

## Ćwiczenia laboratoryjne z Podstaw Chemii

Nr ćwiczenia	Tytuł ćwiczenia	str.
Ćwiczenie 1	BEZPIECZEŃSTWO PRACY W LABORATORIUM CHEMICZNYM, PODSTAWOWY SPRZĘT CHEMICZNY, DESTYLACJA FRAKCYJONOWANA, SUBLIMACJA I RESUBLIMACJA.....	2
Ćwiczenie 2	OZNACZANIE WODY KRYSTALIZACYJNEJ W HYDRATACH.....	10
Ćwiczenie 3	REAKCJE CHEMICZNE (I).....	11
Ćwiczenie 4	ROZDZIELANIE I OCZYSZCZANIE SUBSTANCJI METODĄ KRYSTALIZACJI I EKSTRAKЦИИ.....	15
Ćwiczenie 7	ROZTWORY CIAŁ STAŁYCH I CIECZY.....	16
Ćwiczenie 9	REAKCJE CHEMICZNE (II). WYKRYWANIE JONÓW.....	18
Ćwiczenie 10	DYSOCJACJA ELEKTROLITYCZNA SUBSTANCJI W ROZTWORZE.....	20
Ćwiczenie 11	STĘŻENIE JONÓW WODOROWYCH I WSKAŹNIKI pH.....	23
Ćwiczenie 12	STAŁA RÓWNOWAGI. MIARECZKOWANIE PEHAMETRYCZNE. ROZTWORY BUFOROWE.....	24
Ćwiczenie 14	REAKCJE UTLENIANIA I REDUKCJI.....	27
Ćwiczenie 15	BADANIE WŁASNOŚCI PIERWIASTKÓW 15 GRUPY UKŁADU OKRESOWEGO.....	31
Ćwiczenie 20	ELEKTROCHEMIA.....	36

## Ćwiczenie 1

### BEZPIECZEŃSTWO PRACY W LABORATORIUM CHEMICZNYM

1. Podczas przebywania w laboratorium należy nosić własne okulary ochronne (nie tylko w trakcie wykonywania ćwiczeń). Szklane kontaktowe należy zastąpić ochronnymi okularami korekcyjnymi albo okularami korekcyjnymi w połączeniu z okularami ochronnymi typu gogle.
2. W pracowni obowiązuje stosowanie fartuchów ochronnych wykonanych z włókien naturalnych.
3. Długie włosy należy związać lub upiąć w sposób uniemożliwiający ich kontakt z odczynnikami i źródłami ciepła.
4. Wzbronione jest jedzenie, picie, żucie gumy i palenie papierosów.
5. Należy znać najbliższe miejsca, gdzie znajdują się środki bezpieczeństwa, takie jak gaśnice, koce gaśnicze oraz sanitarne środki pierwszej pomocy. **Każdy** wypadek należy zgłosić natychmiast prowadzącemu ćwiczenia. Miejsce termicznego oparzenia (najczęściej dłonie) natychmiast schłodzić strumieniem zimnej wody. W razie chwilowej niedyspozycji należy powiadomić prowadzącego zajęcia o niemożności wykonywania pewnych czynności laboratoryjnych.
6. Każdy odczynnik trzeba traktować jako potencjalnie niebezpieczny.  
Należy zapobiegać wprowadzeniu chemikaliów do organizmu oraz unikać kontaktu odczynników ze skórą rąk, twarzy i ubraniem. W razie kontaktu odczynnika ze skórą lub oczyma należy natychmiast miejsce skażenia zmyć dużą ilością wody.

#### **Nie wolno:**

- **napelniać** pipet ustami
- **próbować** smaku jakiegokolwiek odczynnika (nawet jeżeli sądzimy, jest to tylko sól kuchenna)
- **bezpośrednio wachać żadnych par i gazów**. Jeżeli instrukcja ćwiczenia przewiduje zapoznanie się z zapachem odczynnika, należy

wykonać to w sposób zademonstrowany przez prowadzącego ćwiczenia.

– **zaglądać z bliska do wnętrza** naczyń laboratoryjnych, w których znajdują się szkodliwe substancje lub prowadzi się eksperyment

– **przecierać oczu** rękami, jeżeli nie mamy pewności, że ręce te są czyste.

7. Eksperymenty, w których wydzielają się, lub są stosowane, gazy lub pary, które są palne, toksyczne, drażniące skórę i drogi oddechowe lub posiadające nieprzyjemny zapach, wykonuje się wyłącznie pod wyciągiem (dygestorium). Wszystkie czynności pod wyciągiem wykonywać na stojąco, przy włączonym wyciągu i opuszczonej szybie. Nie wkładać głowy do wnętrza wyciągu!

8. Ogrzewanie cieczy w probówkach należy prowadzić pod wyciągiem, kierując wylot probówki w stronę wnętrza wyciągu. Ogrzewając ciecz w innych naczyniach laboratoryjnych należy stosować kamyczki wrzenne. Nie wolno dodawać kamyczków wrzennych i żadnych ciał stałych do cieczy ogrzanych do temperatury bliskiej ich temperaturze wrzenia.

9. **Zawsze wlewać kwas do wody**. Mieszanie kwasu (zwłaszcza stężonego kwasu siarkowego) z wodą jest procesem silnie egzotermicznym. Woda wlana do kwasu zawrze na jego powierzchni i spowoduje wyprysnięcie kwasu.

10. W czasie eksperymentów z substancjami łatwopalnymi (większość rozpuszczalników organicznych) nie wolno używać palników gazowych. Przed użyciem palnika gazowego sprawdzić, czy w pobliżu nie znajduje się łatwopalna substancja.

11. Sprzętem szklanym należy posługiwać się ostrożnie. Szczególną ostrożność należy zachować przy cięciu rurek szklanych, osadzaniu szklanych rurek, lejków itp. w korkach gumowych, nakładaniu węży gumowych na chłodnice. Czynności te należy wykonywać ochraniając dłonie rękawicami z grubego materiału lub ściereczką. O stłuczonym sprzęcie szklanym (z wyjątkiem stłuczonych probówek, które można

wyrzucać do kosza) informować laborantów, w celu jego wymiany i natychmiast usuwać go ze stołu laboratoryjnego.

**12.** O zaistnieniu w czasie ćwiczeń awarii sprzętu itp. niezwłocznie powiadomić osobę prowadzącą zajęcia. W przypadku przerwy w dopływie wody, gazu lub prądu elektrycznego należy zakręcić odpowiednie kurki i wyłączyć urządzenia znajdujące się uprzednio pod napięciem.

**13.** Pracować w miejscu wskazanym przez prowadzącego zajęcia i nie zmieniać go w sposób dowolny. Zgłaszać prowadzącemu każdy fakt opuszczania pracowni na czas przerwy i po zakończeniu ćwiczeń.

**14. Nie wolno:**

- wykonywać eksperymentów niezatwierdzonych przez pracownika prowadzącego zajęcia laboratoryjne
- pracować w laboratorium bez opieki pracownika prowadzącego zajęcia laboratoryjne
- wnosić odczynników chemicznych poza pomieszczenia laboratoryjne.

**15.** Z wyjątkiem sytuacji nagłych, wzbronione jest bieganie w pracowni oraz jakiegokolwiek nadmierny pośpiech. Wzbronione jest zastawianie ciągów komunikacyjnych.

**16.** Nieodpowiednie żarty i inne nieodpowiedzialne zachowania w pomieszczeniach laboratoryjnych są wzbronione.

**17.** Przed przystąpieniem do wykonywania eksperymentów student ma obowiązek zapoznać się ze szczegółami doświadczenia. Należy przeczytać cały opis doświadczenia, zwracając uwagę na zamieszczone ostrzeżenia, zapoznać się z właściwościami używanych odczynników (ich palność, toksyczność, reaktywność – patrz wykaz odczynników niebezpiecznych w niniejszej instrukcji).

