

## Ćwiczenia laboratoryjne I

### Podstawowe techniki pracy laboratoryjnej i analitycznej.

**Ćwiczenie 1:** Wytrącanie, dekantacja, filtracja, wirowanie.

**A.** Przeprowadzić reakcje wytrącania osadów w czterech oddzielnych probówkach:

1. dodaj około  $1,5 \text{ cm}^3$  roztworu  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  i tyle samo  $(\text{NH}_4)_2[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ ;
2. dodaj około  $1,5 \text{ cm}^3$  roztworu  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$  i  $1,5 \text{ cm}^3$  stężonego roztworu amoniaku;
3. dodaj około  $1,5 \text{ cm}^3$  roztworu  $\text{FeCl}_3$  i  $1,5 \text{ cm}^3$  roztworu wodorotlenku sodu;
4. dodaj około  $1,5 \text{ cm}^3$  roztworu  $\text{AgNO}_3$  i  $1,5 \text{ cm}^3$  roztworu kwasu solnego  $\text{HCl}$  (3M).

Probówki zachowaj do ćw. 1B. Zapisz obserwacje i równania zachodzących reakcji. Określ jakiego typu są otrzymane osady? (krystaliczny, serowaty, galaretowaty, kłaczkowaty)

Probówka	1	2	3	4
Obserwacje:				

Równania reakcji:

1.

2.

3.

4.

**B. Oddziel osad od roztworu stosując do probówki:**

1. dekantację – zlać ciecz z nad odstanego osadu powolnym ruchem jednostajnym, aby nie zmieszać oddzielanych substancji, można też wyssać roztwór z nad osadu za pomocą pipetki;

2. wirowanie – umieścić rozdzielaną mieszaninę w probówce wirówkowej i zrównoważyć ją z drugą probówką wirówkową na wadze, następnie umieścić symetrycznie w wirówce elektrycznej obie probówki i włączyć wirowanie. Wyjąć z urządzenia probówkę i zdekantować w celu rozdzielania osadu od roztworu.

3. filtrację (sączenie) – dobrać odpowiedniej wielkości sączonek bibułowy do lejka szklanego, sączonek składa się na cztery części i umieszcza w lejku, następnie zwilża się bibułkę wodą destylowaną i układa tak by ściśle przylegał do lejka, nóżkę lejka umieszcza się w naczyniu (probówce, zlewce itp.), do którego zostanie zebrany przesącz. Do tak przygotowanego zestawu wlewa się do lejka mieszaninę rozdzielaną.

4. Zaproponuj i przeprowadź najlepszy znany ci sposób rozdziału osadu od roztworu.

Narysuj zestaw do sączenia:

**C.** W każdym z przesączów sprawdź całkowitą wytrącenia osadu. W tym celu do każdego przesączu dodaj kilka kropeł odczynnika strącającego i obserwuj czy powstaje osad. Który z osadów nie został wytrącony całkowicie?

**Ćwiczenie 2:** Krystalizacja.

**A.**

- Przygotuj w zlewce 60 cm<sup>3</sup> nasyconego roztworu jednej z substancji: CuSO<sub>4</sub>, NaCl, kwasu cytrynowego, soli Mohra (45,85 g - (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 17,71g - FeSO<sub>4</sub>+ kilka kropeł H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> do pH ~2) lub alunu (38,7 g - Al<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>+ 10,13 g K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>+1,76 g CrCl<sub>3</sub>). W celu lepszego rozpuszczania soli roztwór możesz lekko podgrzać i mieszać. Po ostudzeniu roztwór należy przesączyć.
- Następnie przygotuj zawieszony na nitce do patyczka kryształek wybranej substancji (CuSO<sub>4</sub>, NaCl, kwasu cytrynowego, soli Mohra lub alunu) tak zwany zarodnik. Możesz go przywiązać lub przykleić. Umieść kryształek w nasyconym roztworze opierając patyczek o brzegi zlewki i odstaw na kilka tygodni.

Zapisz obserwacje:

Po zakończonym ćwiczeniu kryształki soli umieść w odpowiednim pojemniku.

**B.**

- Wlać do zlewki 20 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i umieścić ją na płycie grzejnej
- odważyć 60 g CH<sub>3</sub>COONa i dodawać porcjami do zlewki cały czas mieszając, aż do całkowitego rozpuszczenia soli
- zlewkę zestawić z płyty grzejnej i pozostawić do wystudzenia
- do roztworu włożyć bagietkę z drobkami octanu sodu lub wrzucić kryształek CH<sub>3</sub>COONa

Opisać obserwacje i wnioski. Jakie inne sposoby mogą zapoczątkować proces krystalizacji?

Po skończonym ćwiczeniu kryształy CH<sub>3</sub>COONa umieść w pojemniku.

