

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 gaszenie 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 próbki powinien być skierowany zawsze od siebie w stronę przez nikogo nie zajętą,
- należy ogrzewać probówkę z boku w pobliżu lustra cieczy, a nie dno próbki,
- 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 objętością 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 μ g; dokładność: $\pm 0,1 - 0,01$ μ g).

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 szalce 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 wyłączać, 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 szklanej 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 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.

Doświadczenie 4.4. Odmierzanie cieczy przy użyciu dozowników butelkowych

Wykonanie doświadczenia:

- a) przed rozpoczęciem dozowania należy odkręcić gwintowaną nakrętkę umieszczoną na końcu kranika,
- b) następnie zakręcić dźwignię recykulacji odczynnika do butli (pokrętło nad kranikiem),
- c) na skali dozownika ustawić odpowiednią objętość dozowanej cieczy („pokrętło ze strzałką” ustawiamy pozycji np. 10 ml),
- d) podstawić pod kranik dozownika zlewkę o poj. 250 ml,
- e) odkręcić dźwignię recyrkulacji odczynnika,
- f) aby rozpocząć dozowanie należy delikatnie unieść tłok dozownika (do momentu wyczucia oporu), w tym czasie jednostka dozująca automatycznie się napełni ,
- g) delikatnie wcisnąć tłok dozownika (następuje wypłynięcie cieczy),
- h) po zadozowaniu roztworu zakręcić gwintowaną nakrętkę umieszczoną na końcu kranika.

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 rozpuszczanej:

- 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 (zol) – 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.

Otrzymywanie roztworów przesyconych

- a) do dwóch suchych probówek wsypać pół łyżeczki Na_2SO_4 .
- b) dodać po 1 ml wody destylowanej
- c) obie probówki ogrzewać w płomieniu palnika do momentu rozpuszczenia soli
- d) probówki pozostawić w statywie do ostygnięcia (w czasie studzenia roztwory nie powinny być mieszane, wstrząsane, itp.)
- e) po ostygnięciu probówek, do jednej dodać kryształek Na_2SO_4 , w drugiej probówce zapoczątkować krystalizację pocierając wewnętrzną ściankę probówki bagietką.
- f) wskazać jakie czynniki sprzyjają powstawaniu roztworów przesyconych

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 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 odstępnej, 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) [$\text{Fe}(\text{OH})_3$] 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 sącdek 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 (sącdek nie może wystawać ponad brzeg lejka!!!),
- e) zwilżamy sącdek wodą destylowaną z tryskawki i czekamy, aż woda spłynie (stały słupek cieczy świadczy o dobrze przygotowanym sączku).

Przygotowanie sączka karbowanego*

- a) sącdek zwykły składamy na pół, a następnie na cztery części,
- b) rozkładamy sącdek 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).

* sącza użyć w doświadczeniu 6.4.

Sączenie

- a) sączenie zaczynamy od dekantacji roztworu znad osadu czyli nie mącąc zawartości naczynia, po bagietce zlewamy roztwór znad osadu na sącdek, porcjami, tak, aby nad zawiesiną pozostała wolna przestrzeń do krawędzi sączka o szerokości około 0,5cm,
- b) użycie bagietki umożliwi skierowanie strumienia cieczy na sącdek, 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 zlany przez dekantację znad osadu, przyspiesza to proces sączenia,
- e) resztę mokrego osadu ze zlewki przenosimy po bagietce na sącdek, 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) $[\text{Fe}(\text{OH})_3]$

Wykonanie doświadczenia:

- a). przygotować trzy zestawy do sączenia zawierające sączki „miękki”, „twardy” i karbowany (doświadczenie 6.1.),
- b). następnie przy użyciu cylindra miarowego odmierzyć 10 ml roztworu koloidalnego otrzymanego w doświadczeniu 5.2. i przelewając po bagietce przenieść zawartość cylindra na sącdek miękki,
- c). zmierzyć czas sączenia (czas sączenia mierzymy od przeniesienia porcji roztworu z osadem $\text{Fe}(\text{OH})_3$ na sącdek do momentu, gdy na kroplę przesączu trzeba czekać powyżej 15 s),
- d). czynności powtórzyć dla sączka twardego i karbowanego,
- e). porównać czas i efektywność sączenia osadu przez sączki o różnej porowatości,
- f). wskazać typ sączka odpowiedni do sączenia bezpostaciowego osadu $\text{Fe}(\text{OH})_3$,
- g). 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 ekzykatorach:
 - pod ciśnieniem atmosferycznym,
 - pod zmniejszonym ciśnieniem,

Doświadczenie 7.1. Suszenie substancji w suszarce

Wykonanie doświadczenia:

- a) do tygla porcelanowego wsypać odrobinę uwodnionego chlorku kobaltu (II) ($\text{CoCl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$)
- b) tygiel wstawić do suszarki, suszyć w temperaturze 120°C przez 30 min.
- c) umieścić w eksykatorze do ostygnięcia (około 15min)
- d) zapisać schemat zachodzących przemian.

Doświadczenie 7.2. Suszenie substancji z użyciem wagosuszarki

Wykonanie doświadczenia:

- a) na tacce umieszczonej w wagosuszarce należy odważyć około 500 mg uwodnionego chlorku kobaltu (II) ($\text{CoCl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$),
- b) ustawić temperaturę wagosuszarki na 120°C i suszyć odważoną sól przez 30 min
- c) po upływie nastawionego czasu odczytać masę próbki,
- d) porównać masę substancji przed i po suszeniem suszeniu,
- e) obliczyć procentową stratę masy,
- f) zaobserwować zmianę barwy soli podczas suszenia,