## PRZEPISY PORZĄDKOWE

**1.** Wyniki eksperymentów oraz obserwacje należy na bieżąco zapisywać w **zeszycie laboratoryjnym (dziennik laboratoryjny)**. Nie zapisywać na kartkach, kawałkach bibuły itp. Opisane obserwacje i wyniki przeprowadzonych eksperymentów powinny być na zakończenie ćwiczeń podpisane przez prowadzącego.

**2.** Okrycie wierzchnie należy zostawiać w szatni. Torby, teczki i itp. nie mogą znajdować się na sali laboratoryjnej. Należy je umieścić w szafkach na korytarzu. Klucze do szafek pobiera się u laborantów, pozostawiając w zastaw legitymację studencką.

**3.** Nadmiar odczynników w postaci roztworów wodnych lub roztwory po eksperymentach chemicznych wylewa się do **zlewu** przy stole laboratoryjnym **lub do zlewu pod wyciągiem**, jeśli eksperyment zgodnie z instrukcją był wykonywany pod wyciągiem, spłukując dużą ilością wody. Natomiast rozpuszczalniki organiczne lub zlewki substancji silnie toksycznych zlewa się do butelek oznaczonych napisem „zlewki...”.

**4.** Korków do butelek z odczynnikami nie należy kłaść na stole. **Nie wolno zamieniać korków w butelkach!**

**5.** Butelkę z odczynnikiem należy odstawić na właściwe miejsce.

**6.** Nie należy zabierać odczynników lub sprzętu laboratoryjnego z innych stołów. Brakujący sprzęt lub odczynnik można zawsze pobrać w pokoju laborantów.

**7.** W eksperymentach używać wody destylowanej.

**8.** Podczas ważenia nie wsypywać odczynników bezpośrednio na szalki wagi. Używać naczynek wagowych lub kawałków papieru do ważenia. Nie ważyć ciepłych ani tym bardziej gorących przedmiotów. Przedmioty ważone powinny mieć temperaturę pokojową.

**9.** Utrzymywać porządek i czystość na stołach laboratoryjnych. Po zakończonym ćwiczeniu umyć szkło laboratoryjne najpierw detergentem w wodzie z kranu, a następnie przepłukać wodą destylowaną. Używany sprzęt laboratoryjny ułożyć na tacach zgodnie z opisem i po sprawdzeniu przez panie laborantki umieścić w

odpowiedniej szafce, a taborety ustawić na stołach. Po skończonych ćwiczeniach starannie umyć ręce.

**10.** Jedna lub dwie osoby z grupy pełnią w trakcie ćwiczeń funkcję dyżurnego. Do obowiązków dyżurnego należy: pobranie kluczy do szafek, w których znajduje się sprzęt do danego ćwiczenia (w zastaw należy oddać legitymację studencką), uzupełnianie zużytego sprzętu lub odczynników w trakcie ćwiczeń oraz dopilnowanie grupy, aby pozostawiła po sobie pracownię stanie takim, w jakim jaką zastała.

**11.** Każdy student powinien posiadać zapalki lub zapalniczkę do zapalania gazu i ściereczkę.

**12.** Po zapoznaniu się z przepisami BHP oraz regulaminem pracowni każdy student podpisuje zobowiązanie do ich przestrzegania.

## WYKAZ NIEBEZPIECZNYCH ODCZYNNIKÓW

### \* 1 \* SUBSTANCJE TOKSYCZNE

Wszystkie odczynniki są substancjami potencjalnie niebezpiecznymi. Należy zapobiegać wprowadzaniu chemikaliów do organizmu oraz unikać kontaktu odczynników ze skórą rąk, twarzy i ubraniami. Poniżej wymieniono wybrane substancje silnie toksyczne. Pyły toksycznych substancji stałych oraz gazy i pary toksycznych cieczy stwarzają duże niebezpieczeństwo zatrucia podczas oddychania.

substancje stałe	gazy	ciecze
* związki arsenu	* amoniak $\text{NH}_3$	* disiarczek węgla $\text{CS}_2$
* cyjanki nieorg.	* cyjanowodór $\text{HCN}$	* chlorowcopochodne metanu i etanu (szczególnie $\text{CCl}_4$ i $\text{CHCl}_3$ )
* kwas szczawio- wy i jego sole	* fluor * chlor	* węglowodory aromatyczne (zwłaszcza benzen)
* fosfor biały	* fluorowodór $\text{HF}$	* aminy alifatyczne oraz aromatyczne (np. anilina)
* związki baru	* chlorowodór $\text{HCl}$	* brom
* związki rtęci	* jodowodór $\text{HI}$	
* związki ołowiu	* fosforowodór $\text{PH}_3$	
* związki kadmu	* arsenowodór $\text{AsH}_3$	

- \* tioacetamid (AKT)
- \* tlenek węgla  $\text{CO}$
- \* rtęć
- \* tlenki azotu  $\text{NO}_2$ ,  $\text{NO}$
- \* siarkowodór  $\text{H}_2\text{S}$
- \* metanol  $\text{CH}_3\text{OH}$
- \* ozon  $\text{O}_3$

### \* 2 \* SUBSTANCJE ŻRĄCE

*Wywołują poważne uszkodzenia przy zetknięciu ze skórą lub ich wdychaniu w postaci par lub pyłów.*

**Kwasy** – gwałtownie reagujące z zasadami:

- \* bromowodorowy  $\text{HBr}$
- \* siarkowy  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (uwaga, zachować szczególną ostrożność przy rozcieńczaniu stężonego kwasu wodą, zawsze dodawać kwas do wody!
- \* fluorowodorowy  $\text{HF}$
- \* solny  $\text{HCl}$
- \* azotowy  $\text{HNO}_3$
- \* mieszanina chromowa (tzw. chromianka) – roztwór dwuchromianu potasu w stężonym kwasie siarkowym

Zasady i tlenki zasadowe – gwałtownie reagujące z kwasami:

- \* tlenek wapniowy  $\text{CaO}$
- \* wodorotlenek wapniowy  $\text{Ca(OH)}_2$
- \* wodorotlenek potasowy  $\text{KOH}$
- \* wodorotlenek sodowy  $\text{NaOH}$

Inne:

- \* fluorowce
- \* chromiany i dwuchromiany (własności żrące wykazują również ich pyły)

### \* 3 \* SUBSTANCJE STWARZAJĄCE NIEBEZPIECZEŃSTWO POŻARU

W czasie eksperymentów z substancjami łatwopalnymi nie wolno używać palników i innych otwartych źródeł ciepła.

Przed użyciem palnika gazowego należy sprawdzić, czy w pobliżu nie znajdują się substancje łatwopalne.

\* palne ciecze (większość rozpuszczalników organicznych jest lotna i łatwopalna!):

- eter dietylowy
- węglowodory alifatyczne (np. pentan, heksan, heptan, benzyna lekka)
- węglowodory aromatyczne (np. benzen, toluen, ksylen)
- węglowodory alicykliczne (np. cyklopentan, cykloheksan)
- tetrahydrofuran THF
- aminy
- estry
- alkohole (np. metanol, etanol)
- dimetyloformamid DMF

\* palne gazy:

- wodór
- metan, etan, propan, butan
- acetylen
- fosforowodór, arsenowodór

\* palne substancje stałe:

- sól, potas (Nie gasić wodą! Gasić za pomocą gaśnicy proszkowej lub suchym piaskiem!)
- fosfor biały (Nie gasić wodą! Gasić za pomocą gaśnicy proszkowej lub suchym piaskiem!)

