



MINISTERSTWO EDUKACJI  
NARODOWEJ



**Zofia Jakubiak**  
**Małgorzata Urbanowicz**

## **Wykonywanie podstawowych czynności laboratoryjnych 311[31].O1.01**

**Poradnik dla ucznia**

**Wydawca**  
**Instytut Technologii Eksploatacji – Państwowy Instytut Badawczy**  
**Radom 2006**

Recenzenci:  
dr Władysław Goworek  
mgr Wanda Warska

Opracowanie redakcyjne:  
mgr inż. Małgorzata Urbanowicz

Konsultacje:  
dr inż. Bożena Zając

Korekta:

Poradnik stanowi obudowę dydaktyczną programu jednostki modułowej 311[31].O1.01 „Wykonywanie podstawowych czynności laboratoryjnych” zawartej w modułowym programie nauczania dla zawodu technik technologii chemicznej.

Wydawca  
Instytut Technologii Eksploatacji – Państwowy Instytut Badawczy, Radom 2006

---

„Projekt współfinansowany ze środków Europejskiego Funduszu Społecznego”

# SPIS TREŚCI

<b>1. Wprowadzenie</b>	4
<b>2. Wymagania wstępne</b>	6
<b>3. Cele kształcenia</b>	7
<b>4. Materiał nauczania</b>	8
<b>4.1. Wyposażenie i zasady pracy w laboratorium chemicznym</b>	8
4.1.1. Materiał nauczania	8
4.1.2. Pytania sprawdzające	10
4.1.3. Ćwiczenia	10
4.1.4. Sprawdzian postępów	11
<b>4.2. Podstawowy sprzęt laboratoryjny. Mycie i suszenie naczyń laboratoryjnych</b>	12
4.2.1. Materiał nauczania	12
4.2.2. Pytania sprawdzające	15
4.2.3. Ćwiczenia	15
4.2.4. Sprawdzian postępów	16
<b>4.3. Substancje stosowane w laboratorium chemicznym</b>	17
4.3.1. Materiał nauczania	17
4.3.2. Pytania sprawdzające	18
4.3.3. Ćwiczenia	19
4.3.4. Sprawdzian postępów	20
<b>4.4. Technika ważenia na wagach technicznych i analitycznych</b>	21
4.4.1. Materiał nauczania	21
4.4.2. Pytania sprawdzające	23
4.4.3. Ćwiczenia	23
4.4.4. Sprawdzian postępów	24
<b>4.5. Technika odmierzenia objętości cieczy</b>	25
4.5.1. Materiał nauczania	25
4.5.2. Pytania sprawdzające	25
4.5.3. Ćwiczenia	26
4.5.4. Sprawdzian postępów	26
<b>4.6. Przygotowanie roztworów wodnych o określonych stężeniach</b>	27
4.6.1. Materiał nauczania	27
4.6.2. Pytania sprawdzające	27
4.6.3. Ćwiczenia	28
4.6.4. Sprawdzian postępów	28
<b>4.7. Laboratoryjne metody ogrzewania</b>	29
4.7.1. Materiał nauczania	29
4.7.2. Pytania sprawdzające	31
4.7.3. Ćwiczenia	31
4.7.4. Sprawdzian postępów	32
<b>4.8. Laboratoryjne metody suszenia i prażenia</b>	33
4.8.1. Materiał nauczania	33
4.8.2. Pytania sprawdzające	34
4.8.3. Ćwiczenia	35
4.8.4. Sprawdzian postępów	36
<b>4.9. Laboratoryjne metody chłodzenia</b>	37
4.9.1. Materiał nauczania	37

4.9.2. Pytania sprawdzające	38
4.9.3. Ćwiczenia	38
4.9.4. Sprawdzian postępów	39
<b>4.10. Rozdzielanie mieszanin niejednorodnych: dekantacja, sączenie, wirowanie</b>	<b>40</b>
4.10.1. Materiał nauczania	40
4.10.2. Pytania sprawdzające	43
4.10.3. Ćwiczenia	43
4.10.4. Sprawdzian postępów	44
<b>4.11. Rozdzielanie mieszanin jednorodnych – krystalizacja</b>	<b>45</b>
4.11.1. Materiał nauczania	45
4.11.2. Pytania sprawdzające	47
4.11.3. Ćwiczenia	47
4.11.4. Sprawdzian postępów	48
<b>4.12. Rozdzielanie mieszanin jednorodnych – sublimacja</b>	<b>49</b>
4.12.1. Materiał nauczania	49
4.12.2. Pytania sprawdzające	50
4.12.3. Ćwiczenia	50
4.12.4. Sprawdzian postępów	51
<b>4.13. Rozdzielanie mieszanin jednorodnych – ekstrakcja</b>	<b>52</b>
4.13.1. Materiał nauczania	52
4.13.2. Pytania sprawdzające	54
4.13.3. Ćwiczenia	54
4.13.4. Sprawdzian postępów	55
<b>4.14. Rozdzielanie mieszanin jednorodnych – destylacja</b>	<b>56</b>
4.14.1. Materiał nauczania	56
4.14.2. Pytania sprawdzające	58
4.14.3. Ćwiczenia	58
4.14.4. Sprawdzian postępów	59
<b>5. Sprawdzian osiągnięć</b>	<b>60</b>
<b>6. Literatura</b>	<b>65</b>

# 1. WPROWADZENIE

Poradnik będzie Ci pomocny w zdobyciu podstawowych umiejętności laboratoryjnych w zakresie: odmierzania, odważania substancji chemicznych, sporządzania roztworów wodnych, ogrzewania, chłodzenia, rozdzielania mieszanin jednorodnych i niejednorodnych.

W poradniku zamieszczono:

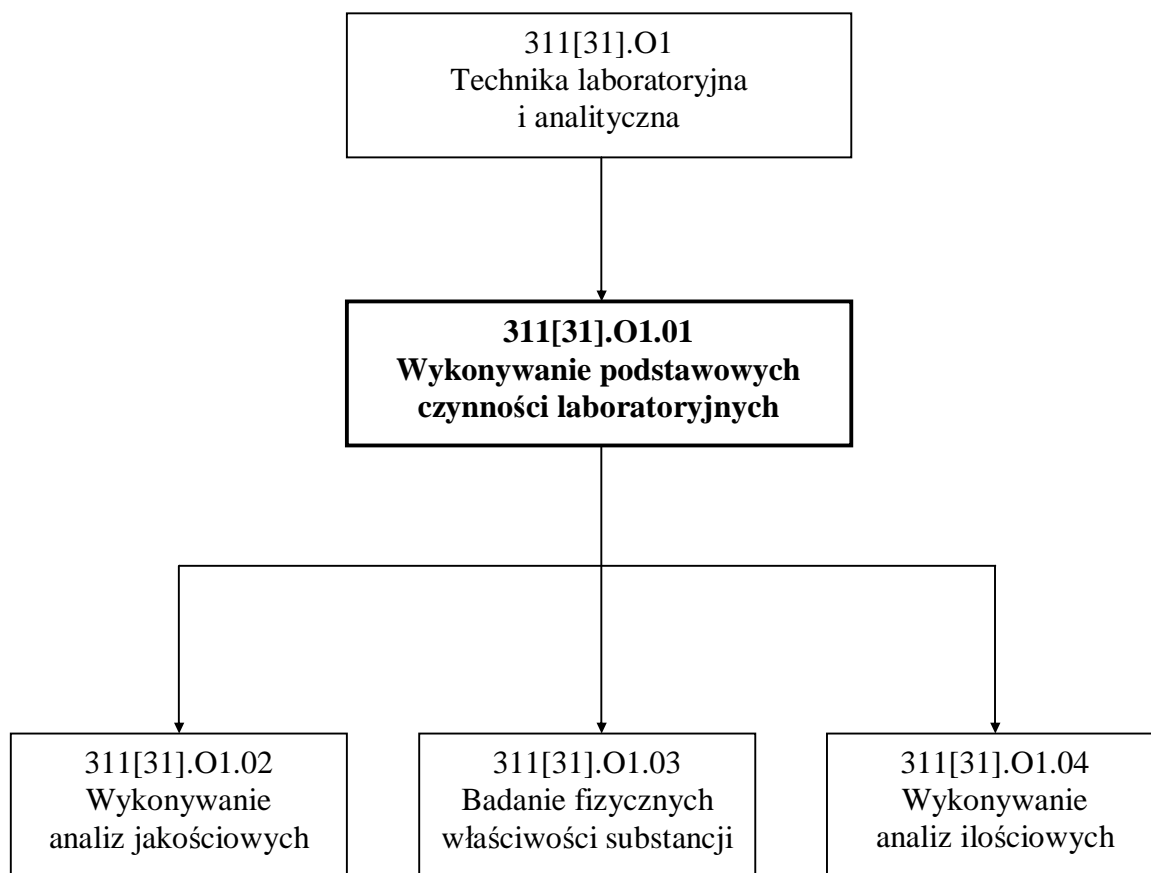
1. Wymagania wstępne, czyli wykaz niezbędnych umiejętności, które powinieneś mieć opanowane, aby przystąpić do realizacji tej jednostki modułowej.
2. Cele kształcenia.
3. Materiał nauczania (rozdział 4), który pomoże Ci samodzielnie przygotować się do wykonania ćwiczeń i zaliczenia sprawdzianów. W rozdziale 4 znajdziesz też:
  - pytania sprawdzające,
  - tematy ćwiczeń,
  - wskazówki do wykonania ćwiczeń,
  - wykaz materiałów i sprzętu potrzebnych do ćwiczeń,
  - sprawdzian postępów.
4. Sprawdzian osiągnięć.
5. Literaturę.

Podczas przygotowywania się do wykonania zadań laboratoryjnych korzystaj nie tylko z materiału nauczania w Poradniku, ale też ze wskazanej literatury.

Jeżeli masz trudności ze zrozumieniem tematu lub ćwiczenia, to zwróć się z prośbą o pomoc do nauczyciela. Po wykonaniu zadań przewidzianych w tej jednostce modułowej, rozwiąż test umieszczony w rozdziale 5 i oceń swoje umiejętności.

## **Bezpieczeństwo i higiena pracy**

W czasie pobytu w pracowni musisz przestrzegać regulaminów, przepisów bezpieczeństwa i higieny pracy oraz instrukcji przeciwpożarowych, wynikających z rodzaju wykonywanych prac. Przepisy te poznasz podczas trwania nauki.



Schemat układu jednostek modułowych

## 2. WYMAGANIA WSTĘPNE

Przystępując do realizacji programu jednostki modułowej „Wykonywanie podstawowych czynności laboratoryjnych” powinieneś umieć:

- korzystać z różnych źródeł informacji,
- wykonywać podstawowe działania arytmetyczne,
- czytać tekst ze zrozumieniem,
- odczytać wzory prostych substancji chemicznych.

### 3. CELE KSZTAŁCENIA

- W wyniku realizacji programu jednostki modułowej powinieneś, umieć:
- zorganizować stanowisko pracy laboratoryjnej,
  - zinterpretować pojęcia dotyczące bezpieczeństwa i higieny pracy w laboratorium chemicznym,
  - przewidzieć zagrożenia związane z wykonywaniem pracy laboratoryjnej,
  - posłużyć się kartami charakterystyk substancji niebezpiecznych stosowanymi w pracy laboratoryjnej,
  - rozpoznać znaki i symbole ostrzegawcze stosowane do oznakowania substancji niebezpiecznych,
  - posłużyć się środkami ochrony indywidualnej i zbiorowej,
  - zastosować procedury udzielania pomocy przedlekarskiej osobom poszkodowanym,
  - zareagować w przypadku zagrożenia pożarowego, zgodnie z instrukcją przeciwpożarową, zastosować zasady bezpiecznej pracy podczas styczności z urządzeniami elektrycznymi i mechanicznymi,
  - wykorzystać w sposób racjonalny sprzęt i aparaturę laboratoryjną,
  - wykorzystać w sposób racjonalny substancje i czynniki energetyczne,
  - przechować substancje chemiczne,
  - dokonać konserwacji sprzętu laboratoryjnego,
  - wykonać czynności laboratoryjne zgodnie z wymaganiami zawartymi w instrukcjach,
  - odmierzyć substancje ciekłe,
  - zważyć substancje stałe i ciekłe,
  - sporządzić roztwory wodne o określonym stężeniu,
  - oczyścić substancje nieorganiczne i organiczne,
  - przeprowadzić regenerację rozpuszczalników,
  - sporządzić dokumentację laboratoryjną,
  - zinterpretować wyniki pomiarów laboratoryjnych.



## 4. MATERIAŁ NAUCZANIA

### 4.1. Wyposażenie i zasady pracy w laboratorium chemicznym

#### 4.1.1. Materiał nauczania

Laboratorium chemiczne wyposażone jest w:

- stoły laboratoryjne,
- szafy wyciągowe,
- stołki laboratoryjne,
- instalacje: wodno-ściekową, gazową, próżniową, elektryczną, wyciągową,
- sprzęt przeciwpożarowy,
- apteczkę z odpowiednim wyposażeniem,
- pojemniki na substancje odpadowe.

Podstawowym miejscem pracy ucznia jest stół laboratoryjny z półką na sprzęt ogólny i stosowane odczynniki chemiczne, z szufladami i szafkami do przechowywania przydzielonego szkła laboratoryjnego oraz sprzętu metalowego. Do stanowiska pracy przy stole laboratoryjnym powinny być doprowadzone instalacje:

- wodno-ściekowa,
- gazowa,
- próżniowa,
- elektryczna.

Przewody poszczególnych instalacji, zgodnie z normą PN/M – 01085, są pomalowane na różne kolory:

- woda – zielony,
- gaz – żółty,
- próżnia – szary.

#### **Zasady obsługi instalacji laboratoryjnej:**

1. Instalacja elektryczna służy do: oświetlenia, zasilania niektórych urządzeń i ogrzewania. Gniazda zasilające muszą być wyposażone w bolec ochronny, a przewody zasilające nieuszkodzone. Napięcie sieciowe musi odpowiadać napięciu podanemu na tabliczce znamionowej urządzenia. Przed włączeniem przyrządu lub urządzenia do sieci elektrycznej, należy sprawdzić ich stan techniczny. Nie wolno dotykać ani obsługiwać urządzeń mokrymi rękami oraz ciągnąć przewodu w celu wyjęcia wtyczki z kontaktu. Nieprzestrzeganie zasad obsługi instalacji elektrycznej grozi porażeniem prądem elektrycznym i pożarem.

Instalacja gazowa jest źródłem energii cieplnej, służy do zasilania palników gazowych. Każdy stół laboratoryjny powinien mieć dodatkowy zawór, umożliwiający odcięcie dopływu gazu. Po zakończeniu pracy zawór ten powinien być zamykany. Na stole laboratoryjnym znajdują się kurki z nałożonymi węzami gumowymi, na końcu których umocowane są palniki. Zapalanie palnika gazowego wymaga pewnej wprawy i ostrożności. Przed, zapaleniem należy sprawdzić stan węża oraz jego połączenia z kurkiem gazowym i palnikiem. Zapalając palnik, należy najpierw palącą się zapalkę zbliżyć do wylotu kominka, a następnie powoli odkręcić kurek gazowy. Nie wolno postępować w kolejności odwrotnej. Przy dużym dopływie powietrza może nastąpić tzw.

- przeskok płomienia (gaz zapala się wewnątrz palnika, przy wejściu do kominka). W takim przypadku należy natychmiast zgasić palnik, poczekać aż ostygnie, zamknąć
2. dopływ powietrza i ponownie zapalić palnik. Nie wolno pozostawiać palących się palników bez nadzoru. Nieumiejętne korzystanie z palnika może spowodować oparzenia cieplne i pożar.
  3. Instalacja wodno–kanalizacyjna służy do doprowadzenia wody bieżącej do stołu laboratoryjnego i odprowadzania ścieków. Do zlewu nie wolno wrzucać szkła, substancji stałych powodujących zapchanie oraz wylewać stężonych kwasów, zasad, rozpuszczalników organicznych. Substancje zaliczane do trucizn należy zneutralizować.

Laboratorium powinno być wyposażone w sprzęt przeciwpożarowy:

- gaśnicę pianową do gaszenia pożarów ciał stałych, cieczy palnych za pomocą piany, która wytwarza się w chwili uruchomienia gaśnicy, w reakcji wodorowęglanu sodu z kwasami;
- gaśnicę śniegową służącą do gaszenia pożarów cieczy palnych, gazów, metali. Dwutlenek węgla w czasie wydobywania się z gaśnicy rozpręża się i zamienia w tzw. suchy lód;
- gaśnicę proszkową przeznaczoną do gaszenia pożarów cieczy palnych, gazów, metali za pomocą związków chemicznych w postaci proszków np. wodorowęglan sodu, potasu. Gaśnice śniegowe i proszkowe można stosować również do pożarów występujących w zasięgu urządzeń elektrycznych pod napięciem;
- koc gaśniczy z tkaniny szklanej. Narzuca się go na małe źródło ognia tłumiąc płomień.

**Instrukcja obsługi znajduje się na każdej gaśnicy.**

Do powszechnie stosowanych środków gaśniczych zalicza się: wodę, piasek, dwutlenek węgla i proszki mające różne właściwości m.in. tłumiące, chłodzące, izolujące. Wodą nie wolno gasić urządzeń elektrycznych znajdujących się pod napięciem, pomieszczeń, w których znajduje się karbid, wapno palone, sól (reagują z wodą) oraz cieczy palnych lżejszych od wody, np. benzyny.

**Podczas wykonywania ćwiczeń należy przestrzegać następujących zasad bezpiecznej pracy:**

1. Wszystkie substancje znajdujące się w laboratorium traktować jako zagrażające zdrowiu.
2. Wszystkie kwasy i zasady traktować jako żrące lub parzące.
3. Żadnych substancji znajdujących się w laboratorium nie wolno badać „na smak”.
4. Powonieniem można badać tylko substancje wskazane przez nauczyciela. Nie wolno nachylać się bezpośrednio nad naczyniem i wdychać par substancji. Pary badanej substancji należy kierować dłonią w stronę twarzy.
5. Nie wolno nachylać się nad ogrzewaną cieczą, gdyż może ona gwałtownie zawrzeć i spowodować oparzenie rozpryskiwanymi kropelkami.
6. Ogrzewając ciecz lub substancję stałą w probówce, wylot jej kierować należy zawsze w stronę, gdzie nikt nie przebywa.
7. Podczas rozcieńczania stężonych kwasów i zasad zawsze wlewać kwas i zasadę do wody, nigdy odwrotnie.
8. Podczas pracy z substancjami żrącymi lub parzącymi nałożyć okulary ochronne i rękawice.
9. Ćwiczenia z substancjami dymiącymi, o nieprzyjemnym zapachu wykonywać pod włączonym wyciągiem natomiast z substancjami łatwo palnymi pracować z dala od źródeł ognia.

