięciu wytrąconego osadu na dno naczynia. Dekantacja jest wykonywana w celu skrócenia czasu trwania procesu filtracji fazy stałej, lub też odwrotnie – dla oczyszczenia fazy ciekłej. Czynności dekantacji wykonuje się na cieczy odstanej, poprzez ostrożne pochylanie naczynia tak, aby nadmiar cieczy wypływał jak najspokojniej, a ciecz, która jeszcze nie wypłynęła, wykonywała w naczyniu jak najmniejszy ruch.

Wirowanie jest najczęściej stosowanym sposobem rozdzielania ciekłych układów niejednorodnych pod działaniem siły odśrodkowej. Proces ten wykonuje się w przeznaczonych do tego celu urządzeniach zwanych wirówkami. Separacja zachodząca w wirówce jest podobna do procesu jaki zachodzi przy sedymentacji wynikającej z siły grawitacji. Siła powodująca separację jest jednak większa, co wynika z rotacji cieczy w wirówce.

Sączenie polega na mechanicznym oddzieleniu substancji stałych od cieczy, poprzez mechaniczne zatrzymanie cząstek stałych na porowatym materiale (sączkach, spiekach) o wielkości porów odpowiednio dobranych do charakteru osadu.

W zależności od wielkości otrzymanych ziaren osadu, w laboratorium chemicznym stosuje się trzy rodzaje **sączków**:

- sączki „twarde” – stosowane do sączenia osadów drobnokrystalicznych, jak np. BaSO_4 , CaC_2O_4 , (oznaczone niebieskim kolorem i numerem 390)
- sączki „średnie” stosowane do sączenia osadów grubokrystalicznych (oznaczone kolorem żółtym i numerem 389)
- sączki „miękkie” stosowane do sączenia osadów bezpostaciowych (galaretowate, serowate) (oznaczone kolorem czerwonym lub szarym z numerem 388).

Doświadczenie 6.1. Otrzymywanie roztworu koloidalnego wodorotlenku żelaza (III) w wyniku hydrolizy soli żelaza (III)

Wykonanie doświadczenia:

- a). do zlewki o pojemności 150 ml wlać 50 ml wody i umieścić na płytce izolacyjnej nad płomieniem palnika, podgrzać wodę do wrzenia,
- b). następnie dodać mieszając zawartość zlewki 5 ml 0,5M FeCl_3 ,
- c). do gorącego roztworu małymi porcjami należy dodać (powoli), po bagietce 2mol/l roztwór amoniaku do wytrącania osadu,

- d). zlewkę z roztworem ogrzewać przez 2 minuty,
- e). obserwować postać i zabarwienie zolu wodorotlenku żelaza (III)
- f). otrzymany roztwór ostudzić i pozostawić do kolejnych ćwiczeń

Roztwory pozostawić do wykorzystania w doświadczeniu 6.2. i 6.4

Doświadczenie 6.2. Koagulacja zolu wodorotlenku żelaza (III) pod wpływem elektrolitów

Wykonanie doświadczenia:

- a) do trzech wykalibrowanych probówek nalać po 1 ml zolu wodorotlenku żelaza (III) $[Fe(OH)_3]$ sporządzonego w doświadczeniu 5.1
- b) do probówki nr 1 dodać: 1 ml 0,5M NaCl, do probówki nr 2 dodać 1 ml 1% Na_2SO_4 , a do probówki nr 3 dodać 1 ml nasyconego roztworu NaCl,
- c) określ i porównaj wpływ zastosowanych odczynników na koagulację badanego zolu

Doświadczenie 6.3. Wykonanie sączka zwykłego i karbowanego. Sączenie osadów.

Wykonanie doświadczenia:

Przygotowanie sączka zwykłego*

- a) sączek do filtracji średnio-szybkiej (tzw. „średni”) składamy na połowę dwukrotnie,
- b) sączek rozchylamy w kształcie stożka, w ten sposób, że po jednej stronie jest pojedyncza, a po drugiej stronie potrójna warstwa bibuły.
- c) następnie sączek wkładamy do lejka i sprawdzamy, czy szczelnie przylega (dobieramy odpowiedni do lejka kąt rozwarcia stożka z bibuły).
- d) dobieramy lejek tak, by jego wolna przestrzeń nad sączkiem wynosiła około 5 mm (sączek **nie może wystawać ponad brzeg lejka!!!**),
- e) zwilżamy sączek wodą destylowaną z tryskawki i czekamy, aż woda spłynie (stały słupek cieczy świadczy o dobrze przygotowanym sączku).