**\*4\* MIESZANINY POTENCJALNIE NIEBEZPIECZNE**

Silne utleniacze tworzą niebezpieczne mieszaniny ze związkami łatwo utleniającymi się, takimi jak: alkohole, węglowodory, materiały celulozowe, siarka, fosfor, węgiel aktywny, rozdrobnione metale itp.










Silne utleniacze:

- \* kwas nadchlorowy HClO<sub>4</sub>, nadchlorany, chlorany
- \* mieszanina chromowa (chromianka), chromiany i dichromiany
- \* stężony kwas azotowy (HNO<sub>3</sub>) i azotany (np. NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>)
- \* nadmanganiany
- \* skroplony tlen, skroplone powietrze

**\*5\* SUBSTANCJE RAKOTWÓRCZE**

- \* benzen
- \* aminy aromatyczne
- \* tioacetamid AKT
- \* azbest
- \* benzydyna i jej pochodne

**\*6\* WZORY ZNAKOW OSTRZEGAWCZYCH (PIKTOGRAMY)**

Piktogram	Znaczenie	Piktogram	Znaczenie	Piktogram	Znaczenie
	Produkt wybuchowy		Produkt pod ciśnieniem		Produkt zagrażający zdrowiu
	Produkt łatwopalny		Produkt żrący		Produkt poważnie zagrażający zdrowiu
	Produkt utleniający		Produkt bardzo toksyczny		Produkt niebezpieczny dla środowiska

## \* 7 \* TOKSYCZNOŚĆ SUBSTANCJI I PREPARATÓW CHEMICZNYCH

NDS – Najwyższe Dopuszczalne Stężenie [mg/m<sup>3</sup>]: stężenie substancji w postaci pyłu lub gazu, której oddziaływanie na pracownika w ciągu ośmiogodzinnego czasu pracy i przez okres jego aktywności zawodowej nie powinno spowodować ujemnych zmian w stanie zdrowia jego oraz jego przyszłych pokoleń.

NDSCh – Najwyższe Dopuszczalne Stężenie Chwilowe: j.w., lecz gdy utrzymuje się w środowisku pracy nie dłużej niż 30 min. w czasie zmiany roboczej.

NDSP – Najwyższe Dopuszczalne Stężenie Progowe: stężenie, które ze względu na zagrożenie zdrowia lub życia nie może być w środowisku pracy przekroczone w żadnym momencie.

DL<sub>50</sub> lub LD<sub>50</sub> – Dawka Letalna [mg/kg]: ilość substancji, która podana zwierzętom doświadczalnym drogą pokarmową lub na skórę powoduje zgon 50% populacji określonego rodzaju zwierząt.

CL<sub>50</sub> lub LC<sub>50</sub> – Stężenie Letalne [mg/L/h]: ilość subst. w fazie gazowej (w postaci pyłu lub gazu), która podawana zwierzętom doświadczalnym inhalacyjnie, przez czas ustalony, powoduje zgon 50% populacji określonego rodzaju zwierząt.

### TELEFONY ALARMOWE

Telefon alarmowy	112
Policja	997
Straż Pożarna	998
Pogotowie ratunkowe	999

### UDZIELANIE PIERWSZEJ POMOCY

**W laboratorium bardzo ważna jest umiejętność zachowania się w razie wypadku. Poniżej zaprezentowane zostały sposoby zachowania się w poszczególnych sytuacjach zagrożenia. W razie wypadku należy szybko ocenić sytuację, usunąć, jeśli to możliwe, przyczynę zagrożenia, ochraniać ludzi, ewakuując wszystkie osoby**

**z niebezpiecznego miejsca, po czym natychmiast wezwać pomoc - pogotowie i straż pożarną, jeżeli jest to konieczne.**

#### 2.1. Pożar.

W razie pożaru należy zachować spokój, przytomność umysłu i nie dopuścić do paniki. Należy zgasić wszelkie palniki w bliskim otoczeniu pożaru, w miarę możliwości wyłączyć instalację gazową i elektryczną oraz usunąć łatwopalne materiały; zamknąć okna i drzwi, sprawdzając przedtem, czy nikt nie pozostał w zamykanych pomieszczeniach; **ewakuować ludzi przez oznaczone wyjścia ewakuacyjne i wezwać straż pożarną.**

Następnie należy rozpocząć walkę z płomieniami, nie podejmując jednak niebezpiecznego ryzyka. Ważnym jest, by dostatecznie wcześniej opuścić pomieszczenie, w celu uniknięcia zatrucia tlenkiem węgla lub uduszenia z braku tlenu. Do gaszenia pożarów w laboratorium chemicznym najczęściej stosowane są gaśnice napełnione ditlenkiem węgla lub gaśnice proszkowe. **Wodą nie można gasić urządzeń elektrycznych.** Poza tym do gaszenia pożarów używa się piasku i ewentualnie wody z hydrantów przeciwpożarowych lub systemu zraszającego. Żarzące się materiały najlepiej gasić za pomocą gaśnic proszkowych. Do najłatwiej żarzących się materiałów należą: węgiel, drewno, papier i odzież. Piasek używany jest w przypadku palących się metali. Z kolei ditlenek węgla nie nadaje się do gaszenia palących się lub żarzących metali, bowiem ulega on redukcji z utworzeniem tlenków metali, co jest procesem silnie egzotermicznym. Małe pożary na stole laboratoryjnym gasi się zwykle gaśnicami wypełnionymi ditlenkiem węgla, bądź tłumiąc ogień kocem gaśniczym. Można także używać do tego celu piasku gaśniczego. W przypadku palenia się sodu lub potasu nie stosować gaśnic halonowych, gdyż może nastąpić wybuch. Jeżeli pali się olej lub rozpuszczalniki organiczne, nie należy do gaszenia używać wody, gdyż powoduje to rozpryskiwanie palącej się substancji. W takich wypadkach najlepsze są gaśnice proszkowe lub wypełnione dwutlenkiem węgla. **Jeżeli zapalił się człowiek, należy osobę palącą się wyrzucić na posadzkę, a następnie ugasić płomień kocem gaśniczym, wilgotnym kocem czy**

**fartuchem.** W ciężkich przypadkach oparzeń natychmiast wezwać lekarza i stosować się do jego poleceń.

## **2.2. Oparzenia ciepłe.**

W przypadku oparzenia wywołanego wysoką temperaturą (płomieniem, rozgrzanym palnikiem) należy natychmiast oparzone miejsce chłodzić zimną wodą przez długi czas. Oparzonego miejsca nie wolno niepotrzebnie dotykać ani smarować kremem, należy natomiast zabezpieczyć jałowym opatrunkiem. W wyniku poważnych oparzeń niezbędna jest pomoc lekarska. Pęcherzy powstałych w miejscach oparzenia nie wolno samodzielnie przecinać.

## **2.3. Oparzenia środkami chemicznymi.**

Miejsce oparzone stężonymi kwasami lub zasadami należy natychmiast oparzone przemywać dużą ilością wody przez okres kilkunastu minut i nanieść środek wiążący chemikalia. Postępować zgodnie z kartą charakterystyki MSDS. W przypadkach poważniejszych oparzeń, należy natychmiast wezwać pogotowie ratunkowe lub przetransportować chorego do lekarza zabierając kartę charakterystyki MSDS.

## **2.4. Dostanie się środków chemicznych do oka.**

Przy pomocy oczomyjki lub prysznicza gruntownie spłukać oko dużą ilością wody. Wezwać lekarza, przygotować kartę charakterystyki.