10. Nie pozostawiać żadnych substancji w naczyniu bez etykiet i opisu.
11. Podczas wykonywania ćwiczeń laboratoryjnych nie używać sprzętu uszkodzonego oraz pękniętych i brudnych naczyń.
12. Podczas zajęć w laboratorium przebywać zawsze w białym, bawełnianym, czystym, fartuchu.
13. Bez uzgodnienia z prowadzącym zajęcia nie wykonywać żadnych doświadczeń.
14. Nadmiar pobranego odczynnika nie wlewać nigdy z powrotem do butelki.
15. Przy wszystkich pracach wykonywanych w laboratorium zachować ostrożność, pamiętając o tym, że niedokładność, nieuwaga, niedostateczne zaznajomienie się z właściwościami substancji i przyrządami może spowodować nieszczęśliwy wypadek.
16. O wszelkich wypadkach i zagrożeniach poinformować natychmiast prowadzącego zajęcia.

#### **Udzielanie pierwszej pomocy osobie porażonej prądem:**

- przerwać dopływ prądu do poszkodowanego,
- zapewnić dopływ świeżego powietrza,
- w razie oparzenia założyć jałowy opatrunek,
- zapewnić pomoc lekarską.

Porażenie prądem elektrycznym może spowodować miejscowe zaczerwienie, a nawet zwęglenie skóry w miejscu zetknięcia z przewodem elektrycznym.

#### **Prowadzenie dokumentacji laboratoryjnej.**

Wykonywane ćwiczenia należy opisywać w dzienniczku laboratoryjnym, podając:

- temat ćwiczenia i datę wykonania,
- wykaz używanego szkła, sprzętu i odczynników,
- przepisy bhp,
- schemat aparatury,
- czynności laboratoryjne,
- obliczenia,
- spostrzeżenia i wnioski.

#### **4.1.2. Pytania sprawdzające**

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczeń.

1. Jaki znasz podręczny sprzęt przeciwpożarowy?
2. Jakie znasz środki gaśnicze?
3. Dlaczego benzyny nie wolno gasić wodą?
4. Jakie jest zastosowanie koca gaśniczego?
5. Jak postąpisz, udzielając pomocy osobie porażonej prądem elektrycznym?

#### **4.1.3. Ćwiczenia**

##### **Ćwiczenie 1**

Płonie rozlana ciecz w pobliżu palącego się palnika. Zaproponuj sposób ugaszenia ognia.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) zaplanować właściwą kolejność czynności,
- 2) dobrać odpowiedni sprzęt przeciwpożarowy,
- 3) zapoznać się z obsługą podstawowego sprzętu przeciwpożarowego.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- sprzęt gaśniczy,
- instrukcje obsługi sprzętu gaśniczego.

## Ćwiczenie 2

Osoba została porażona prądem elektrycznym. Zaproponuj sposób udzielenia pierwszej pomocy.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) zapoznać się z instrukcją udzielania pierwszej pomocy osobie rażonej prądem elektrycznym,
- 2) zaplanować sposób udzielenia pierwszej pomocy,
- 3) zastosować się do poleceń zawartych w instrukcji.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- instrukcje udzielania pierwszej pomocy osobie porażonej prądem elektrycznym.

### 4.1.4. Sprawdzian postępów

<b>Czy potrafisz:</b>	<b>Tak</b>	<b>Nie</b>
1) dobrać środki ochrony osobistej podczas przesypywania substancji żrących i przelewania cieczy parzących?	..	..
2) wyjaśnić, dlaczego płonącego urządzenia elektrycznego, znajdującego się pod napięciem, nie wolno gasić wodą?	..	..
3) pracować z substancjami dymiącymi?	..	..
4) udzielić pierwszej pomocy osobie porażonej prądem elektrycznym?	..	..

## 4.2. Podstawowy sprzęt laboratoryjny. Mycie i suszenie naczyń laboratoryjnych

### 4.2.1. Materiał nauczania

Do wykonywania czynności laboratoryjnych używa się sprzętu:

- szklanego,
- metalowego,
- drewnianego,
- porcelanowego,
- gumowego i tworzyw sztucznych.

Do naczyń i sprzętu szklanego zalicza się: probówki, zlewki, szkiełka zegarkowe, kolby, lejki, krystalizatory, cylindry miarowe i butelki, pipety i biurety.

Probówki służą do ogrzewania niewielkich ilości roztworów oraz do prowadzenia reakcji chemicznych.

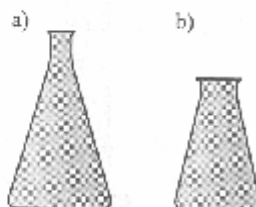
Zlewki są stosowane do rozpuszczania substancji stałych w cieczach, mieszania z ewentualnym podgrzewaniem.

Szkiełka zegarkowe służą do odważania substancji stałych, do przykrywania zlewek, próbnego odparowywania cieczy i suszenia.

Kolby są to szklane naczynia o różnej pojemności i kształtach. Kolby stożkowe są stosowane do podobnych celów co zlewki, szczególnie wtedy, gdy chodzi o zmniejszenie parowania cieczy. Kolby kuliste są używane do prac w wyższych temperaturach lub pod zmniejszonym ciśnieniem. Kolby miarowe służą do dokładnego odmierzania cieczy oraz przygotowywania roztworów substancji o dokładnym, określonym stężeniu.



Rys. 1. Szkiełko zegarkowe [1]



Rys. 2. Kolby stożkowe: a) z wąską szyjką, b) z szeroką szyjką [1]



Rys. 3. Kolby miarowe [1]

Krystalizatory są to płaskodenne naczynia. Służą do krystalizowania substancji przez powolne odparowywanie rozpuszczalnika (nie należy w nich ogrzewać substancji).

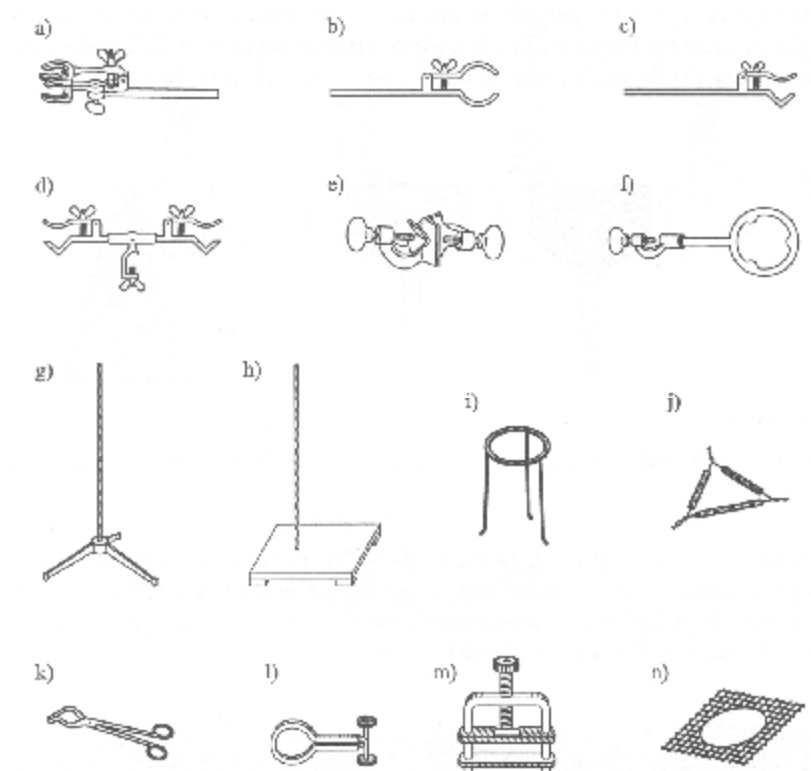
Cylindry są stosowane do odmierzania cieczy z niezbyt dużą dokładnością.

Butelki są stosowane do przechowywania odczynników chemicznych w postaci roztworów.

Lejek zwykły jest stosowany do nalewania i przenoszenia cieczy do naczyń o wąskich szyjkach, sączenia zawiesin.

### Sprzęt metalowy

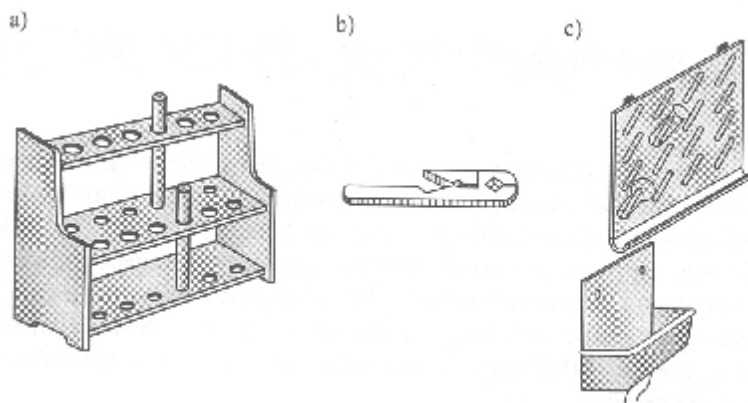
Do sprzętu metalowego zalicza się: łapy, łączniki, trójnogi, siatki, trójkąty, szczypce, ściskacze i statywy.



**Rys. 4.** Podstawowy sprzęt laboratoryjny metalowy: łapy a, b, c (służą do podtrzymywania sprzętu laboratoryjnego), łączniki d i e (łączą łapy ze statywami), pierścień z łącznikiem f (stanowi podstawę pod kolby destylacyjne, uchwyty rozdzielaczy i lejki podczas sączenia), statywy g i h (służą do montowania zestawów aparatury), trójnóg z siatką i, n (stanowi podstawkę do przytrzymywania naczyń podczas ogrzewania), trójkąt (służy jako podstawka do tygli porcelanowych), szczypce k (służą do wkładania i wyjmowania tygli z pieców), ściskacze l i m (wykorzystuje się do zamykania węży gumowych przez ich zaciśnięcie) [1]

### Sprzęt drewniany

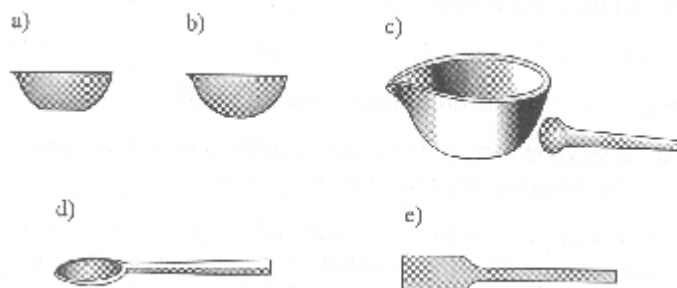
Do najczęściej stosowanego sprzętu drewnianego zalicza się: statyw do próbek, deskę do suszenia naczyń, łapkę do próbek.



**Rys. 5.** Podstawowy sprzęt drewniany: statyw a (służy do podtrzymywania probówek), łapka do probówek b (służy do trzymania, ogrzewanej w płomieniu palnika probówki), deska do suszenia c (jest przeznaczona do ociekania wody z naczyń i ich suszenia) [1]

### Sprzęt porcelanowy

Najczęściej stosowany sprzęt porcelanowy: parownice, moździerz, łyżeczki i łopatki.



**Rys. 12.** Sprzęt porcelanowy: parownice a i b (służą do odparowywania cieczy z roztworów), moździerz c (służy do proszkowania niezbyt twardych substancji), łyżeczka i łopatka d i e (służą do pobierania substancji stałych i mazistych) [1]

Dodatkowym sprzętem są węże gumowe ciśnieniowe. Służą one do doprowadzania i odprowadzania wody oraz podłączenia palników do instalacji gazowej.

### Mycie szkła laboratoryjnego.

Zasady mycia szkła laboratoryjnego:

- mycie naczyń należy wykonywać bezpośrednio po ich użyciu, ponieważ wtedy wiadomo jakimi substancjami zostały zanieczyszczone, a zanieczyszczenia nie uległy zaschnięciu,
- do mycia naczyń nie wolno stosować piasku i ściernych środków myjących,
- naczyń miarowych nie można myć wodą o temperaturze wyższej niż 40°C,
- do usuwania osadów ze ścianek naczyń należy zastosować szczotki do mycia,
- środek myjący należy dobierać do rodzaju zanieczyszczenia, w podanej kolejności:
  - a. woda z dodatkiem płynów do mycia (mycie wstępne, usuwanie osadów i nalotów szczotką do mycia),
  - b. kwas solny techniczny (zanieczyszczenia wodorotlenkami, tlenkami i węglanami),
  - c. kwas siarkowy(VI) techniczny (zanieczyszczenia pochodzenia organicznego, nieorganicznego),

- d. stężone roztwory wodorotlenku sodu lub wodorotlenku potasu (usuwanie tłuszczu i substancji smolistych),
  - e. 5% roztwór manganianu(VII) potasu z dodatkiem kwasu siarkowego(VI) (usuwanie substancji tłuszczowych),
  - f. rozpuszczalniki organiczne, np. aceton, alkohol etylowy, benzen (zanieczyszczenia organiczne rozpuszczające się w tych rozpuszczalnikach),
  - g. mieszanina chromowa tzw. chromianka (zatłuszczone naczynia),
  - h. alkoholowy roztwór wodorotlenku sodu (mycie końcowe zatłuszczonych naczyń),
- stosując do mycia stężone kwasy, stężone zasady, chromiankę (substancja żrąca),
  - alkoholowy roztwór wodorotlenku sodu, trzeba zakładać rękawice i okulary ochronne,
  - stosując do mycia rozpuszczalniki organiczne, należy pracować z dala od ognia,
  - zanieczyszczony rozpuszczalnik trzeba wylewać do specjalnych pojemników.

Aby umyć naczynia, należy:

- usunąć na mokro osady i naloty szczotką do mycia,
- myć gorącą wodą z dodatkiem płynu do mycia (z wyjątkiem naczyń miarowych),
- płukać obficie wodą wodociągową,
- jeżeli zanieczyszczenia nie zostały usunięte, to stosować kolejny środek myjący,
- płukać wodą wodociągową, a następnie wodą destylowaną.

Naczynie szklane po umyciu uważamy za czyste, jeżeli po opłukaniu wodą destylowaną ścieka po ściankach naczynia, nie pozostawiając kropeł.

Do suszenia naczyń stosuje się:

- deski do suszenia,
- suszarki elektryczne o temperaturze suszenia w zakresie 90–115°C (oprócz naczyń miarowych).

#### 4.2.2. Pytania sprawdzające

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczeń.

1. Jakie naczynie należy zastosować do ogrzewania niewielkiej ilości cieczy?
2. Jakie środki myjące można zastosować do mycia zatłuszczonych naczyń?
3. Dlaczego naczyń miarowych nie można myć gorącą wodą?
4. Jakie środki ochrony osobistej należy zastosować podczas mycia sprzętu szklanego chromianką?

#### 4.2.3. Ćwiczenia

##### Ćwiczenie 1

Umyj i wysusz: kolbę stożkową, szkiełko zegarkowe, zlewkę, cylinder miarowy. Stosuj odpowiednią kolejność doboru środków myjących i zasady bezpiecznej pracy.

Sposób wykonania ćwiczenia.

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) zapoznać się z instrukcją mycia sprzętu szklanego
- 2) zorganizować stanowisko pracy do wykonania ćwiczenia,
- 3) zastosować się do poleceń zawartych w instrukcji mycia szkła, suszenia,
- 4) dobrać odpowiedni sposób suszenia szkła,
- 5) wykonać ćwiczenie z uwzględnieniem przepisów bhp.



- Wyposażenie stanowiska pracy:
- sprzęt szklany,
  - środki myjące,
  - szczotki do mycia naczyń,
  - deska do suszenia naczyń,
  - suszarka.

## Ćwiczenie 2

Umyj kolbę miarową mieszaniną chromową.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) zapoznać się z instrukcją mycia sprzętu szklanego mieszaniną chromową,
- 2) dobrać środki ochrony osobistej,
- 3) zorganizować stanowisko pracy do wykonania ćwiczenia,
- 4) wykonać ćwiczenie z uwzględnieniem przepisów bhp.

- Wyposażenie stanowiska pracy:
- środki ochrony osobistej,
  - lejek zwykły,
  - mieszanina chromowa.

### 4.2.4. Sprawdzian postępów

<b>Czy potrafisz:</b>	<b>Tak</b>	<b>Nie</b>
1) nazywać podstawowy sprzęt stosowany w laboratorium chemicznym?	..	..
2) dobrać środek myjący do usuwanego zanieczyszczenia?	..	..
3) dobrać sposób suszenia do suszonego naczynia?	..	..

## 4.3. Substancje stosowane w laboratorium chemicznym

### 4.3.1. Materiał nauczania

#### Zagrożenia wynikające ze stosowania substancji niebezpiecznych

Większość substancji chemicznych ma szkodliwy wpływ na zdrowie człowieka i środowisko. Do substancji niebezpiecznych zaliczają się te, które zakwalifikowane są do jednej z poniższych kategorii: wybuchowe, o właściwościach utleniających, skrajnie łatwopalne, wysoce łatwo palne, łatwo palne, bardzo toksyczne, toksyczne, szkodliwe, żrące, drażniące, uczulające, rakotwórcze, mutagenne, działające szkodliwie na rozrodczość, niebezpieczne dla środowiska.

Każda substancja niebezpieczna posiada tak zwaną „Kartę charakterystyki substancji niebezpiecznej i preparatu niebezpiecznego”, która stanowi, między innymi, zbiór informacji o niebezpiecznych właściwościach substancji i podaje zalecenia dotyczące identyfikacji zagrożeń, zasad udzielania pierwszej pomocy, stosowania środków ochrony indywidualnej. Nie wolno stosować substancji niebezpiecznej bez zapoznania się z jej „Kartą charakterystyki”.

#### Zasady oznakowania opakowań zawierających odczynniki chemiczne

Każde opakowanie z substancją niebezpieczną, zgodnie z Rozporządzeniem Ministra Zdrowia z dnia 2 września 2003 roku (DzU nr 171, poz.1666 z późniejszymi zmianami), powinno być oznakowane w sposób widoczny, umożliwiający jej identyfikację. Oznakowanie musi zawierać:

- jednoznaczną nazwę substancji w języku polskim,
- nazwę i adres siedziby producenta,
- odpowiednie znaki ostrzegawcze i napisy określające ich znaczenie,
- zwroty R wskazujące rodzaj zagrożenia,
- zwroty S określające warunki bezpiecznego stosowania substancji niebezpiecznej (załącznik nr 2 i 3 do rozporządzenia),
- informacje o wymaganym postępowaniu z pustymi opakowaniami.

