

mgr inż. Amelia Staszowska
prof. dr hab. inż. Janusz Ozonek
mgr Marta Kołodyńska
mgr Marzena Saczuk



Laboratorium CHEMII OGÓLNEJ I ŚRODOWISKA

II rok studiów stacjonarnych I-go stopnia – 45 godzin

Lp.	Wykaz pracowni
1.	Informacje wstępne. Przepisy BHP. Sprzęt laboratoryjny. Podstawy techniki pracy w laboratorium.
2.	Powtórzenie informacji o iloczynie rozpuszczalności (definicje i obliczenia).
3.	Analiza jakościowa - aniony (Kartkówka 1 i wykonanie ćwiczenia nr 1).
4.	Analiza jakościowa - kationy III i IV grupy analitycznej (Kartkówka 2 i wykonanie ćwiczenia nr 2).
5.	Analiza miareczkowa – podział metod miareczkowych ze względu na rodzaj titranta oraz sposób prowadzenia miareczkowania. Analiza ilościowa – kompleksometria (Kartkówka 3 i wykonanie ćwiczenia nr 3: kompleksometryczne oznaczanie twardości wody).
6.	Analiza ilościowa – miareczkowanie strąceniowe (Kartkówka 4 i wykonanie ćwiczenia nr 3: oznaczanie zawartości chlorków w wodzie metodą Mohra i Volharda).
7.	Analiza ilościowa – alkacymetria (Kartkówka 5 i wykonanie ćwiczenia nr 5: oznaczanie zasadowości i kwasowości wody).
8.	Analiza ilościowa – redoksometria (Kartkówka 6 i wykonanie ćwiczenia nr 6: oznaczanie tlenu rozpuszczonego metodą Winklera i chromu(VI)).
9.	Analiza ilościowa – wskaźniki zanieczyszczenia wody (Kartkówka 7 i wykonanie ćwiczenia nr 7: oznaczanie barwy, zapachu, pH, przewodnictwa właściwego i utlenialności wody).
10.	Analiza jakościowa - węglowodany (Kartkówka 8 i wykonanie ćwiczenia nr 8: analiza jakościowa węglowodanów).
11.	Analiza ilościowa – tłuszcze (Kartkówka 9 i wykonanie ćwiczenia nr 9: wyznaczenie liczby jodowej, kwasowej i liczby zmydlania tłuszczu).
12.	Analiza ilościowa – Zastosowanie spektrofotometrii UV/VIS do oznaczania fenoli. (Kartkówka 10 wykonanie ćwiczenia nr 10: spektrofotometryczne oznaczanie fenoli metodą z 4-aminoantypiryną).
13.	Poprawy kartkówek.
14.	Odrabianie ćwiczeń.
15.	Zaliczenie przedmiotu.

PRACOWNIA nr 1

INFORMACJE WSTĘPNE. PRZEPISY BHP. SPRZĘT LABORATORYJNY. PODSTAWY TECHNIKI PRACY W LABORATORIUM.

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

Zakres ćwiczenia obejmuje zapoznanie studentów z regulaminem pracowni chemicznej (przepisami porządkowymi, przepisami bhp oraz zasadami pierwszej pomocy w przypadku oparzeń, połknięcia odczynnika i skaleczeń), podstawowym sprzętem laboratoryjnym oraz podstawami techniki laboratoryjnej: mycie szkła, ważenie na wadze analitycznej, odmierzanie roztworów, korzystanie z odczynników chemicznych i łaźni wodnej, sączenie.

PRZEPISY PORZĄDKOWE

1. Każdy student jest odpowiedzialny za porządek na stanowisku, przy którym pracuje. Po zakończeniu pracy należy uporządkować stanowisko, umieścić na właściwych miejscach odczynniki i sprzęt laboratoryjny, szkło umyć i odstawić na suszarkę.
2. Na stole laboratoryjnym powinien się znajdować jedynie ten sprzęt, który w danej chwili jest potrzebny do pracy.
3. Butelki i słoiki z odczynnikami przeznaczonymi do wspólnego użytku należy natychmiast po użyciu odstawić w wyznaczone miejsce.
4. Nie wolno zostawiać otwartych butelek z odczynnikami.
5. Nie wolno oddzielać korków od butelek.
6. W czasie ćwiczeń studenci mogą korzystać tylko ze sprzętu przydzielonego im przez prowadzącego.
7. Naczynia szklane przed użyciem należy dokładnie obejrzyć i w przypadku pęknięcia, wyszczerbienia, porysowania lub zabrudzenia należy ją wymienić lub umyć.
8. Resztki nie zużytych odczynników oraz zlewki poreakcyjne należy po zakończonym ćwiczeniu wylać do pojemników na zlewki.
9. Do mycia szkła i naczyń laboratoryjnych używać wody wodociągowej, a do ich płukania wody destylowanej.
10. W przypadku rozlania odczynnika należy wytrzeć zalaną powierzchnię.
11. Zbite szkło zebrać i umieścić w pojemniku na stłuczki.
12. Zabronione jest spożywanie posiłków i picie napojów w laboratorium, przed wyjściem z zajęć należy dokładnie umyć ręce.