## **2.5. Zatrucia.**

*W przypadku zaobserwowania oznak zatrucia (ból głowy, osłabienie, duszność wymioty, omdlenie) należy zatrutego wyprowadzić na świeże powietrze i wezwać lekarza. Sposób postępowania, w zależności od typu*

*zatrucia, podano poniżej:*

### **2.5.1 Zatrucie gazami.**

W przypadku zatrucia gazami takimi, jak: gaz świetlny, tlenek węgla, arsenowodór, fosgen, tlenki azotu, amoniak, chlor, brom, chlorowodór należy natychmiast usunąć zatrutą osobę z niebezpiecznej strefy, pamiętając jednocześnie o zabezpieczeniu siebie przed zatruciem. Poszkodowanego należy przetransportować do miejsca, gdzie ma on dostęp do dużych ilości świeżego powietrza. W razie omdlenia i ustania oddechu zastosować sztuczne oddychanie. Nie stosować sztucznego oddychania w przypadku zatrucia cyjanowodorem lub fosgenem. Natychmiast sprowadzić lekarza.

**Po zatruciu tlenkiem węgla** należy doustnie podać 0,5% roztwór wodny nadtlenu wodoru (łyżkę stołową co 10 minut). Natychmiast skontaktować się z lekarzem.

**Po zatruciu tlenkami azotu** należy podawać do wdychania powietrze z parami amoniaku. Natychmiast skontaktować się z lekarzem.

**Po zatruciu żrącymi gazami**, takimi, jak: chlor, chlorowodór, bromowodór, amoniak, należy poszkodowanego wynieść na świeże powietrze. W razie utraty przytomności stosować sztuczne oddychanie. W przypadku zatrucia amoniakiem wykonuje się inhalację z rozcieńzonego kwasu octowego, zaś w przypadku gazów o charakterze kwasowym - inhalację z rozcieńzonego amoniaku. W przypadku zatrucia parami bromu można podać do wdychania pary etanolu. Natychmiast skontaktować się z lekarzem.

### **2.5.2 Połknięcie niepożądanego substancji chemicznej.**

W takim przypadku należy spowodować wymioty, podając poszkodowanej osobie wodny roztwór soli kuchennej (łyżka stołowa na szklankę wody). Nie można wywoływać wymiotów, jeżeli człowiek jest nieprzytomny, ponieważ istnieje niebezpieczeństwo zachłyśnięcia się. Nie można także wywoływać wymiotów, jeżeli pacjent połknął kwasy, zasady lub inne substancje żrące, gdyż istnieje niebezpieczeństwo dalszego uszkodzenia przewodu pokarmowego. W każdym przypadku należy wezwać lekarza!

**Po zatruciu kwasami** podaje się tlenek magnezu, wodę wapienną, a także środki osłaniające, jak: białko jaja, mleko, odwar siemienia

lnianego. W razie zapaści, w oczekiwaniu na przybycie lekarza, ułożyć chorego z nogami uniesionymi wyżej.

**Po zatruciu silnymi zasadami** należy podać środki zobojętniające, jak 0,5% roztwór kwasu octowego, cytrynowego, mlekowego lub winowego, a także środki osłaniające, jak mleko i białko jaja kurzego. Nie wolno stosować środków wymiotnych i przeczyszczających, ani też przeprowadzać płukania żołądka. Natychmiast skontaktować się z lekarzem.

**W przypadku zatrucia solami baru** stosuje się środki wymiotne. Dobrze jest podawać środek osłaniający, taki, jak mleko czy białko jaja.

**Po zatruciu związkami arsenu** można podawać środki wymiotne. Można także podawać środki osłaniające, takie, jak duże ilości mleka, białko jaja. Natychmiast skontaktować się z lekarzem.

**Zatrucie bromem** może być spowodowane przypadkowym jego zażyciem doustnie lub wdychaniem par. W przypadku zatrucia doustnego można zastosować środki wymiotne. Podaje się także tlenek magnezu, zawieszinę medycznego węgla aktywnego oraz mleko. W przypadku zatrucia parami podaje się do wdychania pary etanolu lub amoniak. Dalszej pomocy udziela lekarz.

**Zatrucia rtęcią** mogą być spowodowane wdychaniem par lub zażyciem rozpuszczalnych soli rtęci. W takim przypadku należy zastosować płukanie żołądka, które może wykonać wyłącznie lekarz. Doustnie można podać duże ilości odtłuszczonego mleka lub białko jaja. Resztki rtęci można absorbować, podając aktywny węgiel. Natychmiast skontaktować się z lekarzem.

## 2.6. Skaleczenia i zranienia.

Wyjmuje się z rany pincetą resztki obcego ciała i przez kilkanaście sekund pozwala się na krwawienie (jeśli nie jest ono zbyt obfite). Rany nie powinno się obmywać. Brzegi rany i przylegającą powierzchnię skóry dezynfekuje się jodyną. Nakłada się opatrunek. W przypadku dużego zanieczyszczenia, okolice rany obmywa się alkoholem etylowym lub wodą utlenioną, a w przypadku zanieczyszczeń substancjami nierozpuszczalnymi w alkoholu i w wodzie, oczyszczoną

benzyną. W przypadku znacznego krwawienia nakładamy opatrunek uciskowy powyżej rany. Ucisk nie powinien być stosowany dłużej niż 5 minut. Wzywamy lekarza.

## 2.7. Omdlenia.

Należy zapewnić dostęp świeżego powietrza. Osobę należy ułożyć w takiej pozycji, aby głowa spoczywała nieco niżej niż tułów. Należy rozluźnić wszystkie części garderoby utrudniające oddychanie i swobodny obieg krwi. Należy umieścić nogi omdlałego wysoko ku górze na kilkanaście sekund i wezwać pomoc medyczną.

**W każdym z w/w przypadków po udzieleniu pierwszej pomocy należy bezwzględnie udać się do lekarza z kartą charakterystyki MSDS.**

**Uwaga:** Apteczka znajduje się w pomieszczeniu laboratorium oraz w pomieszczeniu przygotowawczym.



### Ćwiczenie 1a

#### Pokaz szkła laboratoryjnego:

Nazwij podany sprzęt laboratoryjny. Do czego służy?

### Ćwiczenie 1b

#### DESTYLACJA FRAKCONOWANA ACETONU I WODY

##### Ćwiczenie wstępne:

Do trzech probówek wlej po  $1\text{ cm}^3$  acetonu,  $1\text{ cm}^3$  wody i  $1\text{ cm}^3$  mieszaniny acetonu z wodą (1/1). Do każdej z probówki dodaj kilka kryształków chlorku kobaltu(II). Zanotuj barwy.

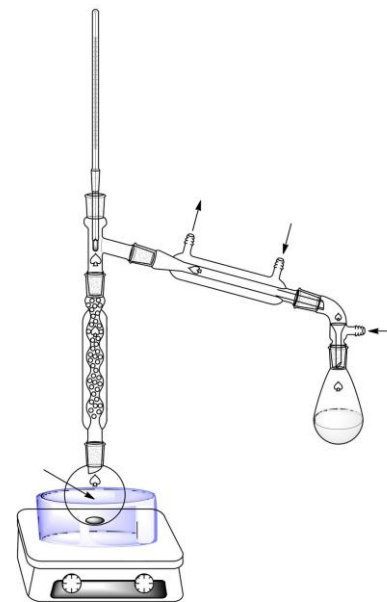
##### Ćwiczenie główne:

W kolbie okrągłodennej o pojemności  $250\text{ cm}^3$  należy umieścić kilka kamyków wrzennych, a następnie wlać do kolby przez lejek  $60\text{ cm}^3$  acetonu i  $60\text{ cm}^3$  wody. Zmontować zestaw do destylacji frakcjonowanej zgodnie z rysunkiem. Nazwij poszczególne elementy zestawu. Moc grzania płaszczu grzewczego ustawić na 9. Wykonać destylację notując czas od momentu osiągnięcia temperatury  $30^\circ\text{C}$ . Notować czas i temperaturę co 15 sekund. Do odbieralników zebrać odpowiednie frakcje. Przy ustabilizowanej temperaturze ( $\Delta T \sim \text{ok. } 3\text{-}4^\circ\text{C}$ ) zebrać frakcję pierwszą, potem, gdy temperatura zacznie rosnąć dwie frakcje pośrednie ( $64 - 70^\circ\text{C}$  oraz  $71 - 99^\circ\text{C}$ ), a następnie przy ustabilizowanej temperaturze ok.  $100^\circ\text{C}$   $5 - 10\text{ cm}^3$  drugiej głównej frakcji.