Oznakowanie substancji może być umieszczone na etykiecie lub bezpośrednio na opakowaniu. Załącznik nr 1 do rozporządzenia określa wzory znaków ostrzegawczych oraz napisy określające ich znaczenie i symbole. Znaki ostrzegawcze, symbole i ich znaczenie podawane są na pomarańczowym tle.

Przykładowe zwroty **R** wskazujące rodzaj zagrożenia:

R7 Może spowodować pożar.

R8 Kontakt z materiałami palnymi może spowodować pożar.

R14 Reaguje gwałtownie z wodą.

R23 Działa toksycznie przez drogi oddechowe.

R24 Działa toksycznie w kontakcie ze skórą.

R30 Podczas stosowania może stać się wysoce łatwopalny.

R48 Stwarza poważne zagrożenie dla zdrowia człowieka w następstwie długotrwałego narażenia.

Przykładowe zwroty **S** określające warunki bezpiecznego stosowania substancji niebezpiecznej lub preparatu niebezpiecznego:


S1 Przechowywać pod zamknięciem.

S2 Chronić przed dziećmi.

S3 Przechowywać w chłodnym miejscu.

- S4 Nie przechowywać w pomieszczeniach mieszkalnych.  
 S5 Przechowywać w ..... (cieczy wskazanej przez producenta).  
 S6 Przechowywać w atmosferze ..... (obojętnego gazu wskazanego przez producenta).  
 S 7 Przechowywać pojemnik szczelnie zamknięty.  
 S8 Przechowywać pojemnik w suchym pomieszczeniu.  
 S9 Przechowywać pojemnik w miejscu dobrze wentylowanym.  
 S15 Przechowywać z dala od źródeł ciepła.

#### Przykładowa etykieta:

<p>RID/ADR: 8/16</p>  <p>C: Substancja żrąca</p> <p>R – 35          Powoduje dotkliwe oparzenia          S – 26 – 30 – 45          W przypadku kontaktu z oczami przemyć natychmiast dużą ilością wody i skontaktować się z lekarzem. Nigdy nie dodawać wody do tego produktu. W razie wypadku lub wystąpienia objawów zatrucia, kontaktować się natychmiast z lekarzem (jeżeli możliwe pokazać etykieta).          F – 3          Higroskopijny</p>	<p>FIRMA CHEMPUR          41-940 PIEKARY ŚLĄSKIE, UL. JANA LORTZA 70 A</p> <p><b>KWAS SIARKOWY 95% cz.</b></p> <p>H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> - 98,08 g / mol          Sulfuric acid 95% pure</p> <p>Nr partii 2003 – 07-5    netto 1 l    1 l = 1,84 kg</p>
---	--

#### Zasady przechowywania substancji stosowanych w laboratorium chemicznym

Opakowanie substancji chemicznej musi zabezpieczać przed szkodliwym jej działaniem, pożarem lub wybuchem.

Według rozporządzenia, opakowania substancji niebezpiecznych powinny:

- posiadać taką konstrukcję, która uniemożliwia wydostanie się zawartości,
- być wykonane z materiałów odpornych na niszczące działanie ich zawartości (niereagujących z substancją zawartą),
- posiadać szczelne zamknięcie, a w przypadku opakowań do wielokrotnego otwierania gwarantować szczelność podczas każdego otwierania i zamykania.

#### 4.3.2. Pytania sprawdzające

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczeń.

1. Jakie informacje zawiera „Karta charakterystyki substancji niebezpiecznej i preparatu niebezpiecznego”?
2. Jakie substancje zaliczamy do niebezpiecznych?
3. Jakie informacje powinna zawierać etykieta na opakowaniu?
4. Jakie wymogi powinny spełniać opakowania?

### 4.3.3.Ćwiczenia

#### Ćwiczenie 1

Rozpoznaj znaki i symbole na etykiecie wodorotlenku sodu.

Sposób wykonania, ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie powinieneś:

- 1) narysować etykietę z opakowania,
- 2) zapisać znaki ostrzegawcze i podać ich znaczenie,
- 3) zapisać symbole ostrzegawcze i podać ich znaczenie,
- 4) podać sposób udzielania pierwszej pomocy w razie nieszczęśliwego wypadku podczas pracy z wodorotlenkiem sodu.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- linijka, ołówek,
- puste opakowanie z etykietą
- aktualne Rozporządzenia Ministra Zdrowia dotyczące oznakowania substancji niebezpiecznych.

#### Ćwiczenie 2

Oznakuj opakowanie z kwasem siarkowym(VI) o stężeniu 91%.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) zapoznać się z Kartą charakterystyki substancji niebezpiecznej i preparatu niebezpiecznego. Kwas siarkowy 91%,
- 2) na podstawie karty charakterystyki zapisać:
  - nazwę substancji oraz nazwę i adres producenta,
  - znak ostrzegawczy zagrożenia, jego symbol i znaczenie,
  - zwroty S i R i ich określenia,
  - sposób udzielania pierwszej pomocy.
- 3) narysować etykietę,
- 4) porównać etykietę firmową z narysowaną.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- Karta charakterystyki substancji niebezpiecznej i preparatu niebezpiecznego: Kwas siarkowy 91%,
- linijka, ołówek,
- puste opakowanie z etykietą.

#### Ćwiczenie 3

Dobierz środki ochrony indywidualnej do pracy ze stałym wodorotlenkiem sodu.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) zapoznać się z Kartą charakterystyki substancji niebezpiecznej i preparatu niebezpiecznego. Sodu wodorotlenek,

- 2) dobrać środki ochrony indywidualnej:
- ochrony dróg oddechowych
  - ochrony oczu,
  - ochrony rąk,
  - ochrony ciała,
  - środki ochronne i higieny.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- Karta charakterystyki substancji niebezpiecznej i preparatu niebezpiecznego wodorotlenek sodu.

#### 4.3.4. Sprawdzian postępów

<b>Czy potrafisz:</b>	Tak	Nie
1) rozróżniać znaki ostrzegawcze na opakowaniach?	..	..
2) odczytywać informacje z Karty charakterystyki substancji niebezpiecznej i preparatu niebezpiecznego?	..	..
3) zaprojektować etykietę na opakowanie z substancją?	..	..
4) dobrać środki ochrony indywidualnej stosowane podczas pracy z substancjami niebezpiecznymi?	..	..

## 4.4. Technika ważenia na wagach technicznych i analitycznych

### 4.4.1. Materiał nauczania

Wagi laboratoryjne różnią się między innymi nośnością i czułością. Nośność wagi jest to maksymalne dopuszczalne obciążenie wagi, podane przez producenta. Czułość wagi jest to wychylenie wskazówki wagi z położenia równowagi o jedną podziałkę lub o kilka podziałek, pod wpływem określonej jednostki masy. Jest to najmniejsza masa, jaką można wyznaczyć (odczytać) na określonej wadze. Dokładność wyznaczania masy wynika z czułości wagi.

Masę substancji można wyznaczać z różną dokładnością:

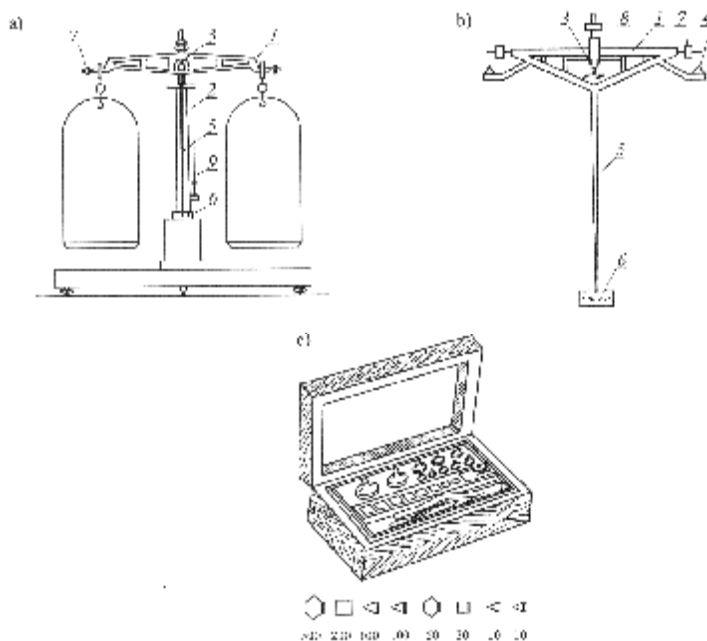
- przybliżoną, z użyciem wagi technicznej o nośności od 100–1000 g, (dokładność 0,01 g)
- dokładną, z użyciem wagi analitycznej o nośności przeważnie od 100 do 200 g (dokładność 0,0001 g).

Koniecznym warunkiem poprawnego ważenia jest:

- właściwe ustawienie wagi (waga powinna być wypoziomowana, a przed ważeniem konieczne jest sprawdzenie punktu zerowego),
- dobór wielkości odważki (masę odważanej substancji należy dobierać według dokładności i nośności wagi),
- właściwy dobór naczynia do wielkości odważki (małą masę substancji odważać w małym naczyniu).

Wagi powinny znajdować się w pokojach wagowych, w stałej temperaturze, umieszczone na nieruchomym podłożu. Wilgoć, kurz, nasłonecznienie i przeciągi mają negatywny wpływ na wyniki ważenia.

Waga techniczna z wyposażeniem przedstawiona jest na rysunku.



**Rys. 6.** Waga techniczna z wyposażeniem: a) waga: 1 – belka, 2 – wsporniki, 3 – pryzmat, 4 – pryzmaty boczne, 5 – wskazówka, 6 – podziałka, 7 – tarownik, 8 – nakrętka, 9 – pion; b) belka wagi ze wskazówką, c) komplet odważników [1]

Podczas ważenia należy wykonać następujące czynności:

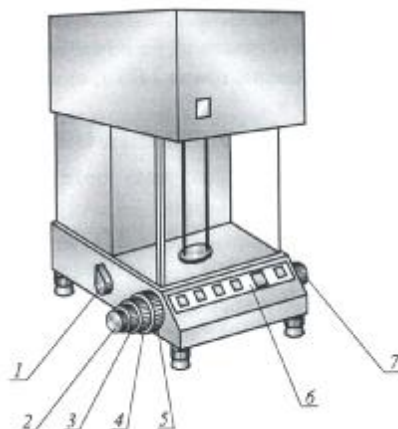
1. Sprawdzić ustawienie wagi – pion 9 (rys. 6). Ustawienie wagi wykonuje się za pomocą nóżek wagi.
2. Sprawdzić punkt zerowy. Po odaretowaniu wagi wskazówka powinna wychylić się w lewo i w prawo o taką samą liczbę działek (punkt zerowy ustalony). Gdy różnica wychyleń jest większa od jednej działki, reguluje się wagę, używając tarowników – 7.
3. Przy zaaretowanej wadze ustawić na lewej szalce odpowiednio dobrane naczynie do ilości odważanej substancji (szkiełko zegarkowe, krystalizator lub zlewka).
4. Położyć pincetą na prawą szalkę odważniki o masie prawdopodobnie odpowiadającej masie odważanego przedmiotu.
5. Odaretować wagę. Jeżeli wskazówka wychyli się w lewą stronę, to znaczy, że masa odważnika jest zbyt duża.
6. Zaaretować wagę. Zdjąć zbyt duży odważnik, położyć kolejny o mniejszej masie.
7. Odaretować wagę. Jeżeli wychyli się w lewo to powtarzać czynności wg punktów 5 i 6. Jeżeli wskazówka wychyli się w prawo, należy po zamknięciu wagi dołożyć kolejny odważnik do uzyskania punktu zerowego.
8. Zapisać wynik ważenia. Masę odważników (w gramach) podawać poczynając od największego) np.  $12,00 + 1,00 + 0,50 + 0,01 = 13,51$  g.
9. Wsypać do zważonego naczynia łyżeczką substancję stałą.
10. Dostawić na prawą szalkę tyle odważników, ile odpowiada masie, która ma być zważona.
11. Odaretować wagę. Jeżeli wskazówka wychyli się w prawo, to zaaretować wagę i odsypać część substancji. Natomiast, gdy wskazówka wychyli się w lewo dosypać do uzyskania właściwego punktu zerowego.
12. Zapisać wynik ważenia. Masa ważonej substancji stanowi różnicę między masą wyznaczoną w punkcie 12 a masą wyznaczoną w punkcie 8.

Nie wolno ważyć ciepłych substancji i przedmiotów. Ciecze i substancje stałe, higroskopijne należy ważyć w zamkniętych naczyniach. Substancje, których pary powodują korozję należy ważyć w szczelnie zamkniętych naczyniach.

W laboratorium chemicznym spotyka się najczęściej wagi analityczne półautomatyczne i automatyczne.

Wagi automatyczne mają tylko jedną szalkę, na której ustawia się przedmiot ważony. Wszystkie odważniki nakłada się na belkę przez pokręcenie odpowiednimi pokrętłami.

Na rysunku przedstawiona jest waga automatyczna.



Rys. 7 Schemat wagi automatycznej WA – 33. [2]

Do włączenia wagi służy uchwyt – 1. Odważniki nakłada się za pomocą czterech pokręteł – 2, 3, 4, 5.

Podczas ważenia należy wykonać następujące czynności:

1. Zważyć naczynko wagowe na wadze technicznej.
2. Włączyć wagę do sieci.
3. Sprawdzić i ustalić punkt zerowy (pokręteł 7 ustawić pokrycie się kreski matówki i kreski zerowej mikroskali).
4. Ustawić naczynko wagowe na szalce wagi – nie należy brać naczynka palcami.
5. Zważyć naczynko nakładając odważniki za pomocą pokręteł.
6. Odczytać wynik ważenia z licznika – 6 i zapisać masę.

#### 4.4.2. Pytania sprawdzające

Odpowiadając na pytania, sprawdź, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczeń.

1. Jaka jest podstawowa różnica między wagą techniczną a analityczną?
2. Jak należy wykonać przed przystąpieniem do ważenia na wadze technicznej?
3. Jaka jest masa szkiełka zegarkowego, jeżeli na szalce wagi znajdują się odważniki: 5 g, 500 mg, 20 mg, 10 mg?

#### 4.4.3. Ćwiczenia

##### Ćwiczenie 1

Zważ naczynko wagowe na wadze technicznej.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) zapoznać się z instrukcją ważenia na wadze technicznej,
- 2) zorganizować stanowisko pracy,
- 3) zważyć naczynko wagowe na wadze technicznej zgodnie z instrukcją,
- 4) zapisać wynik ważenia.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- waga techniczna z odważnikami,
- naczynko wagowe.

##### Ćwiczenie 2

Zważ naczynko z solą kuchenną na wadze analitycznej.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) zapoznać się z instrukcją ważenia na wadze analitycznej,
- 2) zważyć naczynko wagowe z solą na wadze technicznej,
- 3) zapisać wynik ważenia,
- 4) zważyć naczynko wagowe z solą na wadze analitycznej zgodnie z instrukcją,
- 5) zapisać wynik ważenia,
- 6) porównać otrzymane wyniki i zapisać wnioski.



- Wyposażenie stanowiska pracy:
- waga techniczna i odważniki,
  - waga analityczna,
  - naczynie wagowe z solą kuchenną.

#### 4.4.4. Sprawdzenie postępów

<b>Czy potrafisz:</b>	<b>Tak</b>	<b>Nie</b>
1) ważyć na wadze technicznej i analitycznej?	..	..
2) określić dokładność ważenia na wadze technicznej i analitycznej?	..	..
3) zapisać wynik ważenia?	..	..

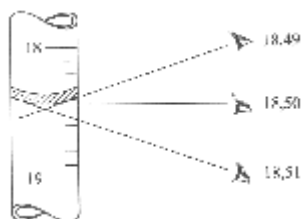
## 4.5. Technika odczytywania objętości cieczy

### 4.5.1. Materiał nauczania

#### Technika odczytywania objętości cieczy

W laboratorium stosowane są substancje stałe, ciekłe i gazowe oraz ich roztwory. Do sporządzenia roztworów niezbędne są rozpuszczalniki, najczęściej woda. Przybliżone objętości cieczy odczytuje się cylindrem miarowym. Cylinder miarowy to grubościenna cylindryczne naczynie szklane, mające na zewnętrznej ścianie podziałkę. Pojemność cylindrów może być różna (od 5 cm<sup>3</sup> do 2 dm<sup>3</sup>).

Określone objętości są zaznaczone krótką kreską i skalowane są na wylew (objętość ich jest powiększona o objętość cieczy pozostającą na ściankach). Pojemność naczyń miarowych zgodnie z Międzynarodowym Układem Jednostek SI, wyraża się w centymetrach sześciennych (cm<sup>3</sup>), stanowiących 0,001 część decymetra sześciennego. Ponieważ objętość naczyń miarowych zmienia się wraz ze zmianą temperatury, nie wolno ich ogrzewać, ani wlewać do nich gorących cieczy. Nie wolno rozcieńczać w cylindrach stężonego kwasu siarkowego(VI), ze względu na egzotermiczność tego procesu. Podczas odczytywania cieczy cylindrem miarowym, należy zwrócić uwagę na jego pojemność oraz dokładność odczytu linii menisku. Oczy obserwatora podczas odczytu powinny się znajdować na poziomie menisku cieczy. Unika się wówczas błędów w odczytach spowodowanych tzw. paralaksą.



Rys. 8. Zjawisko paralaksy [1]

W przypadku roztworów bezbarwnych odczytów dokonuje się według dolnej linii menisku, a w przypadku roztworów zabarwionych według linii górnej. Pojemność cylindra należy dobierać do objętości odczytywanej cieczy. Dokładność pomiaru cylindrem odpowiada objętości działki elementarnej, czyli odległości między dwiema kreskami na skali. Błąd względny pomiaru cylindrem jest to stosunek dokładności pomiaru do objętości odczytywanej, wyrażony w procentach.

### 4.5.2. Pytania sprawdzające

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczenia.

1. O jakiej pojemności należy zastosować cylinder do odczytywania 620 cm<sup>3</sup> cieczy?
2. Dlaczego pojemność cylindra należy dobierać do objętości odczytywanej cieczy?
3. Co to jest błąd paralaksy?
4. Dlaczego nie wolno suszyć cylindrów w suszarce?