PRZEPISY BEZPIECZEŃSTWA I HIGIENY PRACY

1. Do wykonywania ćwiczeń laboratoryjnych mogą przystąpić jedynie te osoby, które zapoznały się z regulaminem pracowni chemicznej oraz posiadają odzież ochronną (fartuch). Fartuch powinien być uszyty z włókien naturalnych. Nie powinno się stosować odzieży ochronnej z łatwopalnych włókien syntetycznych.
2. Doświadczenia należy wykonywać według otrzymanych instrukcji i wskazówek osoby prowadzącej zajęcia na miejscu do tego celu wyznaczonym.
3. Niedopuszczalne jest wykonywanie prac nie objętych zakresem zajęć.
4. Roztwory substancji żrących i trujących należy pipetować przy użyciu pompek do pipetowania lub odmierzać za pomocą dozowników.
5. Eksperymenty w trakcie których mogą wydzielać się trujące substancje gazowe należy wykonywać pod wyciągiem.
6. W trakcie ogrzewania cieczy nie należy nachylać się nad otwartym naczyniem.
7. W przypadku ogrzewania roztworu znajdującego się w próbówce, wylot próbówki należy kierować w stronę, gdzie nikogo nie ma.

8. Przy oznaczaniu cech organoleptycznych preparatów (zapach) należy jedną ręką trzymać otwarte naczynie w pobliżu nosa, a drugą wachlować wylot nagarniając powietrze w kierunku nosa.
9. O każdym wypadku (poparzenie, połknięcie odczynnika, skałeczenie) powiadomić prowadzącego zajęcia.

UDZIELANIE PIERWSZEJ POMOCY

1. W przypadku zatrucia substancjami gazowymi (chlorowodór, siarkowodór, chlor, amoniak, dwutlenek siarki, tlenki azotu) należy osobę poszkodowaną umieścić na świeżym powietrzu. Jako odtrutkę podać duże ilości mleka.
2. W przypadku połknięcia wodorotlenku sodu lub potasu, należy wypić duże ilości wody z dodatkiem kwasu octowego, mlekowego lub winowego.
3. Przy zatruciu kwasami podać duże ilości wody, węgiel aktywny lub mleko.
4. Oparzenia płomieniem, rozgrzanym palnikiem należy zwilżyć alkoholem i posmarować maścią borną lub tranową.
5. Miejsca oparzone stężonymi kwasami należy osuszyć, przemyć silnym strumieniem wody i 5% roztworem wodorowęglanu sodu.
6. Miejsca oparzone zasadami należy przemyć obficie wodą a następnie 1% kwasem octowym, cytrynowym lub winowym.
7. Miejsca skałeczone należy zdezynfekować i zabezpieczyć jałowym opatrunkiem.
8. W przypadku silnego krwawienia nałożyć powyżej rany opaskę uciskową.
9. W każdym z w/w przypadków po udzieleniu pierwszej pomocy należy bezwzględnie udać się do lekarza.

Uwaga: Apteczka znajduje się w pomieszczeniu laboratorium chemii ogólnej i środowiska
oraz w pomieszczeniu przygotowawczym (obok laboratorium chemii).

Telefony alarmowe:

Policja	997
Straż pożarna	998
Pogotowie ratunkowe	999
	lub Przychodnia Studencka (DS 4) 081 538 11 93

SPRZĘT LABORATORYJNY

W pracowniach analitycznych do wykonywania analiz używane są różnego rodzaju naczynia szklane oraz przyrządy laboratoryjne. Naczynia takie wykonuje się ze szkła odpornego na działanie odczynników chemicznych, w szczególności stężonych kwasów i zasad, wyższych temperatur oraz szybkich ich zmian. Najczęściej na ściankach naczyń szklanych widnieją liczba określająca przybliżoną pojemność i znak fabryczny. Naczynia dzieli się na miarowe i niemiarowe.

Naczynia miarowe służą do pobierania, przenoszenia, odmierzania określonej ilości cieczy (pipety, biurety, cylindry miarowe) lub do przygotowywania roztworów mianowanych lub ich rozcieńczania. Wykonane są ze szkła klasy A (o najwyższej dokładności kalibracji) i klasy B (szkło bezklasowe). Podstawowymi naczyniami miarowymi w analizie miareczkowej

są kolby miarowe, pipety, biurety i cylindry miarowe. Charakterystyka podstawowego sprzętu laboratoryjnego oraz jego zastosowanie zawiera Tabela 1.

Tabela 1. Podstawowy sprzęt laboratoryjny i jego zastosowanie.