**Uwaga:** Proszę pamiętać, że temperatura wrzenia cieczy zależy od panującego ciśnienia, dlatego każdego dnia destylacja może przebiegać nieco inaczej.

##### Ćwiczenie sprawdzające:

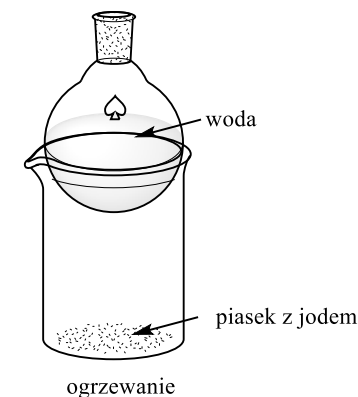
Po skończonym ćwiczeniu pobierz do probówki po  $1\text{ cm}^3$  każdej z frakcji i dodaj po kilka kryształków chlorku kobaltu(II). Wyciągnij wnioski odnośnie składu każdej z frakcji.



Ćwiczenie 1c

#### SUBLIMACJA I RESUBLIMACJA JODU

Do małej zlewki wsyp 1 dużą łyżkę mieszaniny piasku z jodem. Zlewkę przykryj małą kolbką napelnioną do połowy zimną wodą. Cały zestaw postaw na trójnogu nakrytym siatką ceramiczną. Delikatnie ogrzewaj dno zlewki płomieniem palnika. Zanotuj obserwacje. Wyjaśnij pojęcia: **sublimacja** i **resublimacja**.



Po wykonaniu ćwiczenia zlewkę oraz powierzchnię kloby należy umyć używając roztworu jodku potasu. Zlewki umieścić w oznaczonych pojemnikach. Jaka reakcja zachodzi podczas mycia szkła?

## Ćwiczenie 2

### OZNACZANIE WODY KRYSTALIZACYJNEJ W HYDRATACH

\* Krystaliczne hydraty przy ogrzewaniu do określonej temperatury tracą jedynie wodę krystalizacyjną, przechodząc w sól bezwodną, której ewentualny dalszy rozkład zachodzi w wyższych temperaturach. W ćwiczeniu, metodą analizy wagowej, oznacza się liczbę moli wody przypadającą na 1 mol krystalicznego hydratu.

*Cel ćwiczenia.* Ilustracja zasad techniki analizy wagowej i zasad stechiometrii. Przyswojenie sobie zasad ważenia. Nabycie umiejętności posługiwania się palnikiem gazowym, tygłem porcelanowym, ekсыkatorem. Technika ekstrakcji, posługiwanie się rozdzielaczem. Konstruowanie zestawu do destylacji prostej.

*Zakres materiału naukowego.* Obliczanie wzorów chemicznych na podstawie składu ilościowego związków chemicznych. Podstawy ekstrakcji.

*Literatura.* A. Śliwa "Obliczenia chemiczne"

### OZNACZANIE WODY KRYSTALIZACYJNEJ W HYDRATACH

Z ekсыkatora wyjąć tygiel porcelanowy i zważyć na wadze z dokładnością do 0,02 g. Do wszystkich ważeń używać tej samej wagi. Do tygla wsypać około 1/2 szpachelki soli wskazanej przez prowadzącego (zalecane wielkości odważek podaje tabela) i zważyć tygiel wraz próbką. Obliczyć masę soli. Tygiel z analizowaną solą ogrzewać na łaźni piaskowej (metoda A) lub bezpośrednio w płomieniu palnika gazowego (metoda B), aż do całkowitego odwodnienia soli, a następnie przenieść do ekсыkatora i pozostawić do całkowitego ostygnięcia. Ostudzony do temperatury pokojowej tygiel zważyć. Czynności ogrzewania, studzenia i ważenia powtarzać aż do uzyskania stałej masy tygla (z dokładnością do 0,02 g). Po zakończeniu ćwiczenia tygiel umyć.

#### \*\* Ogrzewanie tygla na łaźni piaskowej (metoda A)

W łaźni piaskowej ogrzewamy sole, które w temperaturach osiągniętych w tyglu ogrzewanym bezpośrednio palnikiem ulegają rozkładowi. W statywie umocować termometr umieszczony w probówce, której dno jest zanurzone w piasku. W pobliżu termometru umieścić tygiel z analizowaną solą. Rozpocząć ogrzewanie łaźni ustawiając parametry grzałek w sposób wskazany na obudowie łaźni. W trakcie ogrzewania kontrolować temperaturę, tak aby mieściła się w zakresie odpowiednim dla dehydratacji danej soli.

#### \*\*\* Ogrzewanie tygla w płomieniu palnika (metoda B)

Tygiel umieścić w trójkącie porcelanowym i ogrzewać, początkowo jak najmniejszym płomieniem. Następnie stopniowo należy zwiększać płomień, aż wewnętrzny stożek płomienia osiągnie dno tygla i rozgrzeje. Ogrzewać 5 – 10 minut.

#### \*\*\*\* Warunki analizy soli

sól	zalecana wielkość odważki	metoda ogrzewania	temperatura łaźni	barwa soli bezwodnej
$\text{CuSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	1 – 1,5 g	A	240 – 260°C	biała
$\text{CoCl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	1 – 1,5 g	A	150 – 160°C	jasnoniebieska
$\text{BaCl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	3,5 – 5 g	B		
$\text{MgSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	2 – 4 g	B		

### Ćwiczenie 3

#### REAKCJE CHEMICZNE (I)

*Cel ćwiczenia.* Obserwacja niektórych typowych reakcji chemicznych, identyfikacja produktów i zapis przemian chemicznych w postaci zbilansowanych równań chemicznych.

*Zakres materiału.* Klasyfikacja, nazewnictwo i właściwości prostych związków nieorganicznych (tlenki, wodorotlenki, kwasy, sole; typy tlenków [kwasowe, zasadowe, amfoteryczne, obojętne]). Podział pierwiastków na metale i niemetale i ich położenie w układzie okresowym. Reakcje otrzymywania soli. Wartościowość, stopień utlenienia.

*Literatura.* Dowolny podręcznik chemii nieorganicznej.

Równania chemiczne obrazują, co dzieje się w trakcie reakcji chemicznej. Aby reakcję można było przedstawić równaniem, należy ustalić wzory chemiczne substratów i produktów reakcji, a następnie dobrać współczynniki przez porównanie liczby atomów lub grup atomów po prawej i lewej stronie równania. Ustalenie produktów reakcji wymaga zaobserwowania wydzielania się gazów, tworzenia osadu lub zmiany barwy, które towarzyszą reakcji, oraz identyfikacji produktów w oparciu o ich właściwości fizyczne i chemiczne, jak również poprzez analizę. Reakcje chemiczne można podzielić na reakcje, w których zachodzi przeniesienie elektronu między atomami (reakcje redoks), oraz te, które zachodzą bez przeniesienia elektronu. Formalnie, reakcje dzieli się również na następujące typy:

synteza	$A + B \rightarrow C$
analiza	$C \rightarrow A + B$
wymiana pojedyncza	$AB + C \rightarrow AC + B$
wymiana podwójna	$AB + CD \rightarrow AD + CB$

*Wykonanie ćwiczenia.* Wykonując poniższy zestaw doświadczeń, należy na bieżąco zapisywać w dzienniku laboratoryjnym wyniki w formie następującej tabelki:

substraty	obserwacje	zidentyfikowane produkty
-----------	------------	--------------------------

Informacje zawarte w tabelce należy następnie wykorzystać do zapisania zbilansowanego równania reakcji. W równaniach produkty **gazowe** oznaczyć **strzałką** skierowaną **w górę**, natomiast produkty **nierozpuszczalne** **strzałką** skierowaną **w dół**.