### 4.5.3. Ćwiczenia

#### Ćwiczenie 1

Odmierz  $17 \text{ cm}^3$  wody, oblicz błąd względny odmierzenia.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) dobrać naczynie miarowe o odpowiedniej pojemności,
- 2) odmierzyć objętość według dolnej linii menisku,
- 3) podać dokładność pomiaru,
- 4) obliczyć błąd względny odmierzenia,
- 5) opisać tok postępowania w dzienniczku.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- cylinder miarowy,
- tryskawka z wodą.

#### Ćwiczenie 2

Wybierz cylinder i odmierz  $0,27 \text{ dm}^3$  roztworu chlorku niklu, mając do dyspozycji cylindry o pojemnościach:  $1 \text{ dm}^3$ ,  $500 \text{ cm}^3$ ,  $250 \text{ cm}^3$ ,  $100 \text{ cm}^3$ .

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) dobrać cylinder o stosownej objętości,
- 2) odmierzyć roztwór według górnej linii menisku,
- 3) bezpiecznie wykonać ćwiczenie,
- 4) przelać roztwór do oznakowanej butelki,
- 5) udokumentować wykonanie ćwiczenia w dzienniczku.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- cylindry
- butelka,
- roztwór chlorku niklu.

### 4.5.4. Sprawdzian postępów

**Czy potrafisz:**

- 1) dobrać pojemność cylindra do ilości odmierzanej cieczy?
- 2) odmierzyć określoną objętość według dolnej linii menisku dla cieczy bezbarwnych?
- 3) określić dokładność odczytu?
- 4) udokumentować wykonywane czynności?

Tak

Nie

..	..
..	..
..	..
..	..

## 4.6. Przygotowywanie roztworów wodnych o określonych stężeniach

### 4.6.1. Materiał nauczania

W określonej ilości rozpuszczalnika można rozpuścić różną ilość substancji, otrzymując roztwory o różnym stężeniu. Najczęściej posługujemy się stężeniem procentowym i stężeniem molowym. Stężenie procentowe ( $c_p$ ) określa liczbę gramów substancji rozpuszczonej ( $m_s$ ) w 100 gramach roztworu.

$$c_p = \frac{m_s}{m_x} 100\%$$

$m_x$  – masa roztworu

Stężenie molowe ( $c_m$ ) określa liczbę moli ( $n$ ) substancji rozpuszczonej w 1 dm<sup>3</sup> roztworu ( $V$ ).

$$c_m = \frac{n}{V}$$

W celu prawidłowego sporządzenia roztworu o określonym stężeniu procentowym, należy:

- obliczyć potrzebną masę substancji i rozpuszczalnika,
- odważyć na wadze technicznej obliczoną ilość substancji lub odmierzyć cylindrem miarowym o odpowiedniej pojemności,
- odmierzyć cylindrem obliczoną ilość rozpuszczalnika,
- przenieść odważkę (bez strat) do zlewki,
- przelać odmierzony rozpuszczalnik do zlewki,
- wymieszać roztwór do rozpuszczenia substancji,
- roztwór przelać do butelki nakleić etykietkę z odpowiednimi informacjami.

W celu sporządzenia roztworu o określonym stężeniu molowym, należy:

- obliczyć potrzebną ilość substancji,
- odważyć substancję w naczyniu wagowym na wadze analitycznej,
- przygotować kolbę miarową o odpowiedniej pojemności,
- przenieść substancję (bez strat) do kolby miarowej, używając lejka szklanego z odpowiednią nóżką i tryskawki z wodą destylowaną,
- rozpuścić substancję w kolbie w niezbyt dużej ilości rozpuszczalnika,
- dopełnić kolbę wodą destylowaną do kreski,
- przelać roztwór do butelki i nakleić etykietkę.

### 4.6.2. Pytania sprawdzające

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczenia.

1. Jaka jest zasada doboru pojemności cylindra do ilości odmierzanej cieczy?
2. W jakich jednostkach wyrażamy stężenia roztworów?
3. Jaką wagę należy zastosować do odważania substancji potrzebnej do sporządzenia roztworu o stężeniu molowym?
4. Jakie naczynie zastosujesz do sporządzania roztworu molowego?

### 4.6.3. Ćwiczenia

#### Ćwiczenie 1

Przygotuj 150 g wodnego roztworu soli kuchennej o stężeniu 2%.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinienes:

- 1) zapoznać się z instrukcją sporządzania roztworu o stężeniu procentowym,
- 2) dobrać sprzęt niezbędny do wykonania ćwiczenia,
- 3) obliczyć potrzebną masę soli kuchennej i objętość wody, przyjmując gęstość wody  $d = 1 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ,
- 4) sporządzić roztwór zgodnie z instrukcją.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- waga techniczna i odważniki,
- sól kuchenna,
- sprzęt laboratoryjny: cylinder miarowy, szkiełko zegarkowe, zlewka, bagietka, butelka, łyżeczka.

#### Ćwiczenie 2

Przygotuj 250 cm<sup>3</sup> wodnego roztworu soli kuchennej o stężeniu 0,1 mol · dm<sup>-3</sup>.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinienes:

- 1) zapoznać się z instrukcją sporządzania roztworu o stężeniu molowym,
- 2) dobrać sprzęt niezbędny do wykonania ćwiczenia,
- 3) obliczyć potrzebną masę soli kuchennej,
- 4) sporządzić roztwór zgodnie z instrukcją.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- waga analityczna,
- sól kuchenna,
- sprzęt laboratoryjny: kolba miarowa, naczynie wagowe, tryskawka, lejek zwykły, łyżeczka.

### 4.6.4. Sprawdzenie postępów

Czy potrafisz:	Tak	Nie
1) obliczyć ilość substancji do sporządzenia roztworu o określonym stężeniu procentowym?	..	..
2) obliczyć ilość substancji do sporządzenia roztworu o określonym stężeniu molowym?	..	..
3) sporządzić roztwór o określonym stężeniu procentowym?	..	..
4) sporządzić roztwór o określonym stężeniu molowym?	..	..

## 4.7. Laboratoryjne metody ogrzewania

### 4.7.1. Materiał nauczania

#### Laboratoryjne metody ogrzewania

Ogrzewanie można przeprowadzać w sposób bezpośredni i pośredni. Pierwszy sposób polega na bezpośrednim kontakcie przedmiotu ogrzewanego ze źródłem ciepła, np. ogrzewanie próbówki w płomieniu palnika gazowego. Drugim sposobem można ogrzać przedmiot przy wykorzystaniu warstwy izolacyjnej (sposób pośredni ogrzewania) pomiędzy przedmiotem a źródłem ciepła. Warstwę izolacyjną może stanowić:

- płytka izolacyjna,
- powietrze,
- ciecz wypełniająca naczynie (np. łaźnię),
- piasek.

Bezpośrednie ogrzewanie stosuje się rzadko ze względu na możliwości pęknięcia naczyń, wskutek miejscowego przegrzania. Najczęściej ogrzewa się bezpośrednio: próbówki, tygle porcelanowe.

Źródłami energii cieplnej w laboratorium chemicznym są najczęściej gaz palny i prąd elektryczny. Do ogrzewania gazem stosowane są palniki typu: Bunsena, Teclu, Meckera.

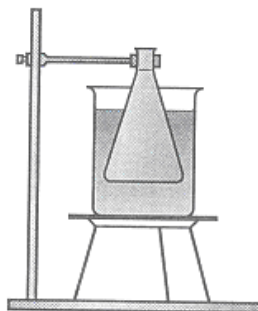
Zapalając palnik, należy najpierw palącą się zapalkę zbliżyć do palnika, a następnie powoli odkręcić kurek gazowy. Nie wolno postępować w kolejności odwrotnej. Przy zbyt dużym dopływie powietrza może nastąpić tzw. przeskoczenie płomienia, wtedy gaz zapala się wewnątrz palnika, przy wejściu do kominka. W takim przypadku należy natychmiast palnik zgasić, poczekać aż ostygnie, zamknąć dopływ powietrza i dopiero wtedy ponownie zapalić palnik. Częstym błędem, wynikającym z braku doświadczenia, jest zapalanie palnika przy pełnym dopływie powietrza do dyszy, na skutek tego płomień przeskakuje od razu w głąb palnika.

Nie wolno pozostawiać palących się palników bez nadzoru.

Do ogrzewania za pomocą prądu elektrycznego służą: maszynki elektryczne, czasze grzejne, grzałki. Często do ogrzewania stosuje się łaźnie. Łażniami nazywa się naczynia do ogrzewania pośredniego, w których wnętrzu znajduje się czynnik izolujący – przenoszący ciepło od bezpośredniego źródła do ciała ogrzewanego. Wyróżnia się łaźnie: powietrzne, wodne, olejowe i piaskowe.

W łaźniach powietrznych czynnikiem ogrzewającym jest gorące powietrze. Najprostszą łaźnią powietrzną jest ogrzewana płytka izolacyjna, nad którą w pewnej odległości umieszcza się ogrzewane naczynie.

Najprostszą łaźnią wodną (rys. 9) może być dowolne naczynie napełnione wodą, w którym zanurzono naczynie z cieczą ogrzewaną. Czynnikiem ogrzewającym jest woda, ogrzewana płomieniem gazowym, lub spirala elektryczna. Umożliwiają one ogrzewanie substancji do temperatury nieprzekraczającej 100°C.



Rys. 9. Łażnia wodna wykonana ze zlewki [1]

Łaźnie olejowe są stosowane do ogrzewania substancji do temperatury powyżej 100°C. Środkami ogrzewającymi są ciecze lub łatwo topliwe ciała stałe o wysokiej temperaturze wrzenia. Użycie oleju mineralnego umożliwia ogrzewanie do temperatury 250°C. Najprostszą łaźnią cieczową jest duża parownica, w której umieszcza się środek ogrzewający i zanurza naczynie z substancją ogrzewaną tak, aby poziom substancji ogrzewanej zrównał się z poziomem cieczy w łaźni. Należy uważać, żeby do ogrzewanej cieczy nie dostała się niżej wrząca ciecz, np. woda. Może to spowodować silne pienienie się zawartości łaźni.

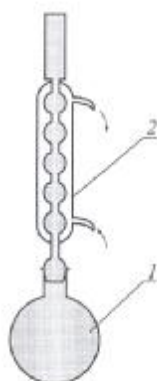
Substancje należy ogrzewać w naczyniach przeznaczonych do tego celu; są to:

- probówki do ogrzewania niewielkich ilości substancji,
- zlewki o różnych pojemnościach,
- kolby stożkowe stosowane do ogrzewania przy niewielkim parowaniu cieczy,
- kolby kuliste stosowane do ogrzewania bez parowania cieczy,
- parownice stosowane do całkowitego odparowania cieczy.

Ogrzewać należy:

- w sposób bezpieczny,
- zgodnie z wymaganiami instrukcji,
- ekonomicznie.

Na bezpieczeństwo pracy należy zwracać szczególną uwagę przy ogrzewaniu cieczy łatwo palnych. Ogrzewa się je w sposób pośredni, stosując różnego typu łaźnie w zależności od wymaganej temperatury. Na miejsce wylotu par zakłada się chłodnice umożliwiające powrót par w postaci skroplin do ogrzewanej cieczy.



**Rys. 10.** Zestaw do ogrzewania pod chłodnicą zwrotną: 1 – kolba kulista, 2 – chłodnica zwrotna [1]

Podczas ogrzewania należy pamiętać o następujących zasadach:

- naczynie ogrzewane musi mieć suche ścianki zewnętrzne, z wyjątkiem ogrzewania w łaźniach wodnych,
- nie wolno ogrzewać naczyń pękniętych,
- naczynie należy napełniać najwyżej w 75% jego pojemności,
- w cieczy ogrzewanej należy zanurzyć bagietkę lub wrzucić kamyki wrzenne, aby nie dopuścić do miejscowego przegrzania.

Najważniejszą umiejętnością podczas ogrzewania jest utrzymanie właściwej temperatury. W celu sprawdzenia wysokości temperatury umieszcza się w układzie termometr.

Najczęściej do tego celu są stosowane termometry cieczowe, wypełnione rtęcią lub inną cieczą, np. alkoholem. Termometry rtęciowe mierzą temperaturę w zakresie od -35°C do 380°C, natomiast zakres alkoholowych termometrów jest różny i zależy od rodzaju alkoholu.

Termometr musi być zamocowany w taki sposób, aby banieczka z cieczą wskaźnikową znajdowała się w określonej odległości od dna i ścian ogrzewanego naczynia. Do mocowania termometru stosuje się statyw z łapą metalową.

Koszt energii cieplnej jest bardzo wysoki. Należy unikać strat energii cieplnej. Do ogrzewania należy stosować odpowiednie naczynia. Metody ogrzewania dobiera się tak, aby były bezpieczne i tanie.

#### 4.7.2. Pytania sprawdzające

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczeń.

1. Jaka jest różnica między ogrzewaniem przeponowym a bezprzeponowym?
2. Jakie źródła ciepła stosowane są w laboratorium do ogrzewania?
3. W jakich przypadkach stosuje się ogrzewanie na łaźni wodnej?
4. Jakie środki ostrożności należy zachować podczas ogrzewania?
5. W jaki sposób należy ogrzewać substancje łatwo palne?
6. Jaką rolę pełni chłodnica zwrotna?

#### 4.7.3. Ćwiczenia

##### Ćwiczenie 1

Odparuj rozpuszczalnik z wodnego roztworu sacharozy.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) dobrać racjonalny sposób ogrzewania,
- 2) dobrać sprzęt laboratoryjny,
- 3) zaplanować czynności laboratoryjne,
- 4) przygotować stanowisko pracy,
- 5) odparować wodę z roztworu z zachowaniem przepisów bhp i ppoż.,
- 6) udokumentować wykonywane czynności.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- sprzęt porcelanowy i metalowy,
- wodny roztwór cukru.

##### Ćwiczenie 2

Ogrzej 50 cm<sup>3</sup> denaturatu do temperatury wrzenia na łaźni wodnej.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) dobrać sprzęt laboratoryjny,
- 2) zaplanować czynności laboratoryjne,
- 3) przygotować stanowisko pracy,
- 4) zmontować zestaw do ogrzewania pod chłodnicą zwrotną,
- 5) ogrzać do temperatury wrzenia z zachowaniem przepisów bhp,
- 6) udokumentować wykonywane czynności.



Wyposażenie stanowiska pracy:

- zestaw do ogrzewania pod chłodnicą zwrotną,
- łaźnia wodna,
- szkło laboratoryjne.

#### 4.7.4. Sprawdzian postępów

<b>Czy potrafisz:</b>	<b>Tak</b>	<b>Nie</b>
1) dobrać sposób ogrzewania do rodzaju ogrzewanej cieczy?	..	..
2) zmontować zestaw do ogrzewania pod chłodnicą zwrotną?	..	..
3) dobrać naczynie laboratoryjne służące do ogrzewania?	..	..
4) ogrzewać substancje w sposób bezpieczny?	..	..
5) przewidzieć zagrożenia związane z ogrzewaniem?	..	..

## 4.8. Laboratoryjne metody suszenia i prażenia

### 4.8.1. Materiał nauczania

Suszeniem nazywa się proces usuwania wody lub innego rozpuszczalnika z substancji stałej, ciekłej lub gazowej. Suszenie można przeprowadzać metodami fizycznymi oraz przy użyciu środków suszących. Do sposobów fizycznych suszenia należą:

- odparowywanie w temperaturze pokojowej, podwyższonej lub w próżni,
- wymrażanie, stosowane w suszeniu gazów, a polegające na obniżeniu temperatury poniżej temperatury krzepnięcia składnika usuwanego,
- wysalanie, stosowane przy rozdzielaniu emulsji (dodatek soli ułatwia tworzenie się kropeł cieczy), a następnie rozwarstwienie dwóch faz,
- ekstrakowanie, polegające na wytrząsaniu suszonej substancji z inną, stanowiącą lepszy rozpuszczalnik dla wody i powodującej przejście wody do fazy tego rozpuszczalnika,
- adsorpcja, polegająca na powierzchniowym pochłanianiu wody przez substancje stałe o rozwiniętej powierzchni.

Substancje stałe można suszyć na wolnym powietrzu, w suszarkach elektrycznych i w ekscyktorach. Najprostszym sposobem jest rozsypanie substancji cienką warstwą na szkiełku zegarkowym, płytce szklanej i pozostawienie w miejscu przewiewnym.

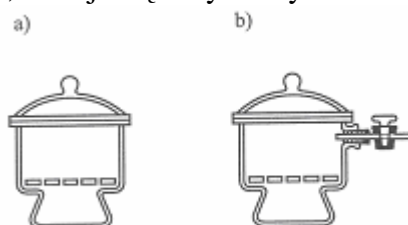
Znacznie szybciej suszy się substancje w suszarkach elektrycznych.

Wewnątrz suszarki znajdują się półki, na których ustawia się naczynia z substancją suszoną. Czynnikiem suszącym jest powietrze ogrzewane elektrycznie. Suszarki są wyposażone w automatyczną regulację temperatury. W obudowie zamocowany jest termometr do pomiaru temperatury, która w suszarce musi być niższa od temperatury topnienia lub rozkładu suszonej substancji.

Obsługa suszarki:

- sprawdzić stan techniczny suszarki (czystość komory oraz stan przewodu elektrycznego z wtyczką),
- wstawić naczynie z substancją suszoną na półkę suszarki,
- włączyć suszarkę do sieci,
- nastawić żądaną temperaturę,
- kontrolować temperaturę wewnątrz komory odczytując wskazania termometru,
- wyłączyć suszarkę po wysuszeniu substancji.

Do suszenia substancji higroskopijnych oraz wrażliwych na działanie tlenu lub dwutlenku węgla, zawartych w powietrzu, stosuje się ekscykatory.



Rys. 11. Ekscykatory: a) zwykły, b) próżniowy [1]

Ekscykatory wykonane są ze szkła grubościennego i zamykane doszlifowaną pokrywą. W celu uszczelnienia ekscykatora szlif pokrywy smaruje się cienką warstwą wazeliny lub innego

smaru, stosowanego do połączeń szlifowych. W eksykatorach jest umieszczony środek higroskopijny (bezwodny chlorek wapnia, bezwodny siarczan (VI) wapnia) bezpośrednio na jego dnie lub w otwartym naczyniu. Środek suszący łącząc się z parą wodną, obniża jej zawartość w eksykatorze. Substancje suszące stosowane w eksykatorach usuwają nie tylko parę wodną, ale pochłaniają także pary rozpuszczalników organicznych.