Przygotowanie sączka karbowanego*

- a) sączek zwykły składamy na pół, a następnie na cztery części,
- b) rozkładamy sączek na połowę i najpierw jedną ćwiartkę, a następnie drugą zaginamy kilkakrotnie,
- c) podczas zaginania fałd uważamy, aby nie uszkodzić środka sączka (w samym środku sączka nie zaginamy).

*** sączka użyć w doświadczeniu 6.4.**

Sączenie

- a) sączenie zaczynamy od dekantacji roztworu z nad osadu czyli nie mącąc zawartości naczynia, po bagietce zlewamy roztwór z nad osadu na sączek, porcjami, tak, aby nad zawiesziną pozostała wolna przestrzeń do krawędzi sączka o szerokości około 0,5cm,
- b) użycie bagietki umożliwia skierowanie strumienia cieczy na sączek, zapobiega rozpryskiwaniu cieczy oraz spływaniu cieczy po zewnętrznej ścianie naczynia,
- c) w czasie przelewania bagietkę trzymamy tak, aby ciecz spływała na boczną ściankę sączka i aby koniec bagietki nie dotykał sączka, gdyż może go przedziurawić,
- d) najpierw przesączamy roztwór zlaný przez dekantację z nad osadu, przyspiesza to proces sączenia,
- e) resztę mokrego osadu ze zlewki przenosimy po bagietce na sączek, splukując go w strumieniu wody (lub roztworu) z tryskawki,
- f) resztki osadu, które silnie przylegają do ścianek naczynia usuwamy przez pocieranie bagietką,
- g) po odsączeniu roztworu przystępujemy do przemywania osadu.

Doświadczenie 6.4. Dobór sączka. Sączenie osadu wodorotlenku żelaza (III) [Fe(OH)₃]

Wykonanie doświadczenia:

- przygotować trzy zestawy do sączenia zawierające sączki „miękki”, „twardy” i karbowany (doświadczenie 6.1.),
- następnie przy użyciu cylindra miarowego odmierzyć 10 ml roztworu koloidalnego otrzymanego w doświadczeniu 5.2. i przelewając po bagietce przenieść zawartość cylindra na sączek miękki,
- zmierzyć czas sączenia (czas sączenia mierzymy od przeniesienia porcji roztworu z osadem Fe(OH)₃ na sączek do momentu, gdy na kroplę przesączu trzeba czekać powyżej 15 s),
- czynności powtórzyć dla sączka twardego i karbowanego,
- porównać czas i efektywność sączenia osadu przez sączki o różnej porowatości,
- wskazać typ sączka odpowiedni do sączenia bezpostaciowego osadu Fe(OH)₃,
- opisać barwę i klarowność przesączu.

7. Suszenie substancji (osadów)

Suszenie substancji stałych można przeprowadzać w:

- ✓ podwyższonej temperaturze w suszarkach elektrycznych lub wagosuszarkach,
- ✓ temperaturze pokojowej w ekcykatorach:
 - pod ciśnieniem atmosferycznym,
 - pod zmniejszonym ciśnieniem, czy mamy

Doświadczenie 7.1. Suszenie substancji w suszarce

Wykonanie doświadczenia:

- do tygla porcelanowego wsypać odrobinę uwodnionego chlorku kobaltu (II) (CoCl₂·nH₂O)
- tygiel wstawić do suszarki, suszyć w temperaturze 120 °C przez 30 min.
- umieścić w ekcykatorze do ostygnięcia (około 15min)
- zapisać schemat zachodzących przemian.

Doświadczenie 7.2. Suszenie substancji z użyciem wagosuszarki

Wykonanie doświadczenia:

- na tacce umieszczonej w wagosuszarce należy odważyć około 500 mg uwodnionego chlorku kobaltu (II) (CoCl₂·nH₂O),
- ustawić temperaturę wagosuszarki na 120 °C i suszyć odważoną sól przez 30 min
- po upływie nastawionego czasu odczytać masę próbki,
- porównać masę substancji przed i po suszeniem suszeniu,
- obliczyć procentową stratę masy,
- zaobserwować zmianę barwy soli podczas suszenia,