Naczynie lub sprzęt	Zastosowanie
<p>ZLEWKI</p> 	<p>Naczynia szklane o kształcie zaokrąglonej u dołu szklanki z dziobkiem do łatwiejszego wylewania cieczy wąskim strumieniem.</p> <p>Zlewki mogą mieć różną pojemność – od 10 ml do 5 l.</p> <p>Na ściance posiadają naniesioną uproszczoną skalę ułatwiającą określenie objętości. Wykorzystywane są do ogrzewania roztworów pod ciśnieniem atmosferycznym (roztwór powinien zajmować od 1/3 do 2/3 objętości zlewki), do sporządzania roztworów i przeprowadzania reakcji chemicznych w fazie ciekłej.</p>
<p>KOLBY</p> 	<p>Naczynia szklane służące do ogrzewania cieczy, nasycania ich gazami, destylacji, miareczkowania, sporządzania roztworów o znanym stężeniu lub mianie (kolby miarowe). Mogą być cienko – lub grubościenna, okrągło- lub płaskodenna, z jedną lub kilkoma szyjkami, zależnie od przeznaczenia.</p>
<p>KOLBY okrągłodenne</p>	<p>Stosowane jako naczynia reakcyjne. Kolby o małej pojemności stosuje się jako odbieralniki do destylacji. Przy wysokiej próżni używa się kolb gruszkowatych i sercowatych. Mogą być to kolby z jedną, dwoma lub trzema szyjami o zróżnicowanych średnicach i różnych pojemnościach.</p>




	
-----------------------------------------------------------------------------------	--

Tabela 1. Podstawowy sprzęt laboratoryjny i jego zastosowanie cd.

Naczynie lub sprzęt	Zastosowanie
<p>KOLBY stożkowe (erlenmajerki)</p> 	<p>Są to kolby szklane o kształcie stożkowym. Służą do ogrzewania cieczy i do miareczkowania.</p>
<p>KOLBY miarowe</p> 	<p>Są to płaskodenne naczynia o kształcie gruszki z wąską długą szyjką. Pojemność kolby w temp. 20°C jest zaznaczona kreską wytrawioną na obwodzie pośrodku szyjki. Na kolbie miarowej poza znakiem firmowym i gatunkiem szkła wytrawione są także liczby wskazujące pojemność naczynia oraz temperaturę kalibrowania. Pojemność kolb miarowych w laboratoriach analitycznych wynosi: 5, 10, 25, 50, 100, 200, 250, 500 ml oraz 1, 2, 5 l. Duże kolby miarowe wykorzystuje się do przygotowywania i przechowywania roztworów mianowanych. Kolby miarowe są najczęściej zamykane szlifowanymi korkami. Korki te są znakowane takim samym wytrawionym numerem jaki znajduje się na szyjce kolby. Stosowane do sporządzania roztworów mianowanych.</p>



<p>KOLBKI miarowe</p> 	<p>Są to kolby miarowe pojemności 100 ml i mniejszej. Stosowane są w spektrofotometrii i w analizie śladowej.</p>
----------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

Tabela 1. Podstawowy sprzęt laboratoryjny i jego zastosowanie cd.

Naczynie lub sprzęt	Zastosowanie
<p>PIPETY</p> 	<p>Są to naczynia miarowe w kształcie rurek rozszerzonych w środku, ze zwężonym i wyciągniętym dolnym końcem. Służą do pobierania z jednego naczynia i przenoszenia do drugiego cieczy o ściśle określonej objętości. Rozróżnia się pipety: jednomiarowe (pozwalają odmierzyć dokładnie jedną objętość roztworu) i wielomiarowe.</p> <p>Pojemność pipety jest zaznaczona kreską na obwodzi górnej wąskiej części. Na środkowej szerokiej części jest podana pojemność pipety w temp. 20°C. Pipety w laboratorium analitycznym mają pojemność: 1, 2, 5, 10, 20, 25, 50 i 100 ml.</p> <p>Do odmierzania roztworów odczynników w małych nietypowych ilościach używa się pipet z podziałką. Mają one zazwyczaj pojemność: 1, 2, 5, 10 i 25 ml.</p> <p>Pipety używane na bieżąco do pracy w laboratorium ustawia się w specjalnych statywach (drewnianych lub z tworzyw sztucznych) z otworkami. Pipety w tych statywach ustawione są pionowo tak aby dolny koniec pipety nie dotykał statywu. W celu zabezpieczenia pipety i biurety przed zanieczyszczeniami i kurzem, na górny koniec tych naczyń nakłada się małą probówkę.</p>
<p>BIURETY</p>	<p>Służą do dokładnego dozowania roztworów mianowanych podczas miareczkowania. Są to wąskie rurki szklane, o jednakowym przekroju, zwężone u dołu i zakończone szlifowanym kurkiem. Kurki biuret smaruje się cienką warstwą wazeliny lub specjalnym smarem do kurków. W</p>





analizie miareczkowej stosuje się najczęściej biurety o pojemności 50 ml z działkami co 0,1 ml. Całe mililitry są zaznaczone na biurecie wyraźniejszymi kreskami i odpowiednimi liczbami. Rzadziej stosuje się biurety o pojemności 25, 75 i 100 ml.

Tabela 1. Podstawowy sprzęt laboratoryjny i jego zastosowanie cd.

Naczynie lub sprzęt	Zastosowanie
<p>CYLINDER MIAROWY</p> 	<p>Używany do odmierzania cieczy. Wykonany może być ze szkła lub z tworzyw sztucznych. Posiada naniesioną skalę na ścianie bocznej. Naczynie to może mieć pojemność od 10 ml do 2 l.</p>
<p>BUTELKA INKUBACYJNA</p> 	<p>Wykorzystywana w oznaczeniach redoksometrycznych.</p>
<p>CYLINDER NESSLERA</p> 	<p>Wykorzystywany w oznaczeniach kolorymetrycznych, np. oznaczaniu barwy wody.</p>

Tabela 1. Podstawowy sprzęt laboratoryjny i jego zastosowanie cd.