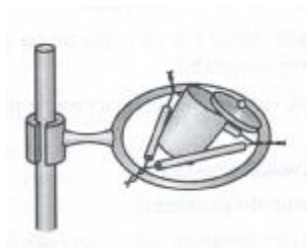
Czas suszenia ciał stałych zależy od:

- rodzaju związku,
- stopnia rozdrobnienia,
- grubości warstwy,
- zawartości wody lub innego usuwanego rozpuszczalnika,
- szybkości dyfuzji wilgoci z wnętrza warstwy do jej powierzchni,
- różnicy prężności pary nad substancją i w otoczeniu.

Należy więc odpowiednio przygotować substancję do suszenia oraz wybrać najskuteczniejszą metodę.

Proces prażenia polega na ogrzewaniu substancji w wysokiej temperaturze (około 1000<sup>0</sup>C).

Prażenie substancji można przeprowadzać, stosując palnik gazowy lub w piecu elektrycznym. Substancje umieszcza się w tyglu porcelanowym. Ustawienie tygla w trójkącie podczas prażenia w płomieniu palnika obrazuje rysunek 12.



**Rys. 12.** Ustawienie tygla w trójkącie położonym na pierścieniu [2]

Do prażenia substancji można stosować piec elektryczny muflowy, w komorze którego ustawia się tygla do prażenia. Komora wyłożona jest materiałem ceramicznym, pokryta na zewnątrz blachą. Pręty oporowe stanowią elementy grzejne i są umieszczone bezpośrednio w komorze pieca, w górnej części lub po bokach. Piec należy ogrzewać stopniowo do żądanej temperatury, gdyż gwałtowne podwyższanie temperatury może prowadzić do zniszczenia elementów grzejnych. Tygla z prażoną substancją wstawiamy i wyjmujemy z pieca za pomocą metalowych szczypiec. Podczas obsługi pieca należy zachować ostrożność ze względu na wysoką temperaturę.

#### **4.8.2. Pytania sprawdzające**

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczeń.

1. Jaka jest różnica między procesem prażenia a suszenia?
2. Jak należy suszyć substancje higroskopijne?
3. W jaki sposób można suszyć substancje stałe?

### 4.8.3. Ćwiczenia

#### Ćwiczenie 1

Wysusz w eksykatorze 2 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ .

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinienes:

- 1) zaplanować sprzęt laboratoryjny,
- 2) odważyć 2 g otrzymanej substancji na szkiełku zegarkowym,
- 3) przygotować eksykator:
  - sprawdzić czystość eksykatora,
  - umieścić środek suszący na dnie eksykatora,
  - posmarować brzeg pokrywy wazeliną,
- 4) umieścić odważoną substancję w eksykatorze,
- 5) pozostawić w eksykatorze substancję na okres jednego tygodnia,
- 6) ponownie zważyć substancję (wyjmować szkiełko, stosując szczypcę),
- 7) porównać wyniki ważeń i zapisać wnioski.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- waga techniczna i odważniki,
- szkiełko zegarkowe,
- eksykator,
- łyżeczka,
- substancja higroskopijna pochłaniająca wilgoć,
- substancja suszona.

#### Ćwiczenie 2

Wysusz 3 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  w suszarce elektrycznej.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinienes:

- 1) zaplanować sprzęt i aparaturę
- 2) zapoznać się z instrukcją obsługi suszarki,
- 3) zaplanować kolejność czynności,
- 4) odważyć substancję na szkiełku zegarkowym,
- 5) uruchomić suszarkę zgodnie z instrukcją obsługi,
- 6) suszyć substancję przez 2 godziny w temperaturze  $105^{\circ}\text{C}$ ,
- 7) przenieść szczypcami szkiełko z substancją do eksykatora,
- 8) studzić przez pół godziny,
- 9) zważyć substancję ze szkiełkiem,
- 10) porównać wyniki ważenia i zapisać wnioski.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- suszarka elektryczna,
- waga z odważnikami,
- sprzęt laboratoryjny,
- substancja suszona.

### Ćwiczenie 3

Wypraż 1 g węgla wapnia w piecu.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) dobrać sprzęt i urządzenie,
- 2) odczytać z Kalendarza chemicznego temperaturę rozkładu substancji,
- 3) odważyć na wadze analitycznej 1 g substancji,
- 4) wstawić tygiel z substancją do pieca,
- 5) prażyć w temperaturze rozkładu przez 3 godziny,
- 6) przestrzegać przepisy bhp przy prażeniu,
- 7) studzić przez godzinę w ekzykatorze,
- 8) zważyć tygiel z substancją na wadze analitycznej,
- 9) obliczyć ubytek masy,
- 10) porównać z masą obliczoną według równania reakcji i zapisać wnioski.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- piec elektryczny,
- waga analityczna,
- sprzęt laboratoryjny,
- substancja prażona.

#### 4.8.4. Sprawdzenie postępów

Czy potrafisz:	Tak	Nie
1) dobrać środek suszący do ekzykatora?	..	..
2) przygotować ekzykator do suszenia substancji?	..	..
3) obsłużyć suszarkę elektryczną?	..	..
4) wysuszyć substancję zgodnie z przepisami bhp?	..	..
5) prażyć substancję zgodnie z przepisami bhp?	..	..
6) zastosować zasady bezpiecznej pracy obsługując urządzenia elektryczne?	..	..

## 4.9. Laboratoryjne metody chłodzenia

### 4.9.1. Materiał nauczania

Z procesem chłodzenia można się spotkać podczas:

- skraplania par przy ogrzewaniu cieczy pod chłodnicą zwrotną i w procesie destylacji,
- wydzielania kryształów substancji stałych z roztworu nasyconego, na gorąco,
- utrzymywania stałej temperatury w reakcjach i procesach egzotermicznych, prowadzonych w temperaturze niższej od temperatury otoczenia.

Chłodzenie można prowadzić w sposób bezpośredni lub pośredni. Jeśli chłodzony układ styka się bezpośrednio z czynnikiem chłodzącym, to chłodzenie jest bezpośrednie, np. chłodzenie lodem dodanym do zlewki z substancją chłodzoną. W chłodzeniu pośrednim ciało chłodzone i czynnik chłodzący są oddzielone przegrodą, np. oziębianie par w chłodnicy zwrotnej.

Wybór czynnika chłodzącego jest uzależniony od temperatury, do której należy układ oziębic oraz od ilości energii, którą trzeba odprowadzić w postaci ciepła. Najczęściej stosowane czynniki chłodzące to:

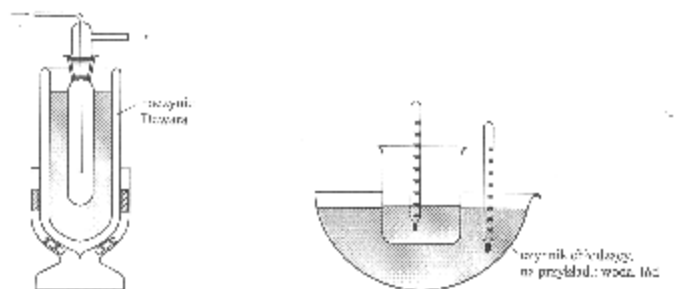
- zimne powietrze,
- zimna woda,
- lód.

Czynniki te są stosowane do powolnego chłodzenia do temperatury wyższej od 0°C. Lód przeznaczony do oziębiania bezpośredniego należy otrzymać z wody destylowanej. Stosuje się go wtedy, kiedy ciecz chłodzona nie reaguje z wodą i układ można rozcieńczać. Do oziębiania pośredniego może być zastosowany lód otrzymany z wody wodociągowej, rozdrobniony i zmieszany z niewielką ilością wody. Uzyskuje się wtedy lepsze przewodnictwo cieplne. Mieszaniny oziębiające stosuje się do chłodzenia poniżej 0°C. Są to zazwyczaj sole mineralne zmieszane z drobno potłuczonym lodem lub śniegiem. Temperatura mieszaniny oziębiającej jest stosunkowo niska, ponieważ ciepło jest pobierane na rozpuszczenie soli i stopienie lodu.

Często są stosowane następujące mieszaniny:

- 100 g lodu lub śniegu i 33 g NaCl (temperatura chłodzenia do -21°C),
- lód z CaCl<sub>2</sub> w stosunku masowym 2 : 3 (temperatura chłodzenia do -49°C),
- lód lub śnieg z K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> w stosunku masowym: 100 części lodu i 65 części soli (temperatura chłodzenia do -36°C),
- 100 g lodu i 1,4 g Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>·10 H<sub>2</sub>O, 10,5 g K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (temperatura chłodzenia -3,1°C),
- 100 g lodu, 9,0 g KNO<sub>3</sub>, 74,0 g NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> (temperatura chłodzenia -25°C).

Inne mieszaniny można sporządzić na podstawie danych podanych w Kalendarzu chemicznym. W laboratorium chemicznym chłodzi się substancje o różnych stanach skupienia. Małe ilości cieczy można oziębic w zlewce umieszczonej w dużej parownicy z czynnikiem chłodzącym. Temperaturę sprawdza się za pomocą dwóch termometrów – w cieczy chłodzonej i w mieszaninie chłodzącej. Do przechowywania i przewożenia skroplonych gazów stosuje się naczynie Dewara (rys.13). W życiu codziennym obudowane naczynie Dewara stosowane jest pod nazwą termosu.



Rys. 13. Zestaw do oziębiania cieczy [1]

Pary, uzyskane podczas ogrzewania cieczy, chłodzi się w chłodnicy zwrotnej lub Liebiga. Substancje stałe najczęściej się chłodzi w lodówkach lub zamrażarkach. Proces oziębiania można przyspieszyć, stosując:

- mieszanie układu,
- zwiększając powierzchnię chłodzenia,
- wybierając odpowiedni kierunek przepływu czynników wymieniających energię na sposób ciepła.

Podczas chłodzenia substancji należy dobierać właściwy sposób chłodzenia i odpowiedni czynnik chłodzący oraz stosować czynniki przyspieszające chłodzenie.

#### 4.9.2. Pytania sprawdzające

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczeń.

1. Jakie sposoby chłodzenia stosuje się w laboratorium?
2. Jakie czynniki są stosowane do powolnego chłodzenia do temperatury wyższej od  $0^{\circ}\text{C}$ ?
3. W jaki sposób można przyspieszyć proces chłodzenia?
4. Z jakiej wody należy otrzymać lód stosowany do oziębiania bezpośredniego?
5. Jaka rolę pełni sól kuchenna w mieszaninie oziębiającej?
6. Jakie substancje wchodzi w skład mieszanin oziębiających?

#### 4.9.3. Ćwiczenia

##### Ćwiczenie 1

Ochłódź roztwór alkoholu etylowego do temperatury  $-3^{\circ}\text{C}$ .

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) dobrać sprzęt, przyrządy pomiarowe i urządzenie,
- 2) zaplanować wykonywane czynności,
- 3) zorganizować stanowisko pracy,
- 4) zmontować zestaw laboratoryjny do oziębiania cieczy według rys. 13,
- 5) dobrać składniki mieszaniny oziębiającej,
- 6) przygotować mieszaninę oziębiającą,
- 7) ochłodzić roztwór alkoholu etylowego do podanej temperatury.

- Wyposażenie stanowiska pracy:
- waga techniczna z odważnikami,
  - sprzęt laboratoryjny,
  - termometry,
  - substancje chemiczne,
  - lód,
  - roztwór alkoholu etylowego.

## Ćwiczenie 2

Oblicz masy składników potrzebnych do przygotowania 300 g mieszaniny oziębiającej, której użyjesz do schłodzenia cieczy do temperatury  $-250^{\circ}\text{C}$ .

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie powinieneś:

- 1) odczytać informację o składzie mieszaniny oziębiającej,
- 2) obliczyć masę lodu potrzebną do przygotowania 300 g mieszaniny,
- 3) obliczyć masę  $\text{KNO}_3$  potrzebną do przygotowania 300 g mieszaniny,
- 4) obliczyć masę  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  potrzebną do przygotowania 300 g mieszaniny,
- 5) zapisać obliczenia w dzienniczku.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- Kalendarz chemiczny, Poradnik laboranta chemika, Poradnik fizykochemiczny

### 4.9.4. Sprawdzian postępów

<b>Czy potrafisz:</b>	Tak	Nie
1) dobrać czynnik chłodzący do danej temperatury oziębiania?	..	..
2) odróżnić pośredni od bezpośredniego sposobu chłodzenia?	..	..
3) dobrać składniki mieszaniny oziębiającej do wskazanej temperatury chłodzenia?	..	..
4) zmontować zestaw do oziębiania cieczy?	..	..
5) korzystać z różnych źródeł informacji?	..	..
6) obliczać masy składników mieszaniny oziębiającej?	..	..



## **4.10. Rozdzielanie mieszanin niejednorodnych: dekantacja, sączenie, wirowanie**

### **4.10.1. Materiał nauczania**

#### **Rozdzielanie zawiesin**

Zawiesinami są nazywane mieszaniny niejednorodne ciała stałego (o rozmiarach cząstek większych niż 500 nm) i cieczy. W praktyce laboratoryjnej najczęściej są spotykane trzy sposoby rozdzielania zawiesin:

- dekantacja,
- sączenie (filtracja),
- odwirowanie.

#### **Dekantacja**

W zawieszynie cząstki ciała, pod wpływem siły ciężkości, osadzają się na dnie naczynia, tworząc osad. Dekantacja polega na oddzieleniu osadu od cieczy przez jej odlanie lub odlewarowanie z nad osadu. Podczas osadzania cząstek dobrze jest ustawić naczynie ukośnie, ponieważ nie następuje wtedy zmącenie cieczy przy jej odlewaniu.

Osad po dekantacji zawiera jeszcze dużo cieczy z zanieczyszczeniami. Aby osad został całkowicie oczyszczony z substancji ciekłej, należy go przemyć czystym rozpuszczalnikiem. W tym celu do naczynia z osadem wlewa się porcję cieczy przemywającej, następnie miesza dokładnie, po czym odstawia do osadzenia i dekantuje, zlewając ciecz do innego naczynia niż ciecz pierwotną. Proces przemywania należy prowadzić wielokrotnie, aż do usunięcia zanieczyszczającego składnika.

Dekantację stosuje się jako pierwszy etap rozdzielania, poprzedzający dokładniejsze rozdzielanie – sączenie. Przy rozdzielaniu należy zawsze zwracać uwagę na właściwości składników mieszaniny i ich znaczenie w dalszej pracy. Niekiedy wykorzystywany jest tylko osad, ciecz zaś stanowi substancję odpadową, w innych przypadkach jest odwrotnie, a niekiedy obydwie fazy są wykorzystywane.

#### **Sączenie**

Największe znaczenie w pracy laboratoryjnej ma oddzielenie fazy stałej od ciekłej metodą sączenia, tj. za pomocą materiału filtrującego przepuszczającego tylko ciecz. Sączenie jest wtedy efektywne, kiedy materiał filtracyjny zatrzymuje cząstki ciała stałego, a sam proces przebiega dość szybko.

Osady spotykane w praktyce laboratoryjnej mają różne właściwości. W procesie sączenia szczególne znaczenie mają rozmiary sączonych cząstek. W zależności od wielkości cząstek wyróżnia się osady:

- krystaliczne – drobnokrystaliczne i grubokrystaliczne,
- koloidalne – serowate i galaretowate.

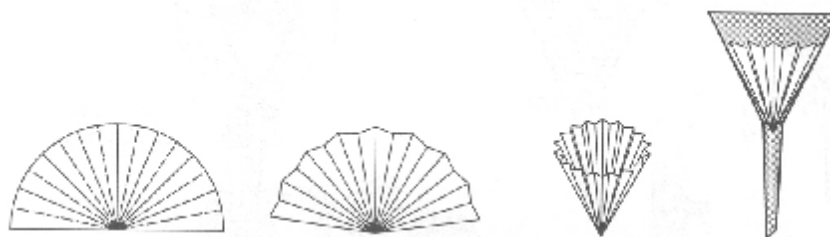
Najłatwiej sączą się osady grubokrystaliczne. Osady koloidalne można łatwo sączyć, jeżeli po ich strąceniu nastąpiła koagulacja (połączenie drobnych cząstek w większe skupiska – żele) i utworzenie galaretowatej lub kłaczkowatej zawiesiny. W przypadku gdy pozostają w postaci zolu (bardzo drobnych cząstek nie połączonych w skupiska), ich sączenie jest praktycznie niemożliwe.

W zależności od rodzaju osadu należy dobrać odpowiednie materiały filtracyjne. Wśród materiałów stosowanych do sączenia wyróżnia się:

- bibułę filtracyjną: gęstą, przeznaczoną do osadów drobnokrystalicznych, średnią, przeznaczoną do osadów grubokrystalicznych, rzadką, przeznaczoną do osadów grubokrystalicznych i skoagulowanych koloidów,
- masy włókniste, np. watę szklaną,
- płótno filtracyjne (głównie stosowane w przemyśle),
- spiek szklany.

Sączenie prowadzi się pod normalnym lub zmniejszonym ciśnieniem. Prowadzone pod normalnym ciśnieniem jest procesem, w którym ciecz przechodzi przez materiał filtracyjny pod ciśnieniem słupa cieczy sączonej. Zestaw do sączenia składa się z lejka umieszczonego w kółku metalowym na odpowiedniej wysokości, sączka gładkiego, karbowanego lub masy włóknistej oraz naczynia do odbierania przesączu. Sączek gładki wykonuje się z bibuły filtracyjnej.

Ten rodzaj sączka rzadko bywa używany z powodu długiego czasu sączenia, jest on stosowany do sączenia małych ilości roztworów i w operacjach sąceń analitycznych. Znacznie szybciej się sączy używając sączków karbowanych mających dużą powierzchnię sączenia. Wykonuje się je z bibuły filtracyjnej przez wielokrotne zaginanie jej w harmonijkę, jak pokazuje rysunek 14.



Rys. 14. Wykonanie sączka karbowanego [1]

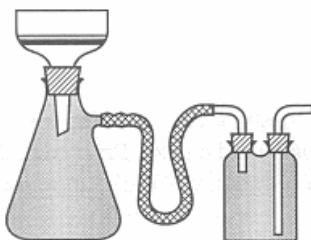
Sączki karbowane i gładkie powinny być tak dobrane, aby ich górna krawędź znajdowała się kilka milimetrów poniżej górnej krawędzi lejka. Sączek wystający ponad lejek powoduje straty roztworu oraz nie pozwala na przykrycie go szkiełkiem zegarkowym.

