



PODSTAWOWE CZYNNOŚCI LABORATORYJNE



Materiały dodatkowe do laboratorium z Chemii Nieorganicznej

Do często wykonywanych czynności w laboratorium chemicznym należą: wytrącanie i roztwarzanie osadów, oddzielanie osadów od roztworu i ich przemywanie a także sporządzanie roztworów wodnych różnych substancji o określonym stężeniu.

Wytrącanie osadu polega na wydzieleniu trudno rozpuszczalnego związku, np. typu AB, podczas dodawania do jednego roztworu, zawierającego jon A, drugiego roztworu, zawierającego jon B (odczynnik strącający).

Aby wytrącenie osadu było możliwe, iloczyn stężenia reagujących jonów musi być większy, niż to wynika z iloczynu rozpuszczalności powstającego związku.

Otrzymany osad powinien być trudno rozpuszczalny, czysty i o odpowiedniej postaci, która ułatwiałaby jego oddzielenie od roztworu.

W zależności od właściwości osadów można podzielić je wg następującego schematu:

Osady

- krystaliczne:
 - drobnokrystaliczne, np. BaSO_4 krystaliczne
 - grubokrystaliczne, np. MgNH_4PO_4
- koloidowe:
 - serowate, np. AgCl
 - galaretowate, np. $\text{Fe}(\text{OH})_3$

Osad krystaliczny - jest to osad złożony z cząstek o uporządkowanej budowie sieciowej, tworzący podczas rozpuszczania na ogół roztwory rzeczywiste.

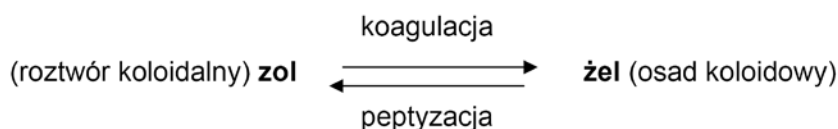
Osad koloidalny - złożony jest z cząstek o nie uporządkowanej budowie sieciowej, tworzący podczas rozpuszczania na ogół roztwory koloidalne (galaretowate).

Roztwór rzeczywisty jest to roztwór, w którym substancja rozpuszczona występuje w postaci pojedynczych atomów, jonów lub cząsteczek mniejszych od 1 nm.

Roztwór koloidalny lub, krótko, **zol** zawiera cząstki o rozmiarach pomiędzy 1 a 200 nm. W roztworze koloidalnym substancja rozpuszczona znajduje się w stanie rozproszenia koloidalnego.

Jeżeli cząstki substancji rozproszonej w roztworze są większe od 200 nm, to układ taki nazywamy **zawiesiną**.

Podstawowymi procesami związanymi z osadami koloidowymi, mającymi praktyczne znaczenie w chemii analitycznej, są: koagulacja i peptyzacja. Zależność między tymi procesami można przedstawić schematycznie:



Zole ze względu na wielkość cząstek składników przechodzą przez pory filtrów, co jest ich ujemną cechą z punktu widzenia analizy chemicznej. Z roztworów koloidalnych można wydzielić większe agregaty (skupiska) cząstek zwane **żelami**.

Żele stanowią wówczas zawiesinę o cząsteczkach większych, które łatwiej pod wpływem sił grawitacyjnych osadzają się (sedymentują) na dnie naczynia. Proces powstawania żelu nosi nazwę koagulacji.

Aby uzyskać w tym wypadku osad o najlepszej postaci, nadający się do szybkiego oddzielenia od roztworu i odmycia od zanieczyszczeń, należy przestrzegać następujących zasad przy wytrącaniu :

- odczynnik strącający należy dodawać powoli przy jednoczesnym mieszaniu;
- wytrącanie osadu powinno odbywać się w podwyższonej temperaturze;
- badany roztwór i dodawany odczynnik nie powinny być roztworami stężonymi;

Operację wytrącania osadu można zakończyć dopiero wtedy gdy sprawdzimy **całkowitość wytrącenia**. W tym celu czeka się na opadnięcie osadu, dodaje kilka kropel, po ścianie naczynia, odczynnika strącającego i obserwuje czy nie wytrąca się osad. Jeśli osad nie został całkowicie wytrącony, należy wytrącanie kontynuować.

W pracy laboratoryjnej uzyskany osad bardzo często należy oddzielić od roztworu.

W zależności od tego jaki rodzaj osadu został wytrącony i do jakich celów chcemy go wykorzystać, stosujemy odpowiednią **metodę oddzielania**.

Jeżeli osad jest trudno rozpuszczalny, oddzielamy go od roztworu przez dekantację, sączenie albo wirowanie.

Dekantacja – polega na zlewaniu cieczy z nad osadu, stosuje się jedynie w wypadku osadów gruboziarnistych, ciężkich, łatwo opadających na dno naczynia.