**UWAGA!** W SZYBKOŚCI WSZYSTKIE DOŚWIADCZENIA NALEŻY PRZEPROWADZIĆ POD WYCIĄGIEM.

#### 1. Rozkład szczawianu żelaza(II).

Do suchej, małej próbówki wsypać 2 łyżeczki żółtego szczawianu żelaza(II). Umieścić ją w metalowej łapie i po zamocowaniu ukośnie na statywie ostrożnie ogrzewać w płomieniu palnika (**Uwaga! nie należy palić łap**). Gdy temperatura szczawianu osiągnie 160°C, rozpocznie się rozkład związku z wydzieleniem proszku metalicznego żelaza oraz gazowego dwutlenku węgla. Do próbówki wprowadzić zapalone łuczyczo w celu sprawdzenia palności powstającego gazu (jak inaczej można zidentyfikować CO<sub>2</sub>?). Ogrzewanie należy zakończyć, gdy cała zawartość próbówki z jasnożółtej stanie się matowoszara (na ściankach próbówki nie powinno być kropelek wody). Probówkę oddalić od palnika i wysypywać powoli jej zawartość do metalowej tacy. Zaobserwować spalanie się żelaza. Sprawdzić rozpuszczalność otrzymanego tlenku żelaza Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> w wodzie.

- Zapisać obserwację, ułożyć odpowiednie równania reakcji.
- Napisać reakcję identyfikacji wydzielającego się CO<sub>2</sub>.
- Wyjaśnić, dlaczego żelazo nie zapaliło się w próbówce w czasie ogrzewania.

## 2. Reakcje metali z wodą i kwasami

### 2.1. Działanie sodu metalicznego na wodę

Zlewkę o pojemności 50 cm<sup>3</sup> napęlnić do ¼ objętości wodą destylowaną. Mały kawałek sodu metalicznego, otrzymany od asystenta (na bibule do sączenia) przenieść szczypcami lub zsunać z bibuły (nie dotykać) do zlewki z wodą. Jaki gaz się wydziela? Po zakończeniu reakcji dodać do otrzymanego roztworu kroplę fenoloftaleiny.

- *Jakie jony obecne w roztworze zmieniają zabarwienie fenoloftaleiny?*
- *Wyjaśnić obserwowane zjawisko i podać cząsteczkowe i jonowe równania reakcji.*

### 2.2. Reakcja magnezu metalicznego z wodą.

Kawałek wstążki magnezowej (ok. 1 cm) oczyścić od nalotu tlenku papierem ściernym. Magnez umieścić w probówce z 2-3 cm<sup>3</sup> wody destylowanej. Zwrócić uwagę, że w temperaturze pokojowej reakcja nie zachodzi. Probówkę ogrzać płomieniem palnika. Obserwować przebieg reakcji. Do otrzymanego roztworu dodać kroplę fenoloftaleiny.

- *Jakie jony obecne w roztworze zmieniają zabarwienie fenoloftaleiny?*
- *Wyjaśnić obserwowane zjawisko i podać cząsteczkowe i jonowe równania reakcji.*

2.3. Reakcja glinu z wodą. Rola ochronnej błonki tlenkowej na powierzchni glinu. [pokaz]

**Uwaga: sole rtęci są silnie toksyczne!!**

Kawałek folii aluminiowej o pow. ok. 1 cm<sup>2</sup> oczyścić papierem ściernym, spłukać wodą, wysuszyć bibułą i wrzucić do próbki wypełnionej wodą destylowaną. Obserwować powierzchnię folii. Wylać z próbki wodę i wyjąć blaszkę. Wytrzeć ją do sucha i zwilżyć powierzchnię blaszki kroplą roztworu chlorku rtęci(II). Po upływie 2-3 min., za pomocą bibuły usunąć roztwór soli z blaszki glinowej (**użyć rękawiczek ochronnych**) i wrzucić blaszkę do małej zlewki z wodą destylowaną. Blaszkę w zlewce nakryć małym lejkiem, na lejek

nałożyć probówkę wypełnioną wodą. Obserwować wydzielanie się pęcherzyków wodoru na powierzchni blaszki. Po wypełnieniu próbki wodorem, zatkać probówkę palcem i wyciągnąć z wody. Probówkę umieścić w statywie, usunąć palec i natychmiast (wydzielający się gaz bardzo szybko dyfunduje) przytknąć zapaloną zapalną do wylotu próbki. Wyjąć blaszkę glinową z wody, zarysować ją w kilku miejscach i pozostawić na powietrzu. Obserwować tworzenie się pulchnego białego nalotu.

*Napisać równania: a) reakcji zachodzącej między glinem a chlorkiem rtęci(II); b) reakcji między glinem a wodą; c) tworzenia się pulchnego białego nalotu.*

Uwaga. Przez utworzenie amalgamatu zostaje zniszczona spoista struktura ochronnej warstwy tlenku glinu na powierzchni blaszki, pozwalając na ujawnienie prawdziwej aktywności chemicznej glinu.

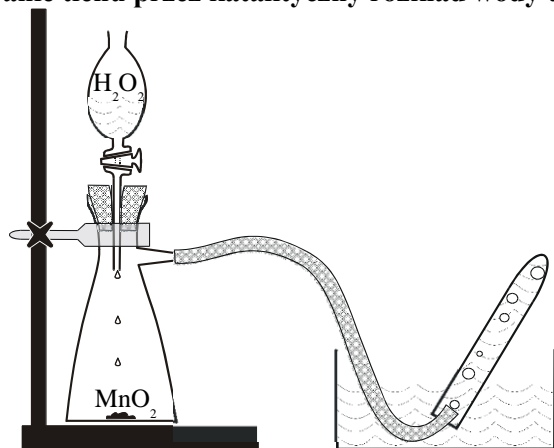
### 2.4. Reakcja cynku, magnezu i miedzi z kwasem solnym

Do trzech probówek wprowadzić po około 1 cm<sup>3</sup> 4 M roztworu kwasu solnego i do każdej wprowadzić kawałek odpowiedniego metalu (cynk, magnez, miedź). Porównać intensywność wydzielania się gazu w trzech probówkach. Kiedy reakcja biegnie dostatecznie intensywnie, do wylotu próbki przytknąć suchą probówkę w celu zebrania wydzielającego się gazu. Zidentyfikować zebrany gaz.

- *Zapisać obserwacje dla wszystkich przeprowadzonych w ćwiczeniu reakcji.*
- *Ułożyć równania reakcji.*
- *Określić stopnie utlenienia substratów i produktów.*
- *Wskazać utleniacz i reduktor.*
- *Uszeregować badane metale ze względu na ich reaktywność.*
- *Ułożyć również jonowe równania reakcji, które w tych przypadkach lepiej ilustrują proces przeniesienia elektronów.*

**Uwaga!** W jonowych równaniach pomija się jony, które nie biorą aktywnego udziału w reakcji, a służą tylko do zapewnienia elektrycznej obojętności roztworu.