Podczas sączenia na lejku zwykłym należy przestrzegać następujących zasad:

- zestaw do sączenia musi się składać z odpowiednio dobranego sprzętu,
- sączek wymaganego rozmiaru wycina się z odpowiednio dobranej bibuły
- sączek po założeniu należy zwilżyć wodą destylowaną,
- sączoną zawiesinę wlewa się w taki sposób, aby nie przedostała się pomiędzy sączek a lejek,
- zawiesinę wlewać po bagietce, ustawionej pionowo w stożku lejka,
- osad nie może wypełniać całego sączka,
- nóżkę lejka ustawić w taki sposób, aby strumień przesączu spływał po ścianie odbieralnika,
- przesącz musi być klarowny.

Sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem jest najczęściej stosowanym sposobem oddzielania osadu od cieczy w laboratorium chemicznym. Zapewnia ono dobre i szybkie oddzielenie tych składników wskutek dużej różnicy ciśnień nad i pod przegrodą filtracyjną. Urządzenie do

sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem składa się z części filtrującej oraz odbieralnika, do którego jest doprowadzony przewód niskiego ciśnienia połączony z pompką wodną, olejową lub przewodem próżni. Część filtrującą stanowią lejki sitowe: Büchnera, Schotta z założonym krążkiem bibuły filtracyjnej. Lejki łączy się z kolbką ssawkową za pomocą korków gumowych lub wkładek. Można też stosować lejki i kolby ze szlifem. Zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem przedstawia rysunek 15.



**Rys. 15.** Zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem [1]

Kolbę ssawkową łączy się z pompką próżniową krótkim, grubościennym wężem gumowym przez płuczkę bezpieczeństwa, np. butelkę Wulfa. Sączonek zakładany na lejek powinien mieć średnicę trochę mniejszą od średnicy dna lejka, ale zakrywającą wszystkie otworki dna. Rozmiar lejka powinien być tak dobrany, aby osad wypełniał go przynajmniej w 1/3 pojemności. Ciecz powinna być wprowadzana na sączonek w taki sposób, aby warstwa osadu była zawsze pokryta cieczą. W przeciwnym razie powstają w osadzie szczeliny zakłócające przebieg sączenia. Sączenie należy prowadzić przy niezbyt wysokiej próżni, gdyż silne ssanie wbiła osad w pory bibuły i utrudnia sączenie.

Podczas sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem należy przestrzegać następujących zasad:

- zestaw do sączenia należy tak zmontować, aby był szczelny (łączenie lejka z kolbą ssawkową),
- sączonek musi mieć odpowiedni rozmiar, a bezpośrednio przed sączeniem należy zwilżyć go rozpuszczalnikiem i przyssać do dna lejka przez włączenie próżni,
- nie należy włączać całego zakresu próżni na początku sączenia,
- zawieszinę należy wlewać na środek sączoneka z taką szybkością, aby był on zawsze pokryty warstwą cieczy,
- pod koniec sączenia dobrze jest odcisnąć osad, używając do tego celu korka szklanego.

Zestaw należy demontować w następującej kolejności:

- wyłączenie próżni,
- zdjęcie węża z kolby ssawkowej,
- zdjęcie lejka po wyrównaniu ciśnienia z ciśnieniem atmosferycznym,
- odwrócenie lejka nóżką do góry i wytrząśnięcie osadu z sączonekiem na bibułę filtracyjną bądź szkiełko zegarkowe.

Otrzymany osad należy zawsze przemyć.

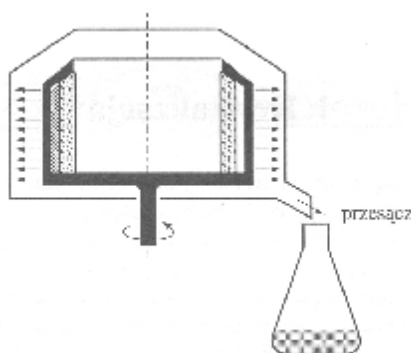
### **Odwirowywanie**

Odwirowywanie stosuje się zawsze wtedy, kiedy sączenie jest trudne. Odwirowywanie jest najszybszym sposobem oddzielania osadu od cieczy. Przeprowadza się je w wirówkach. Małe ilości substancji odwirowuje się za pomocą wirówek laboratoryjnych próbówkowych, obracających się z szybkością kilku tysięcy obrotów na minutę. Cząstki stałe zostają odrzucone przez siłę odśrodkową na dno próbówki, gdzie zbierają się w postaci ubitej warstwy osadu. Przed wirowaniem należy pamiętać o równomiernym rozłożeniu próbek

i wyrównaniu ich mas, ponieważ w przeciwnym razie może nastąpić uszkodzenie wirówki. Po zakończeniu wirowania ciecz z nad osadu zlewa się.

Do odwirowywania większych ilości substancji stosuje się bębnowe wirówki filtracyjne. Główną częścią wirówki filtracyjnej (rys. 16) jest bęben wykonany z blachy, obracający się z dużą prędkością. Ściana bębna jest dziurkowana, wewnątrz wyłożona wymienną tkaniną, bibułą lub innym materiałem filtrującym. Zawiesinę nalewa się do bębna i włącza wirówkę, początkowo na wolne obroty. Dopiero po utworzeniu warstwy osadu zwiększa się jej obroty. Wirowanie jest zakończone wtedy, gdy przestaje wypływać przesącz. Osad przemywa się przez wlanie do bębna rozpuszczalnika i ponowne odwirowanie. Wirówkę można rozładować po całkowitym zatrzymaniu się bębna. Zaletami wirówek filtracyjnych są:

- duża pojemność,
- szybkość oddzielania faz,
- sprawność uwalniania fazy stałej od ciekłej (ilość zatrzymanej cieczy wynosi tylko 1%, podczas gdy przy sączeniu pod próżnią do 10%),
- oddzielanie takich osadów, które są trudne do filtracji, np. z lepkiej papki.



Rys. 16. Bębnowa wirówka filtracyjna [1]

Proces rozdzielania zawiesin powinien przebiegać szybko i dokładnie. Sposób przeprowadzenia operacji zależy od rodzaju zawiesiny. Zestaw do rozdzielania musi składać się z odpowiednio dobranego sprzętu. Prawidłowy przebieg operacji zależy od właściwej techniki pracy.

#### 4.10.2. Pytania sprawdzające

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczenia.

1. Jakie mieszaniny nazywamy zawiesinami?
2. W jaki sposób przeprowadza się dekantację?
3. Jakie są rodzaje osadów?
4. Jakie są rodzaje przegród filtracyjnych?
5. Jaki lejek stosuje się do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem?
6. Jakie urządzenie należy zastosować do szybkiego rozdzielania zawiesin?

#### 4.10.3. Ćwiczenia

##### Ćwiczenie 1

Rozdziel zawiesinę kredy w wodzie z zastosowaniem sączenia na sączku karbowanym.

### Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinienes:

- 1) zaplanować szkło laboratoryjne i sprzęt,
- 2) przygotować z bibuły filtracyjnej sącdek karbowany według rysunku 14,
- 3) zmontować zestaw do sączenia,
- 4) umieścić sącdek karbowany w lejku,
- 5) przesączyć zawiesinę (wlewać tak, by nie dostała się między sącdek a lejek),
- 6) zdemontować zestaw i umyć.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- zestaw do sączenia,
- sącdek karbowany,
- zawiesina.

### Ćwiczenie 2

Rozdziel zawiesinę kredy w wodzie pod zmniejszonym ciśnieniem.

### Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinienes:

- 1) dobrać sprzęt laboratoryjny,
- 2) zapoznać się z zasadami obowiązującymi podczas sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem,
- 3) zaplanować czynności wykonywane,
- 4) zorganizować stanowisko pracy,
- 5) zmontować zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem,
- 6) założyć sącdek,
- 7) przesączyć przestrzegając zasad właściwego sączenia,
- 8) zdemontować zestaw według poznanej kolejności.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem,
- bibuła filtracyjna,
- zawiesina.

### 4.10.4. Sprawdzian postępów

#### Czy potrafisz:

	Tak	Nie
1) dobrać sącdek do rodzaju osadu?	..	..
2) wykonać sącdek zwykły i karbowany?	..	..
3) zmontować zestaw do zwykłego sączenia?	..	..
4) nałożyć sącdek na lejek sitowy?	..	..
5) zmontować zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem i zdemontować?	..	..

## 4.11. Rozdzielanie mieszanin jednorodnych – krystalizacja

### 4.11.1. Materiał nauczania

Krystalizacja jest jedną z metod oczyszczania ciała stałego z zanieczyszczeń oraz rozdzielania mieszaniny substancji stałych. Polega ona na przeprowadzeniu surowego (zanieczyszczonego) produktu do roztworu przy użyciu odpowiedniego rozpuszczalnika. Rozpuszczalnik może być tak dobrany, że dobrze rozpuszcza substancję oczyszczaną, a źle zanieczyszczenia. W praktyce najczęściej stosuje się rozpuszczalniki rozpuszczające substancje oczyszczane. Powstające wtedy roztwory mogą być barwne, mimo że substancja oczyszczana jest biała lub bezbarwna. Dowodzi to tego, że rozpuszczalnik rozpuścił również część zanieczyszczeń. W takich przypadkach należy zastosować czynniki odbarwiające roztwór, czyli pochłaniające barwne zanieczyszczenia, np. węgiel aktywowany. Węgiel aktywowany adsorbuje (pochłania) substancje barwne i oczyszcza ług macierzysty (roztwór substancji surowej w rozpuszczalniku). Efekt krystalizacji zależy od prawidłowego doboru rozpuszczalnika i szybkości wzrostu kryształów.

Przy dobieraniu rozpuszczalnika należy przestrzegać następujących zasad:

- rozpuszczalnik nie może reagować z substancją oczyszczaną,
- rozpuszczalność osadu w rozpuszczalniku powinna być zależna od temperatury roztworu,
- zanieczyszczenia powinny rozpuszczać się bardzo dobrze albo wcale się nie rozpuszczać,
- kryształy powinny wydzielać się dobrze ukształtowane,
- rozpuszczalnik powinien mieć umiarkowaną temperaturę wrzenia (zbyt wysoka powoduje trudności z suszeniem osadu, zbyt niska natomiast nie pozwala uzyskać odpowiedniej różnicy temperatur przed krystalizacją i po krystalizacji),
- rozpuszczalnik powinien być trwały, bezpieczny, nietoksyczny i tani.

Najczęściej stosowanymi rozpuszczalnikami są: woda, alkohole, aceton, benzen, chloroform, tetrachlorometan. Z rozpuszczalników organicznych tylko dwa ostatnie nie są palne.

Przy doborze rozpuszczalnika należy korzystać z danych zamieszczonych w Poradniku fizykochemicznym lub w Kalendarzu chemicznym.

Podstawową umiejętnością, poza doбором rozpuszczalnika, jest obliczanie jego ilości potrzebnej do krystalizacji. Należy sporządzać roztwory nasycone w temperaturze około 10°C niższej od temperatury wrzenia rozpuszczalnika.

Po wybraniu odpowiedniego rozpuszczalnika i obliczeniu jego ilości, należy sporządzić roztwór substancji surowej. Rozpuszczanie w wodzie prowadzi się w zlewkach o odpowiedniej pojemności w ten sposób, że wlewa się odmierzoną objętość wody do odważonej substancji krystalizowanej. Roztwór należy mieszać bagietką, a następnie przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzać do wrzenia.

W przypadku krystalizacji z rozpuszczalników organicznych rozpuszczanie prowadzi się pod chłodnicą zwrotną. Nie należy zapominać o wrzuceniu do kolby porcelanki lub kamyków wrzennych. Jeżeli podczas ogrzewania do wrzenia substancja nie ulega całkowitemu rozpuszczeniu, to można dolewać przez chłodnicę zwrotną niewielkie porcje ciepłego rozpuszczalnika, aż do jej całkowitego rozpuszczenia.

Po odbarwieniu odsącza się zawiesinę adsorbentu, starając się nie dopuścić do znacznego obniżenia temperatury roztworu. Poleca się szybkie sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem lub na sączku fałdowanym, przy ciągłym podgrzewaniu zawiesiny. Odsączony roztwór pozostawia się do krystalizacji.

Postać dobrze ukształtowanych kryształów, uzyskuje się przez pozostawienie roztworu do powolnego ochłodzenia. Tworzą się wtedy duże kryształy.

Jeżeli substancja jest z natury drobnokrystaliczna, to lepiej jest w takich przypadkach roztwór ochłodzić szybko, energicznie mieszając. Wydzielają się wtedy drobne kryształy, łatwiejsze do przemycia. Otrzymane kryształy należy odsączyć i wysuszyć. Najwolniej suszenie przebiega w temperaturze pokojowej. Szybciej można wysuszyć osad w suszarce elektrycznej, ustawiając ją na taką temperaturę, aby nie uległ on stopieniu bądź rozkładowi. Po skończonym suszeniu i ostudzeniu osadu do temperatury pokojowej, osad waży się i oblicza wydajność krystalizacji, po czym sprawdza czystość otrzymanego związku, najczęściej oznaczając jego temperaturę topnienia. Jeżeli w wyniku badania okaże się, że substancja została oczyszczona w stopniu niewystarczającym, to należy powtórzyć proces krystalizacji.

Wydajność procesu krystalizacji oblicza się na podstawie masy substancji surowej i oczyszczonej. Wydajność jest to stosunek masy substancji oczyszczonej do masy substancji surowej wyrażony w procentach.

Wydajność jest zawsze niższa od 100 %, co wynika z kilku przyczyn:

- rozpuszczalności substancji,
- obecności zanieczyszczeń,
- strat wynikających z czynności operacyjnych (pozostałości na sączku, na ściankach naczyń),
- strat spowodowanych niedoskonałą techniką pracy (rozlanie surówki, rozsypanie osadu).

Ta ostatnia przyczyna powinna być wyeliminowana przez staranną pracę, szczególnie w badaniach analitycznych.

### Obliczenia

Oblicz, ile  $\text{cm}^3$  wody należy użyć do rozpuszczenia 19 g kwasu salicylowego w temperaturze  $70^\circ\text{C}$ , jeśli rozpuszczalność w tej temperaturze wynosi 1,32 g w 100 g wody.

1,32 g kwasu rozpuszcza się w 100 g wody, więc 19,00 g kwasu rozpuści się w x g wody, stąd:

$$x = \frac{19 \text{ g} \cdot 100 \text{ g}}{1,32} \quad x = 1439 \text{ g} \text{ czyli } V = 1439 \text{ cm}^3$$

Odp. Należy użyć  $1439 \text{ cm}^3$  wody.

W celu przekrystalizowania substancji należy:

- dobrać odpowiedni rozpuszczalnik,
- obliczyć ilość rozpuszczalnika,
- odważyć krystalizowaną substancję i odmierzyć odpowiednią ilość rozpuszczalnika,
- sporządzić roztwór macierzysty w temperaturze wrzenia rozpuszczalnika (jeżeli stosowany jest rozpuszczalnik organiczny, to ogrzewanie prowadzi się w zestawie pod chłodnicą zwrotną),
- odbarwić roztwór przy użyciu adsorbenta,
- przesączyć zanieczyszczenia przez sączek karbowany,
- odstawić roztwór do krystalizacji,
- przesączyć kryształy pod zmniejszonym ciśnieniem,
- przemyć osad niewielką ilością zimnego rozpuszczalnika,
- wysuszyć osad w odpowiednich warunkach,
- zważyć osad i obliczyć wydajność,
- z ługu pokrystalizacyjnego wyodrębnić rozpuszczalnik organiczny (jeżeli był stosowany), a czynność tę można połączyć z wyodrębnieniem drugiej porcji osadu,
- przy małej wydajności cennego produktu zateżyć ług pokrystalizacyjny (jeżeli rozpuszczalnikiem była woda) i pozostawić do krystalizacji drugiej porcji produktu,
- zbadać temperaturę topnienia czystego produktu.

Przestrzegać zasad bhp, ppoż. i ochrony środowiska przy oczyszczaniu substancji z rozpuszczalników palnych.

### 4.11.2. Pytania sprawdzające

Opowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczeń.

1. W jakim celu stosowana jest krystalizacja?
2. Jakich zasad należy przestrzegać przy doborze rozpuszczalnika do substancji oczyszczanej?
3. W jaki sposób określa się rozpuszczalność substancji?
4. Jak obliczysz ilość rozpuszczalnika potrzebną do krystalizacji określonej substancji?
5. Dlaczego niekiedy podczas krystalizacji dodawany jest węgiel aktywny?
6. Dlaczego w przypadku krystalizacji z rozpuszczalników organicznych proces rozpuszczania prowadzi się pod chłodnicą zwrotną?
7. Jakich zasad bhp należy przestrzegać podczas krystalizacji z rozpuszczalników palnych?

### 4.11.3. Ćwiczenia

#### Ćwiczenie 1

Oczyść 5 g kwasu benzoowego.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) odczytać z Kalendarza chemicznego rozpuszczalność kwasu benzoowego w wodzie zimnej i gorącej,
- 2) obliczyć ilość wody potrzebnej do sporządzenia nasyconego roztworu kwasu w gorącej wodzie,
- 3) zaplanować sprzęt laboratoryjny,
- 4) zaplanować czynności laboratoryjne,
- 5) przygotować stanowisko pracy,
- 6) przekrystalizować zanieczyszczony kwas według kolejności przedstawionej w materiale informacyjnym,
- 7) stosować przepisy bhp.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- sprzęt szklany,
- waga techniczna i odważniki,
- Kalendarz chemiczny,
- źródło ciepła,
- kwas benzoowy,
- węgiel aktywowany,
- sączi.

#### Ćwiczenie 2

Oczyść 2 g m-dinitrobenzenu. Jako rozpuszczalnika użyj alkoholu etylowego.

Sposób wykonania ćwiczenia



- Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:
- 1) oznaczyć rozpuszczalność substancji:
    - odważyć 0,5 g substancji,
    - dodawać z biurety do probówki taką ilość alkoholu, aby substancja się rozpuściła
    - ogrzewać na łaźni wodnej (temperatura 80°C),
    - obliczyć rozpuszczalność znając ilość dodanego alkoholu,
  - 2) zmontować zestaw do ogrzewania pod chłodnicą zwrotną,
  - 3) obliczyć ilość alkoholu niezbędną do oczyszczenia 2 g substancji,
  - 4) odważyć 2 g substancji i wsypać do kolby kulistej,
  - 5) wrzucić porcelankę i dodać odmierzony alkohol,
  - 6) kolbę zakryć chłodnicą zwrotną,
  - 7) podłączyć wodę do chłodnicy,
  - 8) ogrzewać w czaszy grzewczej 5–15 minut (łagodne wrzenie),
  - 9) przygotować zestaw do sączenia pod próżnią,
  - 10) gorący roztwór szybko przesączyć,
  - 11) przesącz pozostawić do krystalizacji,
  - 12) wydzielone kryształy odsączyć i wysuszyć w krystalizatorze,
  - 13) zważyć i obliczyć wydajność,
  - 14) rozpuszczalnik wlać do butelki i pozostawić do regeneracji (nakleić etykietę).
  - 15) podczas wykonywania ćwiczenia stosować zasady bezpiecznej pracy.