Naczynie lub sprzęt	Zastosowanie
<p>LEJKI</p> 	<p>Stosowane są lejki szklane i porcelanowe o zróżnicowanych wielkościach. Zwykłych lejków szklanych z długą i krótką nóżką używa się do przelewania cieczy a po założeniu odpowiedniego sączka do oddzielania osadów pod normalnym ciśnieniem. Lejki z szeroką, krótką nóżką służą do przesypywania i dozowania substancji stałych.</p>
<p>PROBÓWKI</p> 	<p>Są stosowane głównie w analizie jakościowej. Służą do ogrzewania małych objętości cieczy, przeprowadzania reakcji chemicznych i odwirowywania cieczy od osadu.</p>

Pomocniczy sprzęt laboratoryjny.

Sprzęt ten może być wykonany ze szkła, tworzyw sztucznych, porcelany, drewna i metalu. Używa się szklanych parownic, krystalizatorów, szkiełek zegarkowych, bagietek. Substancje ciekłe przechowuje się w butelkach, a stałe w słoikach, naczynkach wagowych i szalkach Petriego.

Używa się także probówek, zlewek, pojemników oraz tryskawk z tworzywa sztucznego, głównie polietylenu i polipropylenu. Parownice i zlewki porcelanowe wykorzystuje się głównie do zatężania roztworów na gorąco. Do rozdrabniania substancji stałych służą moździerze porcelanowy i agatowy, a do nasypywania szpatułki i łyżeczki (Tabela 2).

Tabela 2. Pomocniczy sprzęt laboratoryjny i jego zastosowanie.


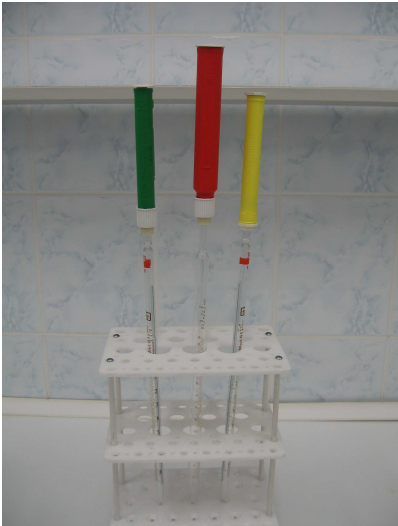

Naczynie lub sprzęt	Zastosowanie
<p>ŁAPA DO PROBÓWEK</p> 	<p>Służy do przenoszenia ogrzewanych w probówkach roztworów.</p>
<p>PODCIĄGARKA DO PIPET</p> 	<p>Inaczej pompka do pipet. Zasysanie medium następuje poprzez obrót małego pokrętła, które utrzymuje się w żądanej pozycji. Naciśnięcie małej dźwigni umożliwia szybkie opróżnienie pipety. Miękki, elastyczny kołnierz posiada mankiet gwintowany, który zapewnia bezpieczne zamocowanie pipet szklanych lub pipet z tworzywa sztucznego.</p>
<p>BAGIETKA</p> 	<p>Jest to sprzęt laboratoryjny ogólnego użytku, o kształcie prostego pręta szklanego, czasami zakończonego z jednej strony małą rączką, a z drugiej małą łopatką. Stosowany głównie do mieszania płynów.</p>
<p>SĄCZKI JAKOŚCIOWE i ILOŚCIOWE</p>	<p>Wykonane z bibuły filtracyjnej. Stosowane w preparatyce chemicznej i analizie jakościowej i ilościowej.</p>

Tabela 2. Pomocniczy sprzęt laboratoryjny i jego zastosowanie cd.



Naczynie lub sprzęt	Zastosowanie
<p>SZKIEŁKO ZEGARKOWE</p> 	<p>Wklęsłe, okrągłe szkiełko o średnicy najczęściej od kilku do kilkunastu cm, służące do wykonywania prostych analiz jakościowych, odparowywania niewielkich ilości cieczy oraz przykrywania naczyń laboratoryjnych.</p>
<p>KRYSTALIZATOR</p> 	<p>Może mieć wylew lub nie, a jego zastosowanie to m.in. krystalizacja. Służy jako zbiornik dla dużych ilości cieczy, w której wykonujemy jakieś operacje, czyli np. jest przydatny przy otrzymywaniu gazów nad wodą oraz elektrolizie. Podobnie jak parownica może być przydatny przy odparowywaniu rozpuszczalnika.</p>
<p>PAROWNICZKA</p> 	<p>Jest to sprzęt laboratoryjny służący do odparowywania i wyprężania substancji stałych, a czasami także do ich stapiania. Parowniczkę są wykonywane z materiałów ceramicznych lub z metali szlachetnych (najczęściej z platyny). Często spotyka się także parowniczkę wykonane ze specjalnego szkła hartowanego.</p>
<p>NACZYNNIKO WAGOWE</p> 	<p>Służy do dokładnego odważania substancji stałych.</p>

Tabela 2. Pomocniczy sprzęt laboratoryjny i jego zastosowanie cd.