**C.**

- Do dwóch probówek wlać 1 cm<sup>3</sup> 0,01 M roztworu KI i 1 cm<sup>3</sup> 0,125 M roztworu Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>
- powstały osad oddzielić od roztworu
- do osadu z pierwszej probówki dodać 3 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i ogrzewać w łaźni wodnej do całkowitego rozpuszczenia (od czasu do czasu mieszaj bagietką)
- do drugiej probówki z osadem dodać 3 cm<sup>3</sup> 6 M CH<sub>3</sub>COOH i ogrzać do rozpuszczenia osadu (od czasu do czasu mieszaj bagietką)
- następnie zawartość probówek oziębć

Porównać osady otrzymane po obu krystalizacjach z osadem pierwotnym. Zapisać obserwacje, wnioski i równania zachodzących reakcji chemicznych. Do czego można wykorzystać krystalizację?

Obserwacje i wnioski:

Równania reakcji chemicznych:

Po zakończonym ćwiczeniu sprzęt laboratoryjny umyć i posprzątać stanowisko pracy.

### Ćwiczenie 3: Ekstrakcja.

Przygotowanie mieszaniny do oczyszczania: do zlewki wlać  $10\text{ cm}^3$  roztworu jodu oraz  $10\text{ cm}^3$   $0,01\text{M}$  roztworu  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  i dobrze wymieszać.

#### A. Ekstrakcja jednokrotna.

- Umieścić suchy i czysty rozdzielacz na statywie z pierścieniem i wlać do niego przy użyciu lejka  $10\text{ cm}^3$  wcześniej przygotowanej mieszaniny i  $15\text{ cm}^3$  chloroformu i zamknąć rozdzielacz korkiem.
- Wziąć rozdzielacz w dłonie w taki sposób, aby w lewej dłoni znajdował się zawór, a w prawej korek i przechylić nóżką do góry, podtrzymując korek od dołu otworzyć kran w celu wyrównania ciśnień i zamknąć zawór.
- Trzymając rozdzielacz w tej samej pozycji wstrząsnąć 2-3 razy i ponownie otworzyć kran.
- Procedurę wytrząsania i odpowietrzania powtarzać, aż ciśnienie przestanie wzrastać podczas wytrząsania.
- Energicznie wytrząsać przez około minutę.
- Umieścić rozdzielacz w pierścieniu na statywie i otworzyć górny korek odczekać kilka minut, aż mieszanina w rozdzielaczu rozdzieli się na dwie wyraźnie odseparowane fazy.
- Dolną warstwę zebrać do elenmajerki otwierając kranik, po czym szczelnie zamknąć naczynie i pozostawić do dalszej części ćwiczenia.

#### B. Ekstrakcja wielokrotna.

- Do suchego rozdzielacza (na statywie) wlać pozostały z ćw. 3A roztwór mieszaniny ( $10\text{ cm}^3$ ) i  $5\text{ cm}^3$  chloroformu i zamknąć rozdzielacz korkiem.
- Wziąć rozdzielacz w dłonie i powtórzyć szereg czynności jak w ćw. 3A, wytrząsając energicznie rozdzielacz i pamiętając o wyrównywaniu ciśnienia.
- Umieścić rozdzielacz w pierścieniu na statywie i otworzyć górny korek odczekać kilka minut, aż mieszanina w rozdzielaczu rozdzieli się na dwie wyraźnie odseparowane fazy i dolną warstwę zebrać do elenmajerki otwierając kranik, czynność tą powtórzyć trzy razy, za każdym razem dodając nową czystą porcję chloroformu.
- Każdą frakcję zbierać do podpisanych elenmajerek i pamiętać o ich zamykaniu.

Porównać intensywność zabarwienia w poszczególnych frakcjach, a następnie zlać wszystkie frakcje z ekstrakcji wielokrotnej i porównać zabarwienie z roztworem po ekstrakcji pojedynczej.

Po zakończonym ćwiczeniu sprzęt laboratoryjny umyć i posprzątać stanowisko pracy. Na podstawie obserwacji intensywności zabarwienia poszczególnych frakcji wyciągnąć wnioski odnośnie stężeń ekstrahowanej substancji po ekstrakcji pojedynczej i wielokrotnej. Który sposób przeprowadzenia ekstrakcji jest wydajniejszy? Opisać obserwacje i wnioski z przeprowadzonych doświadczeń oraz równania zachodzących reakcji chemicznych.

Obserwacje i wnioski:

Równania reakcji chemicznych:

**Ćwiczenie 4:** Sublimacja, resublimacja.

Do zlewki o objętości 50 cm<sup>3</sup> dodać 0,25 g jodu. Kolbę ograłodenną napęlnić w 1/3 objętości zimną wodą i umieścić ją na zlewce (dodatkowo można ustabilizować kolbę przymocowując ją do statywu za pomocą łapy). Zestaw umieścić na płytce azbestowej i na płytce grzejnej. Obserwować i opisać przebieg zjawiska.

Po zakończeniu ćwiczenia poczekać do wychłodzenia się układu, otrzymane wysublimowane kryształki jodu zebrać z dna kolbki i zlewki i przenieść do czystego, suchego naczynia z etykietą „jod po sublimacji”. Zestaw laboratoryjny umyć.

Zdefiniować pojęcia sublimacji i resublimacji, wyjaśnić dlaczego jod łatwo ulega sublimacji i podać przykład innej substancji ulegającej temu procesowi. W jakim celu przeprowadza się sublimację?