- Wyposażenie stanowiska pracy:
- sprzęt szklany,
  - waga i odważniki,
  - czasza grzewcza,
  - zestaw do ogrzewania pod chłodnicą zwrotną,
  - sprzęt metalowy,
  - zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem,
  - substancja oczyszczana i rozpuszczalnik.

#### 4.11.4. Sprawdzian postępów

<b>Czy potrafisz:</b>	Tak	Nie
1) odczytać z Kalendarza chemicznego rozpuszczalność substancji?	..	..
2) dobrać rozpuszczalnik do krystalizacji?	..	..
3) obliczyć ilość rozpuszczalnika do krystalizacji?	..	..
4) odbarwić roztwór zabarwiony podczas krystalizacji?	..	..
5) dobrać sposób krystalizacji?	..	..
6) dobrać źródło ogrzewania?	..	..
7) zastosować zasady bezpiecznej pracy podczas krystalizacji z rozpuszczalnikiem palnym?	..	..
8) obliczyć wydajność krystalizacji?	..	..

## 4.12. Rozdzielanie mieszanin jednorodnych - sublimacja

### 4.12.1. Materiał nauczania

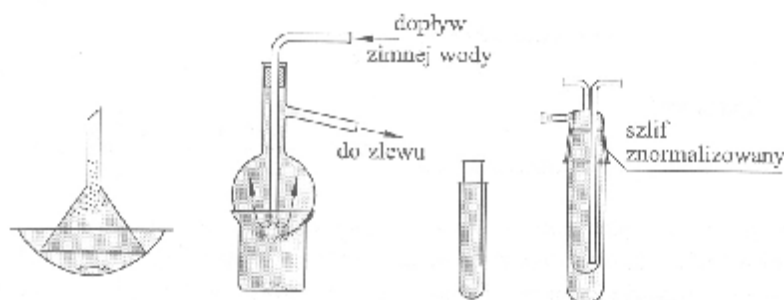
Większość ciał stałych ulega stopieniu podczas ogrzewania, a przy dalszym ogrzewaniu zaczyna wrzeć i przechodzi w stan pary. Tylko niektóre substancje stałe przechodzą od razu w stan pary, z pominięciem fazy ciekłej i są to między innymi: jod, naftalen, bezwodnik ftalowy. Przemianę fazową ciała stałego w parę nazywa się sublimacją.

Substancje wykazujące zdolność do sublimacji charakteryzują się tym, że mają wysoką prężność par i w temperaturach niższych od temperatury topnienia prężność ich par uzyskuje wartość ciśnienia atmosferycznego. Temperaturę, w której prężność par przed stopieniem substancji, uzyskuje wartość ciśnienia atmosferycznego, nazywa się temperaturą sublimacji.

Proces sublimacji można przyspieszyć, podwyższając temperaturę i obniżając ciśnienie. Podczas sublimacji cząsteczki odrywają się od powierzchni ciała stałego i przemieszczają się w przestrzeni. Aby mogły się one oddalić, muszą pokonać opór powietrza. Ich energia musi być co najmniej równa energii cząsteczek powietrza. Jeżeli za pomocą pompy próżniowej usunie się część powietrza, to wtedy jego opór się zmniejszy i cząsteczki o mniejszej energii będą mogły odrywać się od ciała stałego. Energia cząsteczek zależy m.in. od ciepła, jakie im zostanie dostarczone. Im niższe jest ciśnienie zewnętrzne, tym niższa temperatura sublimacji. Proces odwrotny do sublimacji, czyli przejście par w stan stały z pominięciem fazy ciekłej, nazywa się resublimacją. Procesy sublimacji i resublimacji są wykorzystywane do oczyszczania substancji stałych i przeprowadza się je w następujących etapach:

- ogrzewanie ciała stałego do temperatury niższej od temperatury topnienia,
- oziębianie par w celu ponownego zestalenia w ciało stałe.
- zestawy do sublimacji są konstruowane w różny sposób. Podstawowymi elementami niezbędnymi przy ich montowaniu są:
- zbiornik do ogrzewania substancji stałej. Jako zbiorniki można stosować wszystkie naczynia służące do ogrzewania: parowniczkę, tygla, zlewki, kolby,
- odbieralnik par z chłodzeniem.

Jako odbieralniki par mogą być używane: szkiełka zegarkowe, lejki, kolbki. Obydwa elementy muszą być szczelnie połączone, aby pary nie ulatniały się na zewnątrz. Zestawy montowane z takich elementów stanowią proste konstrukcje, służące do sublimacji niewielkich ilości substancji, przy założeniu niewysokiej wydajności procesu. Przykłady prostych zestawów do wykonania sublimacji przedstawia rysunek 17. Przeprowadzenie sublimacji na skalę preparatywną wymaga użycia starannie zestawionej aparatury.



Rys. 17. Proste zestawy do wykonania sublimacji [1]

Prowadzenie rozdzielania substancji przez sublimację wymaga bardzo szczelnego zestawu aparatury. Tylko niewielka liczba substancji sublimuje w takich warunkach, że operacja jest opłacalna. Metodą sublimacji otrzymuje się bardzo czyste produkty.

#### 4.12.2. Pytania sprawdzające

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczenia.

1. Na czym polega proces sublimacji?
2. Jakie cechy wykazują substancje ulegające sublimacji?
3. Jakie parametry przyspieszają proces sublimacji?
4. Jakie zastosowanie mają procesy resublimacji?

#### 4.12.3. Ćwiczenia

##### Ćwiczenie 1

Oczyść przez sublimację 2 g jodu.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie powinieneś:

- 1) odczytać z Kalendarza chemicznego temperaturę sublimacji jodu,
- 2) dobrać odpowiedni sprzęt,
- 3) zmontować zestaw zgodnie z rysunkiem 17,
- 4) odważyć 2 g jodu na wadze technicznej,
- 5) umieścić jod w zbiorniku do ogrzewania substancji stałej,
- 6) ogrzewać łagodnie zbiornik,
- 7) ochładzać odbieralnik,
- 8) obserwować proces (zapisać spostrzeżenia),
- 9) zakończyć proces wyłączając ogrzewanie,
- 10) resublimat zważyć na szkiełku zegarkowym i obliczyć wydajność,
- 11) pracować pod włączonym wyciągiem (szkodliwe pary jodu).

Wyposażenie stanowiska pracy:

- waga techniczna z odważnikami,
- zestaw do sublimacji, źródło ciepła,
- sprzęt metalowy,
- jod.

##### Ćwiczenie 2

Oczyść 0,5 g zanieczyszczonego naftalenu, mając do dyspozycji parownicę i lejek.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) odczytać temperaturę topnienia naftalenu z Kalendarza chemicznego,
- 2) zaproponować stanowisko pracy,
- 3) dobrać źródło ogrzewania,
- 4) dobrać miejsce wykonania ćwiczenia,
- 5) zmontować zestaw do sublimacji,
- 6) przeprowadzić proces sublimacji z zachowaniem przepisów bhp,

- 7) obserwować resublimację,
- 8) zakończyć sublimację, wyłączając ogrzewanie,
- 9) zdjąć lejek zachowując przepisy bhp,
- 10) przenieść substancję z lejka do słoika z etykietą.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- Kalendarz chemiczny,
- dygestorium,
- szkło laboratoryjne,
- źródło ciepła,
- rękawice ochronne,
- naftalen.

### 4.12.3.Sprawdzian postępów

<b>Czy potrafisz:</b>	Tak	Nie
1) scharakteryzować substancje wykazujące zdolność do sublimacji?	..	..
2) rozróżnić proces sublimacji, resublimacji?	..	..
3) zmontować zestaw do wykonania sublimacji?	..	..
4) bezpiecznie przeprowadzić sublimację?	..	..
5) odczytać informacje z Kalendarza chemicznego?	..	..

## 4.13. Rozdzielanie mieszanin jednorodnych – ekstrakcja

### 4.13.1. Materiał nauczania

Ekstrakcja jest to proces rozdzielania składników mieszaniny jednorodnej, polegający na usuwaniu jednego albo kilku składników z roztworu lub ciała stałego za pomocą rozpuszczalnika. Jeżeli ekstrahuje się składniki z ciała stałego, to proces ten nazywa się ługowaniem. Z procesem ługowania mamy do czynienia na co dzień, np. parząc herbatę czy kawę. Na lekcjach biologii jest przeprowadzane ługowanie chlorofilu (barwnika) z zielonych liści za pomocą alkoholu.

Efektywność ługowania zależy od:

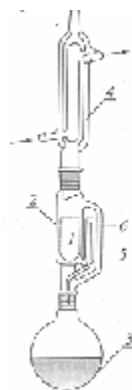
- rozpuszczalności substancji ługowanej w rozpuszczalniku,
- powierzchni wymiany (substancję stałą należy rozdrobnić i układać mieszając),
- doboru rozpuszczalnika (powinien rozpuszczać tylko wyodrębnianą substancję),
- temperatury (najlepsze wyniki uzyskuje się przez ługowanie wrzącym rozpuszczalnikiem).

Przy doborze rozpuszczalnika należy przestrzegać następujących zasad:

- rozpuszczalnik nie może reagować z substancją ługowaną,
- substancja ługowana powinna dobrze rozpuszczać się w rozpuszczalniku,
- rozpuszczalnik powinien mieć w miarę niską temperaturę wrzenia,
- rozpuszczalnik powinien być bezpieczny,
- nietoksyczny, nietworzący z powietrzem mieszaniny wybuchowej i tani.

Najczęściej stosowanymi rozpuszczalnikami są: woda, benzen, chloroform, czterochlorek węgla. Przy doborze rozpuszczalnika należy korzystać z danych zamieszczonych w Poradniku fizykochemicznym.

Ługowanie może być prowadzone metodą okresową lub ciągłą oraz przy przepływie współprądowym lub przeciwprądowym składników. Przykładem ługowania okresowego jest wytrząsanie ciała stałego z rozpuszczalnikiem w kolbie stożkowej. Najlepsze efekty ługowania uzyskuje się podczas kilkukrotnego ługowania małymi, świeżymi porcjami rozpuszczalnika. Ługowanie w sposób ciągły prowadzi się w aparacie Soxhleta (rys. 18).



**Rys. 18.** Aparat Soxhleta: 1 – gilza, 2 – ekstraktor, 3 – kolba kulista, 4 – chłodnica, 5 – rurka boczna, 6 – rurka przelewową [1]

Konstrukcja tego urządzenia zapewnia dopływ czystego rozpuszczalnika do ekstrahowanej próbki i odpływ rozpuszczonego w rozpuszczalniku składnika w sposób ciągły.

Po wyodrębnieniu ługowanego składnika z roztworu (np. przez odparowanie rozpuszczalnika) można określić jego masę i na tej podstawie określić zawartość m.in. tłuszczu w nasionach czy sacharozy w burakach cukrowych.

W celu przeprowadzenia operacji ługowania sacharozy z buraka cukrowego w aparacie Soxhleta należy:

1. Zważyć czystą i suchą kolbę (3) z porcelanką na wadze technicznej.
2. Odważyć próbkę suchego, rozdrobnionego buraka cukrowego, wsypać do gilzy (1) i przykryć watą.
3. Umieścić gilzę w ekstraktorze (2).
4. Zmontować zestaw według rysunku 18.
5. Wlać do ekstraktora taką ilość rozpuszczalnika (wody), aby spłynął rurką przelewową, a następnie wlać dodatkowo ilość odpowiadającą połowie objętości ekstraktora.
6. Złożyć chłodnicę, doprowadzić do niej wodę chłodzącą i ogrzewać kolbę tak długo, aż rozpuszczalnik z substancją ługowaną przeleje się pięciokrotnie.
7. Po zakończeniu ługowania wyłączyć ogrzewanie, ochłodzić aparat, zdjąć chłodnicę i wyjąć gilzę.
8. Ponownie zmontować zestaw i ogrzewać zawartość kolby w celu całkowitego oddestylowania wody.
9. Kolbę ochłodzoną do temperatury pokojowej zważyć na wadze technicznej.
10. Obliczyć procentową zawartość sacharozy według wzoru:

$$X = \frac{m_2 - m_1}{m_p} 100\%$$

w którym:

$m_1$  – masa kolby z porcelanką,

$m_2$  – masa kolby z sacharozą i porcelanką po ługowaniu,

$m_p$  – masa ługowanej próbki.

### **Ekstrakcja składnika z cieczy**

Rozpuszczalnik (ekstrahent) stosowany w ekstrakcji cieczy powinien mieć następujące właściwości:

- rozpuszczać tylko składnik ekstrahowany,
- charakteryzować się niską temperaturą wrzenia,
- wykazywać dużą różnicę gęstości w stosunku do surówki i rafinatu,
- nie tworzyć emulsji z surówką.

Ekstrakcję można prowadzić metodą okresową lub ciągłą. Najprostszym urządzeniem do ekstrakcji okresowej jest rozdzielacz zamknięty doszlifowanym korkiem.

Podczas używania rozdzielacza należy przestrzegać następujących zasad:

- rozdzielacz musi być czysty i ściśle zamknięty,
- kranik ma być nasmarowany tak, aby łatwo się obracał,
- przy rozdzielaniu cieczy, które nie mieszają się z wodą, rozdzielacz musi być suchy,
- ciecze nalewa się do rozdzielacza w taki sposób, aby nie zwilżyć szyjki (przez otwór w szyjce może ciecz wypryskiwać),
- rozdzielacz zamyka się korkiem tak, aby otwór w szyjce był zasłonięty,
- zawartość rozdzielacza miesza się przez wytrząsanie;

- rozdzielacz odstawia się i umieszcza w odpowiednim kółku lub łapie metalowej statywu, czekając na wyraźne rozdzielenie się faz,
- po rozdzieleniu faz korek obraca się w taki sposób, aby ciśnienie wewnątrz wyrównało się z ciśnieniem atmosferycznym,
- odkręca się kranik i zbiera dolną warstwę cieczy do odbieralnika.

Ciecz powinna tak spłynąć, aby w nóżce została górna warstwa cieczy.

W celu przeprowadzenia ekstrakcji okresowej należy:

1. Wlać do rozdzielacza surówkę i ekstrahent, w takich ilościach, aby zajęły one 2/3 jego pojemności.
2. Wytrząsać zawartość rozdzielacza przez kilka minut.
3. Zamontować rozdzielacz na statywie i pozostawić do rozdzielania się warstw.
4. Spuścić dolną warstwę cieczy do naczynia.
5. Powtarzać ekstrakcję kilkakrotnie, nowymi porcjami rozpuszczalnika.
6. Koniec ekstrakcji sprawdzać, odparowując kilka kropel ekstraktu - na szkiełku zegarkowym nie powinna pojawić się sucha pozostałość.
7. Zregenerować rozpuszczalnik z ekstraktu przez destylację.

#### 4.13.2. Pytania sprawdzające

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczeń.

1. Na czym polega proces ekstrakcji?
2. Jakie czynniki wpływają na efektywność ługowania?
3. Jakimi metodami może być prowadzony proces ługowania?
4. W jakim aparacie prowadzi się ługowanie w sposób ciągły?
5. Jakie urządzenie zastosujesz do ekstrakcji okresowej cieczy – ciecz?

#### 4.13.3. Ćwiczenia

##### Ćwiczenie 1

Przeprowadź proces ługowania cukru z 10 g buraka cukrowego, stosując aparat Soxhleta.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) zaplanować sprzęt szklany i metalowy,
- 2) zaprojektować stanowisko pracy,
- 3) zapoznać się z instrukcją prowadzenia operacji ługowania,
- 4) zaplanować czynności,
- 5) wykonać ługowanie zgodnie z instrukcją zawartą w materiale,
- 6) zastosować zasady bezpiecznej pracy.

Wyposażenie stanowiska pracy;

- aparat Soxhleta,
- sprzęt metalowy,
- bibuła, wata,
- waga techniczna z odważnikami,
- burak cukrowy.

## Ćwiczenie 2

Przeprowadź ekstrakcję soli kobaltu z wodnego roztworu alkoholem amyłowym.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) odczytać w Kalendarzu chemicznym temperaturę wrzenia i gęstość alkoholu amyłowego,
- 2) zorganizować stanowisko pracy,
- 3) odmierzyć 3 cm<sup>3</sup> roztworu soli kobaltu, wlać do zlewki i dodać 6 cm<sup>3</sup> wodnego roztworu izotiocyanku amonu,
- 4) dokonać konserwacji rozdzielacza (posmarować szlify smarem),
- 5) wymieszać roztwór i przelać do rozdzielacza,
- 6) dodawać porcje, po 10 cm<sup>3</sup> alkoholu amyłowego i wytrząsać,
- 7) zamontować rozdzielacz na statywie i pozostawić do rozdzielania warstw,
- 8) spuścić dolną warstwę do butelki,
- 9) powtarzać ekstrakcję kilkakrotnie nową porcją rozpuszczalnika,
- 10) zakończyć proces ekstrakcji po odbarwieniu warstwy wodnej,
- 11) pozostawić ekstrakt do regeneracji rozpuszczalnika.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- sprzęt szklany,
- sprzęt metalowy,
- odczynniki chemiczne.

### 4.13.4. Sprawdzian postępów

Czy potrafisz:	Tak	Nie
1) dobrać urządzenie do ekstrakcji w układzie ciecz – ciecz?	..	..
2) dobrać rozpuszczalnik do ekstrahowanej substancji?	..	..
3) zmontować zestaw do ekstrakcji okresowej?	..	..
4) zmontować zestaw do ługowania składnika ?	..	..
5) przeprowadzić proces ługowania?	..	..
6) dobrać sposób ogrzewania do procesu ekstrakcji?	..	..
7) obliczać zawartość procentową wyługowanego składnika?	..	..
8) postępować z substancjami szkodliwymi?	..	..
9) stosować zasady bezpiecznej pracy podczas ekstrakcji?	..	..