### 3. Otrzymywanie tlenu przez katalityczny rozkład wody utlenionej



Zmontować aparaturę do otrzymywania i zbierania tlenu według rysunku. W kolbie ssawkowej umieścić około 1 g (jedna łyżeczka) tlenku manganu (IV). Wkraplacz wypełnić do połowy 3% roztworem wody utlenionej. Wąż gumowy umieścić w krystalnicy wypełnionej wodą. Przygotować cztery probówki (duże) wypełnione po brzegi wodą, zatkać palcem i umieścić pod wodą. Pod wodą zabrać palce z probówki (prawidłowo wprowadzona do krystalnicy probówka nie zawiera pęcherzy powietrza). Wkraplać wodę utlenioną do kolby utrzymując stałą szybkość wydzielania tlenu. Odczekać aż wydzielony tlen wypchnie powietrze z aparatury (kilka minut). Zebrać wydzielający się gaz do jednej probówki. Po wyjęciu z wody sprawdzić, czy probówka jest wypełniona czystym tlenem przy pomocy żarzącego się łuczywa. Jeśli tak, napełnić gazem pozostałe probówki pozostawiając w każdej niewielką ilość wody, zatkać korkiem gumowym **pod wodą** i pozostawić w dużej zlewce do doświadczenia 4.

- *Napisać reakcje połówkowe utleniania i redukcji  $H_2O_2$  oraz sumaryczną reakcję rozkładu (dysproporcjonowania) wody utlenionej. Tlenek manganu (IV) pełni rolę katalizatora.*

### 4. Spalanie metali i niemetali w tlenie

#### 4.1. Spalanie siarki

Na łyżce do spalań umieścić niewielką ilość **siarki**, zainicjować w płomieniu palnika zapłon i szybko umieścić całość w probówce z tlenem otrzymanym w ćwiczeniu 3. Gdy siarka przestanie się palić, wyjąć łyżkę, probówkę zatkać korkiem i wstrząsnąć. Podczas spalania uważać, by łyżka do spalań nie dotknęła dna probówki.

#### 4.2. Spalanie fosforu

Podobnie jak siarkę spalić **fosfor**.

Łyżkę do spalań, przed każdym doświadczeniem, należy umyć, wysuszyć w płomieniu palnika i całkowicie ostudzić.

#### 4.3. Spalanie magnezu (**pobrać okulary od laboranta!**)

Wstążkę **magnezową** o długości 1 - 2 cm ująć w metalowe szczytce, rozgrzać w płomieniu palnika aż się zapali i wprowadzić do naczynia z tlenem.

**UWAGA!** Podczas spalania magnezu nie patrzeć na płomień w probówce.

### 5. Reakcje tlenków z wodą i reakcje pomiędzy tak otrzymanymi roztworami

**5.1.** Produkty spalania wymieszać z wodą destylowaną (poprzez mieszanie stałych produktów spalania i wytrząsanie produktów gazowych). Probówki odkorkować pod wyciągiem i sprawdzić papierkiem uniwersalnym odczyn każdego z uzyskanych w ten sposób roztworów.

**5.2.** Do roztworu otrzymanego przez rozpuszczenie tlenku magnezu dodać kilka kropli fenoloftaleiny, a następnie dolać roztwór otrzymany w wyniku rozpuszczenia pentatlenku difosforu lub ditlenku siarki.

- *Określić charakter chemiczny badanych tlenków (w oparciu o odczyn ich roztworów wodnych) i napisać odpowiednie równania reakcji tworzenia kwasów lub zasad.*

- *Czy wszystkie tlenki są rozpuszczalne w wodzie?*
- *Jakie jony są obecne w roztworach otrzymanych przez zmieszanie tlenków z wodą?*
- *Które jony są odpowiedzialne za zmianę zabarwienia papierka uniwersalnego?*
- *Jak zmienia się barwa fenoloftaleiny w próbówce zawierającej roztwór rozpuszczonego tlenku magnezu w wodzie po dodaniu roztworu wodnego wybranego tlenku niemetalu w ćwiczeniu 5.2? Wyjaśnić przyczynę tej zmiany na podstawie równania odpowiedniej reakcji.*

## Ćwiczenie 4

### ROZDZIELANIE I OCZYSZCZANIE SUBSTANCJI METODĄ KRYSTALIZACJI I EKSTRAKCCI

*Cel ćwiczenia.* Poznanie zjawiska krystalizacji oraz metody oznaczania temperatury topnienia. Konstruowanie zestawów eksperymentalnych (ogrzewanie pod chłodnicą zwrotną, sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem).

*Zakres materiału naukowego.* Podstawy krystalizacji jako metody służącej do rozdzielenia substancji, temperatura topnienia jako kryterium czystości substancji. Prawo Nernsta.

*Literatura.* "Preparatyka organiczna", wyd. zbiorowe pod red. Bochwica, PWN Warszawa 1975, str.52 - 57, 79 - 86, 99 - 101.

#### 1. Krystalizacja kwasu benzoesowego w obecności węgla aktywnego

4 g kwasu benzoesowego technicznego przenieść do kolby o pojemności 250 cm<sup>3</sup>, dodać szczyptę węgla aktywnego, wlać 150 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i wrzucić mały kawałek porcelany (w jakim celu?). Kolbę zaopatrzyć w chłodnicę zwrotną chłodzoną bieżącą wodą.

Mieszaninę w kolbie ogrzewać w płaszczu grzejnym do całkowitego rozpuszczenia kwasu benzoesowego i utrzymywać w stanie łagodnego wrzenia przez 10 minut. Przez lejek szklany z karbowaną bibułą, ogrzany gorącą wodą, przesączyć gorący roztwór. Przesącz ochłodzić. Wykrystalizowany kwas benzoesowy odsączyć na lejku Büchnera i przemyć trzema porcjami zimnej wody. Produkt przenieść na bibułę i suszyć na powietrzu, pozostawiając do następnych zajęć. Po osuszeniu produkt zważyć i obliczyć wydajność krystalizacji.

Zmierzyć temperaturę topnienia technicznego kwasu benzoesowego oraz kwasu przekrystalizowanego. W tym celu należy z rurki szklanej wyciągnąć dwie szklane kapilary, napełnić je próbkami technicznego i przekrystalizowanego kwasu benzoesowego. Następnie pod nadzorem prowadzącego ćwiczenia asystenta przeprowadzić oznaczenie temperatur topnienia.

#### 2. Oddzielanie chlorku ołowiu(II) od chlorku srebra

Do zlewki o pojemności 100 cm<sup>3</sup> odmierzyć za pomocą cylindra miarowego 25 cm<sup>3</sup> mieszaniny roztworów Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> i AgNO<sub>3</sub>, a następnie dodać 12 cm<sup>3</sup> roztworu HCl. Roztwór wraz z osadem ogrzać do wrzenia i szybko przesączyć do czystej zlewki na lejku z sączkiem uprzednio ogrzanym gorącą wodą. Pozostały na sączku osad chlorku srebrowego przemyć porcją gorącej wody i umieścić wraz z sączkiem na szkiełku zegarkowym. Otrzymany przesącz ochłodzić wstawiając do większej zlewki z zimną wodą. Wydzielone kryształy chlorku ołowiu odsączyć.

#### 3. Ekstrakcyjny rozdział jodu i chlorku niklu(II)

Proszę podzielić studentów na grupy dwuosobowe A) oraz B)

Do rozdzielacza wlać 10 cm<sup>3</sup> roztworu wodnego jodu i oraz 10 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku niklu(II), a następnie: grupy A) 5 cm<sup>3</sup> chloroformu, grupy B) 5 cm<sup>3</sup> heksanu. Wytrząsać, rozdzielić warstwy. Zlać warstwę chloroformową lub heksanową do odbieralnika. Warstwę wodną powtórnie wytrząsać z nową porcją (5 cm<sup>3</sup>) chloroformu lub heksanu. Na szkiełko zegarkowe pobrać kilka kropel warstwy wodnej i sprawdzić, czy zawiera ona jeszcze jod, dodając skrobi. Dla porównania należy przeprowadzić na oddzielnym szkiełku reakcję charakterystyczną skrobi z jodem, używając wodnego roztworu jodu z butelki.