Naczynie lub sprzęt	Zastosowanie
<p>SZPATUŁKA</p> 	<p>Narzędzie laboratoryjne, rodzaj wąskiej łopaty. Wykonana może być z drewna lub tworzywa sztucznego, a w zastosowaniach laboratoryjnych - także ze szkła lub metalu. W laboratorium chemicznym szpatułka służyć może do nabierania materiałów sypkich, do ich mieszania lub rozprowadzania po płaskich powierzchniach.</p>
<p>TRYSKAWKA PLASTIKOWA</p> 	<p>Służy do podawania małych lub średnich ilości płynu metodą natryśnięcia strumieniem pod lekkim ciśnieniem, ale bez precyzyjnego odmierzenia ilości. Szczególnie wygodna jest do przepłukiwania osadów. Stosowana jest również do płukania szkła laboratoryjnego, które jest zazwyczaj ostatnim etapem jego mycia - robi się to wodą destylowaną lub acetonem.</p>
<p>MOŹDZIEŻ</p> 	<p>Najczęściej jest wykonany (zarówno naczynie, jak i tłuczek) z porcelany, kamienia (zazwyczaj agatu) lub metalu i ma kształt płytkiej misy z lekko podwyższonymi brzegami. Sprzęt taki służy do rozdrabniania substancji trudno rozpuszczalnych, lub też zbrylonych. W preparatyce laboratoryjnej moździerz taki może służyć również do miażdżenia miękkich części materii organicznej.</p>

Tabela 2. Pomocniczy sprzęt laboratoryjny i jego zastosowanie cd.

Naczynie lub sprzęt	Zastosowanie
<p data-bbox="188 427 469 461">SZALKKA PETRIEGO</p> 	<p data-bbox="628 468 1410 568">Pierwotnym jej zastosowaniem było używanie jako naczyń do hodowli mikroorganizmów. Wykorzystywana jest w laboratorium chemicznym do:</p> <ul data-bbox="628 607 1410 815" style="list-style-type: none">- wylewania folii polimerów- wykorzystywane do powolnego odparowywania wody lub organicznych rozpuszczalników ze stałych substancji- naświetleń rozmaitych próbek.
<p data-bbox="188 920 373 954">EKSYKATOR</p> 	<p data-bbox="628 920 1410 1122">W eksykatorach suszy się i przechowuje substancje higroskopijne. Jest to naczynie szklane szczelnie zamykane doszlifowaną pokrywą, zawierające środek osuszający; używany w toku analizy chemicznej do studzenia i przechowywania wyprażonych osadów przed ich ważeniem.</p>

PODSTAWY TECHNIKI LABORATORYJNEJ

Poprawne wykonanie nawet najprostszego doświadczenia chemicznego wymaga wykonania szeregu czynności. W praktyce każda z tych czynności to ściśle określony sposób postępowania. Kolejność wykonywania czynności nie jest dowolna. Znajomość podstawowych zasad techniki laboratoryjnej zapewnia nie tylko bezpieczną pracę w laboratorium, ale także pozwala na uzyskanie prawidłowych wyników oznaczeń.

Mycie szklanych naczyń laboratoryjnych

Mycie naczyń laboratoryjnych jest podstawową czynnością wykonywaną w laboratorium. Zanieczyszczenia mechaniczne, pozostałości po substancjach wcześniej znajdujących się w naczyniach lub zanieczyszczenia substancjami tłustymi może być przyczyną błędów analitycznych. Naczynia powinny być myte bezpośrednio po użyciu, gdyż wtedy łatwiej je odmyć.

Środki stosowane do mycia naczyń zależą od rodzaju zanieczyszczeń. Najczęściej szkło myje się detergentami, które łatwo i szybko odłuszczaają powierzchnie szklane. Następnie spłukuje się je kilkakrotnie wodą wodociągową do zaniku piany i w końcu wodą destylowaną. Czyste naczynie można poznać po tym, że woda spływa równomiernie po jego ściankach.

Naczynia zanieczyszczone alkaliami myje się kwasem solnym. Zanieczyszczenia o charakterze kwaśnym usuwają roztwory wodorotlenków metali alkalicznych i amoniaku. Zanieczyszczenia brunatnym dwutlenkiem manganu (po roztworach KMnO_4) usuwa stężony kwas solny. Jeżeli w tym celu stosuje się rozcieńczony H_2SO_4 należy dodać reduktora. Bardzo dobrym środkiem czyszczącym jest mieszanin chromowa – czyli nasycony roztwór $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ w stężonym H_2SO_4 . Świeżo przygotowana mieszanina chromowa ma brunatnoczerwoną barwę, natomiast zużyta jest koloru ciemnozielonego.

Naczynia po roztworach substancji rozpuszczalnych w wodzie wystarczy wypłukać kilkakrotnie wodą – najpierw wodociągową a potem destylowaną. Umyte szkło należy pozostawić do wyschnięcia w miejscu do tego przeznaczonym, np. na ociekaczu laboratoryjnym (Rys. 1) lub ustawić dnem do góry na kawałku bibuły.



Rys.1. Ociekacz laboratoryjny.