## 4.14. Rozdzielanie mieszanin jednorodnych – destylacja

### 4.14.1. Materiał nauczania

Destylacja jest operacją najczęściej stosowaną do oczyszczania substancji ciekłych lub rozdzielania mieszanin ciekłych o dużej różnicy temperatur wrzenia. Podstawą rozdzielenia składników mieszaniny cieczy przez destylację jest ich lotność. Ciecze muszą się różnić lotnością, a więc temperaturą wrzenia. Im ta różnica jest większa, tym lepiej można rozdzielić ciecze. Przy małej różnicy temperatur wrzenia dokładne rozdzielanie cieczy przez destylację prostą jest niemożliwe.

Destylacja polega na przeprowadzeniu cieczy, w temperaturze wrzenia, w stan pary, a następnie skropleniu tych par. W stan pary przechodzi czysta ciecz, domieszki zaś pozostają w stanie ciekłym. Niekiedy, gdy zanieczyszczenia mają temperaturę wrzenia niższą od temperatury wrzenia cieczy oczyszczanej, to oddestylowuje się zanieczyszczenia - składnik bardziej lotny będzie odparowywał w niższej temperaturze.

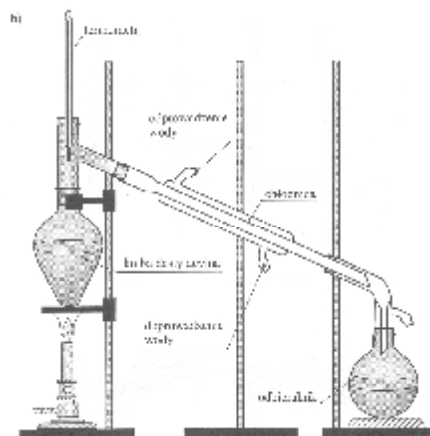
Temperatura wrzenia jest to temperatura, w której prężność par substancji nad mieszaniną osiąga wartość ciśnienia atmosferycznego. Ciecze czyste – jednorodne, mają stałą temperaturę wrzenia przy stałym ciśnieniu. Wartości temperatur wrzenia można znaleźć w Kalendarzu chemicznym, są one podawane w odniesieniu do ciśnienia normalnego (1013,25 hPa). W praktyce okazuje się, że jeżeli zmierzona temperatura wrzenia różni się od 1°C do 2°C od temperatury podanej w literaturze, to znaczy, że substancja nie jest idealnie czysta.

Podstawowym rodzajem destylacji jest destylacja prosta.

Podczas prowadzenia destylacji należy ogrzewać ciecz w zestawie destylacyjnym i kontrolować wzrost temperatury, aż do osiągnięcia stanu wrzenia – pęcherzyki pary zaczynają się wytwarzać w całej objętości, ciecz zaczyna wrzeć. Pomimo dalszego dostarczania ciepła temperatura nie wzrasta. Wydzielające się pary, przechodzą do chłodnicy, w której ulegają oziębieniu i skropleniu. Skropliny wypływające z chłodnicy stanowią destylat. Odbierany destylat zbiera się w trzech frakcjach:

- przedgon (zawiera łatwo lotne zanieczyszczenia) – do ustalenia się oczekiwanej temperatury,
- frakcję główną (czysta substancja o temperaturze wrzenia zgodnej z danymi literaturowymi) przez czas utrzymywania się stałej temperatury,
- pogon (zawiera niewielkie ilości zanieczyszczeń mniej lotnych od frakcji głównej).

W przypadku rozdzielania mieszaniny, np. dwóch cieczy, otrzymujemy dwie główne frakcje, zbierane w oddzielnych odbieralnikach. Zestaw do destylacji prostej przedstawia rysunek 19.



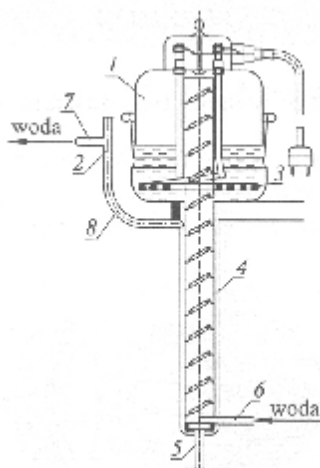
Rys. 19. Aparatura do destylacji prostej [1]

Podczas montażu i prowadzenia destylacji należy:

- wypełnić kolbę destylacyjną cieczą maksymalnie do 2/3 pojemności, większa ilość może spowodować przerzucenie cieczy z kolby destylacyjnej do odbieralnika,
- sprawdzony i dobrany do przewidywanego zakresu temperatury termometr umieścić w taki sposób, aby kulka z cieczą termometryczną znajdowała się na wysokości dolnego poziomu rurki odprowadzającej pary z kolby destylacyjnej.
- zabezpieczyć ciecz przed przegrzaniem (rzucić do kolby destylacyjnej kamyczki wrzenne, które podczas ogrzewania wydzielają drobne pęcherzyki gazu),
- dobrać chłodnicę i czynnik oziębiający stosownie do temperatury wrzenia cieczy (od 30 do 120°C chłodzić wodą, a powyżej 120°C stosować chłodnicę powietrzną),
- sprawdzić szczelność aparatury, a następnie jej wnętrze połączyć z atmosferą,
- dobrać odpowiedni sposób ogrzewania (ciecze palne na odpowiednich łaźniach),
- szybkość destylacji ustalić na 1 – 3 krople destylatu na minutę,
- zbierać frakcje do odbieralników,
- zakończyć destylację przed całkowitym odparowaniem cieczy.

Destylacja prosta jest stosowana do oczyszczania cieczy tylko przy dużej różnicy lotności jej składników. Destylacja jest operacją wymagającą bardzo dokładnego ustawienia aparatury i przestrzegania właściwych warunków pracy. Zestaw z destylującą cieczą musi być pod stałą kontrolą. Aparatura po skończonej destylacji i lekkim ochłodzeniu musi być rozmontowana i natychmiast umyta.

Destylarki służą do otrzymywania wody destylowanej. Budowę destylarki elektrycznej przedstawia rysunek 20.



**Rys. 20.** Destylarka elektryczna: 1 – zbiornik, 2 – przelew, 3 – grzejnik, 4 – chłodnica, 5 – odpływ wody destylowanej, 6 – dopływ zimnej wody, 7 – odpływ wody chłodzącej, 8 – kolano rury odprowadzającej wodę destylowaną [1]

Zasada działania destylarki polega na przeprowadzeniu wody wodociągowej w stan pary, a następnie na jej skropleniu.

Obsługa destylarki

- sprawdzić stan techniczny destylarki,
- odkręcić kurek dopływu wody do destylarki – po osiągnięciu żądanego poziomu wody w aparacie woda spływa do zlewu,
- włączyć destylarkę do sieci elektrycznej oraz obwód grzejny – zapala się lampka kontrolna,
- pierwszą porcję wody destylowanej zbierać do oddzielnego naczynia,
- kończąc destylację, wyłączyć najpierw ogrzewanie, a po spłynięciu ostatniej kropli destylatu zamknąć dopływ wody.

Do prac analitycznych stosuje się wodę dwukrotnie destylowaną (woda redestylowana).

## 4.14.2. Pytania sprawdzające

Odpowiadając na pytania, sprawdzisz, czy jesteś przygotowany do wykonania ćwiczeń.

1. Jakie mieszaniny można rozdzielać stosując destylację?
2. Jakie frakcje można wyodrębnić podczas destylacji?
3. Jaką chłodnicę należy zastosować do destylacji cieczy powyżej 120<sup>0</sup>C?
4. Czym różni się woda destylowana od redestylowanej?
5. Jak należy umieścić termometr w kolbie destylacyjnej?

## 4.14.3. Ćwiczenia

### Ćwiczenie 1

Otrzymaj 1 dm<sup>3</sup> wody destylowanej w destylarce.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) zapoznać się z budową destylarki,
- 2) zapoznać się z obsługą destylarki,
- 3) sprawdzić stan techniczny destylarki,
- 4) uruchomić destylarkę zgodnie z obsługą, zachowując przepisy bhp,
- 5) odbierać pierwszą porcję wody do oddzielnego naczynia,
- 6) zebrać 1 dm<sup>3</sup> wody destylowanej do butli odpowiednio oznakowanej,
- 7) wyłączyć ogrzewanie,
- 8) zamknąć dopływ wody po spłynięciu ostatniej kropli destylatu.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- instrukcja obsługi destylarki
- destylarka elektryczna,
- butla do wody.

### Ćwiczenie 2

Zmontuj zestaw do destylacji prostej.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie powinieneś:

- 1) zapoznać się z rysunkiem przedstawiającym zestaw do destylacji prostej,
- 2) dobrać sprzęt laboratoryjny do montażu zestawu,
- 3) zorganizować stanowisko pracy,
- 4) zapoznać się z instrukcją montażu zestawu do destylacji prostej,
- 5) sprawdzić stan sprzętu do montażu ,
- 6) posmarować złącza szlifowe smarem,
- 7) zmontować zestaw do destylacji prostej.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- sprzęt szklany,
- sprzęt metalowy,
- węże,
- termometr,
- smar.

### Ćwiczenie 3

Przeprowadź regenerację rozpuszczalników metodą destylacji.

Sposób wykonania ćwiczenia

Aby wykonać ćwiczenie, powinieneś:

- 1) zmontować zestaw do destylacji prostej,
- 2) zapoznać się z instrukcją prowadzenia destylacji i zasadami bezpiecznej pracy,
- 3) sprawdzić szczelność połączeń aparatury do destylacji,
- 4) dobrać źródło ciepła,
- 5) odmierzyć regenerowany rozpuszczalnik,
- 6) wlać rozpuszczalnik do kolby (2/3 pojemności),
- 7) wrzucić do kolby kamyki wrzenne,
- 8) umieścić prawidłowo termometr w kolbie,
- 9) włączyć ogrzewanie,
- 10) zebrać frakcję główną w stałej temperaturze zgodnej z temperaturą wrzenia czystej substancji,
- 11) zakończyć destylację, odłączyć źródło ogrzewania,
- 12) zestaw ostudzić,
- 13) zamknąć dopływ wody chłodzącej,
- 14) rozmontować zestaw,
- 15) zebraną frakcję główną wlać do oznakowanej butelki pod wyciągiem,
- 16) umyć elementy zestawu.

Wyposażenie stanowiska pracy:

- zestaw do destylacji prostej,
- źródło ogrzewania,
- regenerowany rozpuszczalnik,
- kamyki wrzenne,
- oznakowana butelka.

#### 4.14.4. Sprawdzenie postępów

Czy potrafisz:	Tak	Nie
1) obsłużyć destylarkę zgodnie z zasadami bezpiecznej pracy?	..	..
2) dobrać sprzęt laboratoryjny do montażu zestawu do destylacji?	..	..
3) dobrać sposób ogrzewania substancji palnych?	..	..
4) zmontować zestaw do destylacji?	..	..
5) przeprowadzić regenerację rozpuszczalnika metodą destylacji z zachowaniem przepisów bhp?	..	..
6) zdemontować zestaw do regeneracji?	..	..
7) umyć szkło laboratoryjne po destylacji?	..	..
8) zabezpieczyć szlify?	..	..

## **5. SPRAWDZIAN OSIĄGNIĘĆ**

### **INSTRUKCJA DLA UCZNI**

1. Przeczytaj uważnie instrukcję.
2. Podpisz imieniem i nazwiskiem kartę odpowiedzi.
3. Zapoznaj się z zestawem pytań testowych.
4. Tyko jedna odpowiedź jest prawidłowa
5. Prawidłową odpowiedź zaznacz X.
6. Jeśli się pomylisz, zaznacz kółkiem i wstaw X przy poprawnej.
7. Pracuj samodzielnie.

Powodzenia

## ZESTAW ZADAŃ TESTOWYCH

1. Do sprzętu szklanego, miarowego zalicza się:
  - a) zlewkę,
  - b) cylinder,
  - c) kolbę stożkową,
  - d) naczynko wagowe.
2. Gorącą wodą nie można myć:
  - a) zlewki,
  - b) szkiełka zegarkowego,
  - c) kolby stożkowej,
  - d) kolby miarowej.
3. 70 cm<sup>3</sup> wody należy odmierzyć w cylindrze o pojemności:
  - a) 100 cm<sup>3</sup>,
  - b) 250 cm<sup>3</sup>,
  - c) 500 cm<sup>3</sup>,
  - d) 1 dm<sup>3</sup>.
4. Proces oddzielania osadu od roztworu zachodzi najszybciej podczas:
  - a) sączenia na sączku zwykłym,
  - b) sączenia na sączku karbowanym,
  - c) sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem,
  - d) wirowania.
5. Płonącego urządzenia elektrycznego, znajdującego się pod napięciem nie wolno gasić:
  - a) piaskiem,
  - b) wodą,
  - c) kocem,
  - d) gaśnicą śniegową.
6. W przypadku porażenia prądem elektrycznym, w pierwszej kolejności należy:
  - a) zapewnić dopływ świeżego powietrza,
  - b) przerwać dopływ prądu do uszkodzonego,
  - c) założyć jałowy opatrunek,
  - d) zapewnić pomoc lekarską.
7. Przed przystąpieniem do pracy z substancją niebezpieczną należy zapoznać się z jej właściwościami i zagrożeniami na podstawie:
  - a) Kalendarza chemicznego,
  - b) podręcznika,
  - c) Poradnika chemicznego,
  - d) karty charakterystyki substancji niebezpiecznej.
8. Symbol C z odpowiednim znakiem ostrzegawczym na opakowaniu substancji oznacza, że jest to substancja żrąca, które określenie zagrożenia on podaje:
  - a) powoduje poważne oparzenia,
  - b) substancja wysoce łatwo palna,
  - c) działa szkodliwie na drogi oddechowe,
  - d) reaguje gwałtownie z wodą.

9. Środki ochrony osobistej należy stosować podczas pracy z:
- cieczkami bezpiecznymi,
  - stężonymi kwasami, stężonymi zasadami,
  - substancjami bezpiecznymi,
  - odmierzania wody.
10. Do ogrzewania cieczy palnej nie wolno używać:
- maszynki elektrycznej,
  - łaźni wodnej,
  - czaszy grzewczej,
  - palnika.
11. Dobry rozpuszczalnik stosowany do krystalizacji powinien:
- reagować z substancją,
  - dobrze rozpuszczać substancję oczyszczaną na gorąco, a słabo na zimno,
  - ulegać rozkładowi w wyższej temperaturze,
  - dobrze rozpuszczać zanieczyszczenia.
12. Proces sublimacji przeprowadza się:
- w szczelnej aparaturze do oczyszczenia substancji sublimującej,
  - w otwartych naczyniach dla każdej substancji,
  - w szczelnej aparaturze do oczyszczania cieczy,
  - w otwartych naczyniach do oczyszczania cieczy.
13. Przed przystąpieniem do procesu destylacji nie należy:
- wrzucić kamyki wrzenne,
  - sprawdzić szczelność aparatury,
  - wypełnić kolbę destylowaną cieczą do pełna,
  - dobrać odpowiedni sposób ogrzewania.
14. Do sporządzenia 200 g roztworu NaCl o stężeniu 5% należy użyć:
- 10 g NaCl i 200 g wody,
  - 10 g NaCl i 190 cm<sup>3</sup> wody,
  - 20 g NaCl i 180 cm<sup>3</sup> wody,
  - 5 g NaCl i 200 g wody.
15. W celu prawidłowego sporządzenia roztworu o określonym stężeniu molowym należy:
- obliczyć potrzebną ilość substancji, sporządzić odważkę, wsypać do zlewki i dodać obliczoną ilość wody,
  - obliczyć potrzebną ilość substancji, sporządzić odważkę, wsypać do cylindra i uzupełnić wodą do żądanej objętości,
  - obliczyć potrzebną ilość substancji, sporządzić odważkę na wadze analitycznej, przenieść ilościowo do kolby miarowej i uzupełnić wodą do kreski,
  - obliczyć potrzebną ilość substancji, sporządzić odważkę na wadze technicznej, wsypać do kolby miarowej i uzupełnić wodą do kreski.
16. Regenerację rozpuszczalników przeprowadza się z zastosowaniem:
- zestawu do sączenia,
  - zestawu do destylacji,
  - zestawu do sublimacji,
  - zestawu do krystalizacji.

17. Na wadze technicznej można zważyć substancję z dokładnością:
- 5 g,
  - 1 g,
  - 0,1 mg,
  - 10 mg.
18. Na szalce wagi technicznej umieszczono odważniki: 10 g, 5 g, 500 mg, 100 mg, 2 g, 50 mg, masa wszystkich odważników wynosi:
- 15, 65 g,
  - 17, 55 g
  - 17,65 g,
  - 15,60 g.
19. Proces ługowania w sposób ciągły przeprowadza się w:
- aparacie Soxhleta,
  - rozdzielaczu z korkiem,
  - zlewce,
  - cylinrze.
20. Dobry rozpuszczalnik stosowany do ekstrakcji z ciecchy powinien:
- charakteryzować się wysoką temperaturą wrzenia,
  - tworzyć emulsję z surówką,
  - wykazywać się małą różnicą gęstości w stosunku do surówki i rafinatu,
  - rozpuszczać tylko składnik ekstrahowany.



## KARTA ODPOWIEDZI

Imię i nazwisko.....

### Wykonywanie podstawowych czynności laboratoryjnych 311[31].O1.01

Zakreśl poprawną odpowiedź, wpisz brakujące części zdania lub wykonaj rysunek.

Nr zadania	Odpowiedź				Punkty
1.	a	b	c	d	
2.	a	b	c	d	
3.	a	b	c	d	
4.	a	b	c	d	
5.	a	b	c	d	
6.	a	b	c	d	
7.	a	b	c	d	
8.	a	b	c	d	
9.	a	b	c	d	
10.	a	b	c	d	
11.	a	b	c	d	
12.	a	b	c	d	
13.	a	b	c	d	
14.	a	b	c	d	
15.	a	b	c	d	
16.	a	b	c	d	
17.	a	b	c	d	
18.	a	b	c	d	
19.	a	b	c	d	
20.	a	b	c	d	
<b>Razem:</b>					

## 6. LITERATURA

1. Klepaczko-Filipiak B., Jakubiak Z., Wulkiewicz U.: Badania chemiczne. Technika pracy laboratoryjnej. WSiP, Warszawa 1998
2. Klepaczko-Filipiak B.: Badania chemiczne. Analiza ilościowa substancji. WSiP, Warszawa 1998
3. Kupryszewski G.: Podstawowe zasady bezpiecznej pracy w laboratorium chemicznym. Wydawnictwo Gdańskie, Gdańsk 1998
4. Modzelewski M., Woliński J.: Pracownia chemiczna. Technika laboratoryjna. WSiP, Warszawa 1996.