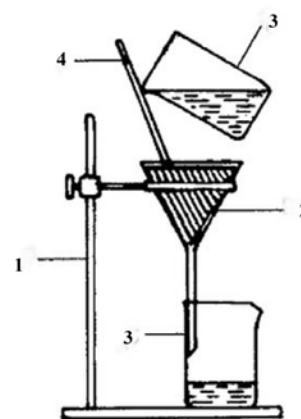
Sączenie – polega na przepuszczeniu (przefiltrowaniu) mieszaniny przez ciało porowate (bibuła filtracyjna, spiek) o wielkości por odpowiednio dobranych do charakteru osadu.

Oddzielanie osadu przez sączenie przeprowadzamy wtedy gdy osad lub roztwór wykorzystywany jest następnie w celach analitycznych.

W laboratorium chemicznym stosuje się trzy rodzaje sączków w zależności od wielkości uzyskanych ziaren osadu. W szczególnych przypadkach stosuje się specjalne sączki o różnym stopniu porowatości:

- o do sączenia osadów drobnokrystalicznych, jak np. BaSO_4 , CaC_2O_4 , stosuje się sączki o najmniejszych porach. Sączki te nazywa się „twardymi” i oznacza niebieskim kolorem i numerem 390.
- o do grubokrystalicznych osadów stosuje się sączki „średnie” oznaczone kolorem żółtym i numerem 389.
- o osady galaretowate, serowate sączy się na sączkach „miękkich” o największych porach. Sączki te oznacza się kolorem czerwonym lub szarym z numerem 388.

Typowy zestaw do sączenia (Rys. 1) składa się z lejka szklanego umieszczonego w kółku metalowym i zlewki podstawionej pod wyciek z lejka w ten sposób, aby nóżka lejka dotykała ścianki zlewki. W lejku umieszcza się sączek o odpowiedniej wielkości (aby nie wystawał poza górną krawędź lejka, a raczej poniżej ok. 0,5 cm) i twardości, złożony na czworo i przemyty wodą destylowaną. Do sączenia stosujemy dwa rodzaje lejków: zwykły - z krótką nóżką i analityczny – z długą nóżką. Lejki z długą nóżką umożliwiają szybsze sączenie. Aby wytrącony osad mógł być wykorzystany w celach analitycznych, musi być przemyty w celu usunięcia wszelkich zanieczyszczających go jonów.



Rys. 1. Zestaw do sączenia:
1 – statyw,
2 – lejek z sączkiem,
3 – zlewka,
4 – bagietka

Przemywanie osadów można przeprowadzać kilkoma metodami.

- Jedną z nich jest **przemywanie przez dekantację**. W tym przypadku po zlaniu cieczy z nad osadu, wlewa się 10-30 cm³ roztworu przemywającego, miesza, pozwala osadowi opaść na dno naczynia, a klarowną (przezroczystą) ciecz ponownie zlewa z nad osadu (naturalnie przez sączek). Czynności te zwykle powtarza się od 2 do 5 razy (zależy od wymagań stawianych wobec osadu), po czym osad przenosi się na sączek przy pomocy bagietki i tryskawki (z wodą destylowaną).
- Nieco inaczej przeprowadza się **przemywanie osadu na sączku**. Osad przemywa się małymi porcjami roztworu przemywającego, pozwalając każdorazowo cieczy na całkowite przesączenie się przez osad, przed dodaniem następnej porcji. Po kilkakrotnym przemyciu osadu przystępuje się do sprawdzenia, czy przemycie jest dostateczne. W tym celu pobiera się kilka kropli z ostatniej porcji przesącza i przeprowadza odpowiednią reakcję, charakterystyczną dla danego jonu, który stanowił zanieczyszczenie osadu.

Procesem przeciwnym do wytrącania osadów jest ich **roztwarzanie** w odpowiednio dobranych rozpuszczalnikach. W laboratorium chemicznym jako rozpuszczalniki stosuje się przede wszystkim wodę i roztwory wodne innych substancji np. roztwory kwasów lub zasad.

Często zamiast słowa „roztwarzanie” zwyczajowo używa się słowa „**rozpuszczanie**”, chociaż jest to określenie prawidłowo użyte tylko w przypadku czysto fizycznego procesu przeprowadzania substancji stałej do roztworu. Jeżeli substancja przechodzi z fazy stałej do roztworu w wyniku reakcji chemicznej danej substancji z rozpuszczalnikiem to jest to proces roztwarzania. Mówimy więc o rozpuszczaniu cukru czy soli kuchennej w wodzie, ale o roztwarzaniu wodorotlenku żelaza w kwasie solnym czy miedzi w kwasie azotowym.