Naczynia miarowe powinny być tak umyte aby podczas opróżniania naczynia ciecz spływała ze ścianek równomiernie, nie pozostawiając na nich kropelek. Naczyń miarowych nie powinno się myć gorącą wodą jak również ogrzewać w nich roztworów. Nie należy również suszyć naczyń miarowych w suszarkach. Jeżeli trzeba szybko osuszyć naczynie miarowe to po przemyciu wodą należy opłukać je alkoholem metylowym lub acetonem - mają niskie temperatury wrzenia i bardzo szybko odparowują z powierzchni szkła.

Ważenie na wadze analitycznej

Do ważenia w laboratoriach wykorzystuje się dźwigniowe wagi równoramienne techniczne i analityczne. Obecnie jednak w większość laboratoriów korzysta się wyłącznie z elektronicznych automatycznych wag analitycznych. Wagi te posiadają układ kalibracji wewnętrznej, który zapewnia utrzymanie dokładności pomiarów w czasie eksploatacji bez ingerencji użytkownika. Obszerna, zamykana przesuwanymi szybkami z trzech stron, komora ważenia umożliwia wygodną i efektywną pracę w pomieszczeniach, w których niemożliwe jest wyeliminowanie ruchów powietrza. Wagi analityczne powinny być ustawiane w specjalnych pomieszczeniach wagowych zabezpieczonych przed kurzem, wilgocią, zmianami temperatury i słońcem. Ponadto powinny być ustawione na specjalnych stolikach przeciwdziałających drganiom i wstrząsom.

Podczas pomiaru, niezależnie od rodzaju i typu wagi, obowiązują jednakowe zasady postępowania:

- waga powinna być czysta
- włączanie i wyłączanie wagi należy wykonywać ostrożnie
- waga powinna być wypoziomowana
- nie można obciążać wagi więcej niż wynosi jej nośność
- nakładanie i zdejmowanie przedmiotów ważonych należy wykonywać spokojnym ruchem
- przedmioty ważone umieszczać na środku szalki
- ważone substancje nie powinny być kładzione bezpośrednio na szlacie wagi lub papierze; substancje stałe waży się w naczynkach wagowych, na szkiełkach zegarkowych, ciecze lotne w zamkniętych butelkach lub kolbkach
- rozmiar naczynia, w którym wykonuje się ważenie nie powinien być zbyt duży w porównaniu z odważaną substancją
- waga nieużywana powinna być wyłączona i nieobciążona.



Rys. 2. Waga laboratoryjna analityczna automatyczna (www.taniewagi.com.pl, www.sprzet-laboratoryjny.pl).

Odważka analityczna – jest to dokładnie zważona na wadze analitycznej ilość próbki.

Odmierzanie cieczy pipetą

Na końcówkę pipety nałożyć podciągarkę i pobrać wymaganą objętość cieczy, tak aby dolny menisk zatrzymał się na kresce. Pipetę należy trzymać pionowo a odczytu menisku dokonać tak aby oko było na wysokości kreski. Po ustaleniu położenia dolnego menisku, dotyka się końcem pipety suchej ścianki naczynia, z którego pobiera się płyn, w celu pozostałej na ściance pipety kropli lub jej części. Pipetę przenosi się nad naczynie, do którego odmierza się roztwór. Trzymając pipetę lekko pochyloną, dotyka się jej końcem ścianki naczynia i pozwala się wypłynąć cieczy. W zwężeniu na końcu pipety pozostaje kropla, której nie wolno wytrząsać i wydmuchiwać, jak również dotykać końcem pipety cieczy w naczyniu (chyba że tak podaje instrukcja wykonania ćwiczenia).

Korzystanie z odczynników chemicznych

Odczynniki i substancje techniczne ciekłe pobiera się z butelek lub balonów przez odlewanie. Butelkę chwyta się prawą ręką tak, aby etykieta dotykała wewnętrznej części dłoni. Lewą ręką ujmując się naczynie, do którego będzie dana ciecz odlewana. Następnie dolną częścią lewej ręki zdejmuje się korek z butelki i trzymając go (nie wolno odkładać go na stół), odlewa się odpowiednią ilość cieczy ostrożnie przechylając butelkę. Brzegi butelki nie powinny dotykać szyjki butelki. Po odlaniu cieczy należy zamknąć butelkę korkiem i odstawić w miejsce gdzie poprzednio stała.

Pobieranie cieczy żrących lub drażniących wykonuje się w rękawicach ochronnych pod dygestorium (wyciąg laboratoryjny, *Rysunek 3*).



Rys. 3. Dygestorium.

Literatura

1. Cygański A., *Chemiczne metody analizy ilościowej*, WNT Warszawa 1999.
2. Kocjan R. *Chemia analityczna*, Tom 1, PZWL, 2002.
3. Kowalczyk-Dembirska H., Łukaszewicz J., *Chemia ogólna i jakościowa analiza chemiczna. Ćwiczenia laboratoryjne – część I*, Uniwersytet Mikołaja Kopernika, Toruń 2003.
4. Krzechowska M., *Podstawy chemii ogólnej i środowiska przyrodniczego. Ćwiczenia laboratoryjne*, Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa 2007.
5. Minczewski J., Marczenko Z., *Chemia analityczna*, Tom 1, Wydawnictwo Naukowe PWN, 2005.

6. Pelc A., *Ćwiczenia laboratoryjne z chemii*, Politechnika Krakowska, Kraków 1996.
7. Praca zbiorowa pod red. W Brzyskiej, *Ćwiczenia z chemii ogólnej*, Wydawnictwo UMCS, Lublin.
8. Sarbak Z., *Podstawy techniki laboratoryjnej*, Wydawnictwo Oświatowe FOSZE, Rzeszów 2009.
9. Szmaj S., Lipiec T., *Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej*, PZWL, 1997.

PRACOWNIA nr 2

ILOCZYN ROZPUSZCZALNOŚCI

Iloczyn rozpuszczalności – iloczyn stężeń molowych jonów substancji trudno rozpuszczalnego elektrolitu w roztworze nasyconym pozostającym w równowadze z nadmiarem fazy stałej w stałej temperaturze.

Wielkość ta pozwala na opis dynamicznego procesu związanego wytrącaniem osadów.

Oznaczenia: I_r , K_s , K_{so} , pK_s

$$pK_s = -\log K_s \rightarrow K_s = 10^{-pK_s}$$

Jednostka - NIE UŻYWA SIĘ W ZAPISIE

Iloczyn rozpuszczalności odnosi się jedynie do substancji, których rozpuszczalność jest mniejsza od 0,01 M (są to substancje trudno rozpuszczalne).

Substancje trudno rozpuszczalne:

- wodorotlenki metali z wyjątkiem wodorotlenków litowców
- chlorki: srebra, ołowiu(II), rtęci(I)
- bromki: srebra, ołowiu(II)
- jodki: srebra, ołowiu(II)
- siarczany(VI): baru, strontu, wapnia i ołowiu
- węglany, fosforany(V) metali z wyjątkiem soli litowców i amonu
- wszystkie siarczki z wyjątkiem soli litowców, berylowców i amonu
- tlenki: glinu(III), chromu(III), tytanu(IV), cyrkonu(IV), cyny(IV), krzemu (IV)
- węgliki, np. SiC
- CaF_2
- szczawiany: srebra, baru, wapnia, kadmu, miedzi, manganu itd.

Roztwór nasycony – to roztwór zawierający maksymalną ilość substancji rozpuszczonej w danym rozpuszczalniku i w danej temperaturze. Roztwór nasycony jest w równowadze dynamicznej z substancją nierozpuszczoną (na dnie naczynia zawierającego roztwór nasycony znajduje się osad substancji nierozpuszczonej).

Roztwór nienasycony – to roztwór w którym można rozpuścić jeszcze pewną dodatkową ilość substancji rozpuszczonej.

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

Rozpuszczalność – to taka ilość substancji która jest niezbędna do otrzymania roztworu nasyconego.

Oznaczenia rozpuszczalności: S, s, L

Jednostki rozpuszczalności:

- g/100 g H_2O – liczba gramów substancji, która jest potrzebna do nasycenia 100 g rozpuszczalnika w danej temperaturze, np. $S_{CaSO_4} = 0,2 \text{ g} / 100 \text{ g } H_2O$ w temp. $20^\circ C$
- mol/L (rozpuszczalność molowa)
- g/L roztworu
- ppm, mg/dm^3 .

Rozpuszczalność większości ciał stałych i cieczy wzrasta wraz ze wzrostem temperatury, a rozpuszczalność gazów maleje.

Porównywanie rozpuszczalności różnych soli:

1. Im wartość S jest większa tym substancja lepiej się rozpuszcza.
2. Na podstawie wartości iloczynu rozpuszczalności – bezpośrednio można porównywać jedynie gdy substancje mają jednakowy ilościowy skład jonowy (mają identyczny wzór ogólny), np. $AgBr$ i AgJ .
3. Wyznaczenie wartości S dla analizowanych substancji.

Czynniki wpływające na rozpuszczalność substancji trudno rozpuszczalnych:

- rodzaj substancji rozpuszczonej
- rodzaj rozpuszczalnika (podobne rozpuszcza się w podobnym)
- obecność różnych soli w roztworze
- pH roztworu
- hydroliza trudno rozpuszczalnej soli.

Rozpuszczalność związków nieorganicznych zmniejsza się na ogół po dodaniu do roztworu rozpuszczalnika organicznego.

Efekt wspólnego jonu – iloczyn rozpuszczalności jest wielkością stałą w stałej temperaturze. Jeżeli stężenie jednego z jonów zwiększy się to odpowiednio musi zmniejszyć się stężenie drugiego jonu lub iloczyn pozostałych jonów wchodzących w skład cząsteczki substancji trudno rozpuszczonej .

Efekt wspólnego jonu polega więc na zmniejszeniu rozpuszczalności związku wskutek obecności w roztworze jonów wchodzących w skład osadu, a pochodzących pierwotnie od różnych indywiduali chemicznych. Efekt ten jest tym większy im osad jest trudniej rozpuszczalny. Z tego powodu aby całkowicie wytrącić trudno rozpuszczalny związek stosuje się nadmiar ilości jonu wspólnego z osadem a nie jego ilość równoważną (20-40%).

> 40% efekt solny (S rośnie, gdyż siła jonowa roztworu rośnie).

Efekt solny – rozpuszczalność trudno rozpuszczalnych związków zwiększa się w obecności soli nie mających jonu wspólnego z osadem (jony obce). Związane jest to ze wzrostem siły/ mocy jonowej roztworu wraz ze zwiększaniem się stężenia jonów.

Literatura

1. Cygański A., *Chemiczne metody analizy ilościowej*, WNT Warszawa 1999.
2. Kocjan R. *Chemia analityczna*, Tom 1, PZWL, 2002.
3. Minczewski J., Marczenko Z., *Chemia analityczna*, Tom 1, Wydawnictwo Naukowe PWN, 2005.
4. Szmaj S., Lipiec T., *Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej*, PZWL, 1997.
5. *Tablice chemiczne*, Wydawnictwo Adamantan, 2003.
6. Wesółowski M., *Zbiór zadań z analizy chemicznej*, WNT Warszawa 2002.

Zadania do samodzielnego rozwiązywania

1. Która sól jest lepiej rozpuszczalna w wodzie: węglan ołowiu(II) o $K_s = 7,49 \cdot 10^{-14}$ czy fluorek strontu o $K_s = 2,5 \cdot 10^{-9}$?
2. Oblicz pH nasyconego roztworu wodorotlenku manganu(III), $K_s = 1,0 \cdot 10^{-36}$.
3. W ilu ml wody rozpuści się 200 mg chlorku srebra? $K_s = 1,1 \cdot 10^{-10}$.
4. W nasyconym roztworze chromianu(VI) baru stężenie jonów baru wynosi $1,1 \cdot 10^{-4}$ mol/l. Obliczyć wartość iloczynu rozpuszczalności tej soli.
5. Napisz wzór na iloczyn rozpuszczalności i rozpuszczalność fosforanu(V) wapnia.
6. 100 ml nasyconego roztworu wodorotlenku magnezu zawiera $5,32 \cdot 10^{-2}$ mmola tego związku. Obliczyć wartość iloczynu rozpuszczalności tego wodorotlenku i pH roztworu nasyconego.
7. Jakie jest stężenie molowe jonów jodkowych w nasyconym roztworze jodku bizmutu(III), $K_s = 8,1 \cdot 10^{-32}$.
8. Ile razy zmieniło się (zmałało czy wzrosło) stężenie molowe jonów fluorkowych w nasyconym roztworze fluorku magnezu, jeżeli $[Mg^{2+}]$ zmniejszyło się 5 razy? $K_s = 6,5 \cdot 10^{-9}$.
9. Obliczyć rozpuszczalność (mol/l) bromku srebra, jeżeli $K_s = 5,2 \cdot 10^{-13}$.
10. Napisz wzór na iloczyn rozpuszczalności i rozpuszczalność wodorotlenku manganu(IV).
11. Która sól jest słabiej rozpuszczalna w wodzie: chromian(VI) srebra o $K_s = 9 \cdot 10^{-12}$ czy chromian(VI) ołowiu o $K_s = 1,8 \cdot 10^{-14}$?
12. Oblicz rozpuszczalność (w mol/l i g/l) wodorotlenku żelaza(III) w 10 dm^3 wody, $K_s = 1,0 \cdot 10^{-38}$.
13. Zmieszano 250 ml 0,02 M roztworu $AgNO_3$ i 250 ml 0,01 M $NaCl$. Czy wytrąci się osad chlorku srebra? $K_s = 1,1 \cdot 10^{-10}$.
14. W 2 l wody rozpuszcza się 1,18 g jodku ołowiu(II). Obliczyć wartość iloczynu rozpuszczalności tej soli.
15. Napisz wzór na iloczyn rozpuszczalności i rozpuszczalność arsenianu(V) miedzi(II).
16. Jaka jest rozpuszczalność siarczanu(VI) baru w wodzie i w 0,01 M roztworze chlorku baru? $pK_s = 9,96$
17. Czy wytrąci się osad bromku ołowiu(II) po zmieszaniu równych objętości 0,01 M roztworów: azotanu(V) ołowiu(II) i bromku potasu ? $K_s = 9,1 \cdot 10^{-6}$.
18. Obliczyć rozpuszczalność (w mol/l i g/l) wodorotlenku kobaltu(III) w 450 ml wody. $K_s = 4,0 \cdot 10^{-45}$.
19. Która sól jest lepiej rozpuszczalna i dlaczego: $CuBr$ o $K_s = 5,25 \cdot 10^{-9}$ czy CuS o $K_s = 6,3 \cdot 10^{-36}$.
20. Napisz wzór na iloczyn rozpuszczalności i rozpuszczalność fosforanu(V) cyrkonu(IV).
21. Która sól jest lepiej rozpuszczalna w wodzie: fosforan(V) srebra o $K_s = 1,3 \cdot 10^{-20}$ czy siarczek srebra o $K_s = 6,3 \cdot 10^{-50}$?
22. Oblicz pH nasyconego roztworu wodorotlenku berylu, $K_s = 6,3 \cdot 10^{-22}$.
23. Ile gramów węglanu żelaza(II) rozpuści się w 3 dm^3 wody? $K_s = 3,5 \cdot 10^{-11}$.
24. Jakie jest stężenie molowe jonów w nasyconym roztworze szczawianu niklu? $K_s = 4,0 \cdot 10^{-10}$