Porównać między grupami sposób przeprowadzonej ekstrakcji. Która metoda jest wygodniejsza?

## Ćwiczenie 7

### ROZTWORY CIAŁ STAŁYCH I CIECZY

*Cel ćwiczenia.* Poznanie techniki sporządzania roztworów (prawidłowe użycie naczyń miarowych). Nauka ważenia na wadze analitycznej.

*Zakres materiału naukowego.* Sposoby wyrażania stężeń roztworów. Przejście od jednego sposobu wyrażania stężenia do innych.

*Literatura.* A. Śliwa, "Obliczenia chemiczne"

Kolby miarowe oraz pipety zostały odłuszczone przed zajęciami. Szkło umyto detergentem, opłukano pod bieżącą wodą, a następnie przepłukano roztworem odłuszcającym. Roztwór odłuszcający zlano do butli, zaś szkło opłukano dużą ilością bieżącej wody o temperaturze zbliżonej do temperatury pokojowej. Na koniec szkło opłukano wodą destylowaną z tryskawki.

#### **UWAGA !!!**

**Roztwór odłuszcający jest silnie żrący! Procedurę mycia szkła należy wykonać w rękawicach ochronnych.**

#### **NIE WOLNO MYĆ SZKŁA MIAROWEGO W GORĄCEJ WODZIE.**

##### **1. Sporządzanie roztworu $\text{KMnO}_4$**

Odważyć na wadze analitycznej w naczynku wagowym około 0,14 g  $\text{KMnO}_4$ . Naważkę wsypać do czystej kolby miarowej o pojemności 500  $\text{cm}^3$  przez suchy lejek. Naczynko wagowe oraz powierzchnię lejka spłukać wodą destylowaną z tryskawki. Dodać około 250  $\text{cm}^3$  wody destylowanej i mieszać zawartość kolby ruchem okrężnym. Po całkowitym rozpuszczeniu osadu kolbę uzupełnić wodą destylowaną do kreski miarowej. Kolbę zamknąć korkiem i roztwór starannie wymieszać. Otrzymany roztwór rozcieńczyć pięciokrotnie. W tym celu odmierzyć 10  $\text{cm}^3$  roztworu za pomocą pipety jednomiarowej,

uprzednio przepłukanej odmierzonym roztworem. Zawartość pipety wlać do kolbki miarowej o pojemności 50  $\text{cm}^3$ . Kolbkę uzupełnić do kreski miarowej wodą destylowaną i po zatknięiu korkiem wymieszać.

*Obliczyć stężenie molowe tak otrzymanego roztworu.*

Kolbkę oddać prowadzącemu ćwiczenia do sprawdzenia wraz z zeszytem laboratoryjnym, w którym zanotowano wyniki obliczeń. Prowadzący ćwiczenia wykonuje pomiar widma absorpcyjnego UV-VIS końcowego roztworu. Zmierzone widmo należy dołączyć do sprawozdania jako zależność  $\text{Abs} = f(\lambda)$  (gdzie  $\lambda$  to długość fali światła wyrażona w nm) w zakresie 400 nm - 800 nm. Z widma należy odczytać wartość absorbancji przy  $\lambda = 525$  nm i wyznaczyć stężenie molowe roztworu, wykorzystując prawo Lamberta Beera.  $\epsilon(\text{KMnO}_4) = 2442 (+/- 30) \text{ dm}^3/(\text{mol} \times \text{cm})$ . Wyznaczyć błąd względny procentowy.

**Uwaga.** W czasie sporządzania i rozcieńczania roztworu należy pamiętać, że kolba miarowa jest kalibrowana na wlew, natomiast pipeta na wylew.

##### **2. Sporządzanie roztworu kwasu siarkowego (pokaz)**

Należy sporządzić 250  $\text{cm}^3$  0,7 M roztworu kwasu siarkowego przez rozcieńczenie 96-procentowego roztworu tego kwasu o gęstości 1,84  $\text{g/cm}^3$ . Obliczyć potrzebną objętość stężonego roztworu kwasu siarkowego. Obliczoną objętość odmierzyć cylindrem miarowym i wlewać małymi porcjami, przy ciągłym mieszaniu, do kolby stożkowej zawierającej 100  $\text{cm}^3$  wody. Pozostałego w cylindrze kwasu nie spłukiwać wodą, ponieważ cylinder jest kalibrowany na wylew. Zawartość kolby stożkowej ostudzić, a następnie przenieść ilościowo do kolby miarowej poj. 250  $\text{cm}^3$ . Kolbkę stożkową spłukać małymi porcjami wody, dołączając je do roztworu w kolbie. Dopełnić kolbę miarową wodą destylowaną do kreski. Roztwór wymieszać. Po ochłodzeniu ponownie uzupełnić wodą destylowaną do kreski miarowej.



### 3. Oznaczenie stężenia roztworu kwasu siarkowego otrzymanego w ćwiczeniu 2

Odmierzyć pipetą jednomiarową (Mohra)  $10 \text{ cm}^3$   $0,1 \text{ M}$  mianowanego roztworu (tzn. roztworu o znanym stężeniu) NaOH i umieścić w zlewce o pojemności  $100 \text{ cm}^3$  (*pamiętać o przepłukiwaniu pipety odmierzanym roztworem*). Dodać kilka kropli roztworu fenoloftaleiny.

Odmierzyć pipetą (jednomiarową)  $5 \text{ cm}^3$  roztworu  $\sim 0,7 \text{ M H}_2\text{SO}_4$  (otrzymanego w ćw. 2) i rozcieńczyć w kolbie miarowej dziesięciokrotnie. Po wymieszaniu, część roztworu otrzymanego kwasu przelać do małej zlewki, przepłukanej uprzednio przygotowanym roztworem. Pipetę miarową (z podziałką) o pojemności  $10 \text{ cm}^3$  napełnić roztworem kwasu do kreski miarowej, po czym **miareczkować** roztwór zasady w zlewce (tzn. roztwór kwasu dodawać kroplami do roztworu zasady mieszając delikatnie otrzymaną mieszaninę) do zaniku barwy fenoloftaleiny.

Zapisać objętość kwasu zużytego do zobojętnienia zasady. Miareczkowanie wykonać dwa razy. **Obliczyć średnią objętość** kwasu zużytego do zobojętnienia zawartej w zlewce zasady. Jeśli wyniki dwu miareczkowań różnią się znacznie, miareczkowanie należy przeprowadzić po raz trzeci. Obliczyć a) stężenie roztworu rozcieńczonego kwasu, b) dokładne stężenie kwasu otrzymanego w ćwiczeniu 2.

**Uwaga:** W doświadczeniu 3 przeprowadzamy miareczkowanie używając pipet z podziałką, co ma na celu utrwalenie techniki posługiwania się tym sprzętem. Standardowo do miareczkowania w laboratoriach stosuje się biurety, jak w ćwiczeniach 10 i 12.

## Ćwiczenie 9

### REAKCJE CHEMICZNE (II). WYKRYWANIE JONÓW

*Zakres materiału.* Elektrolity mocne i słabe, reakcje jonowe (podwójnej wymiany), kierunek reakcji wymiany w roztworach elektrolitów. Jonowy zapis równań reakcji. Analiza jakościowa. Reakcje charakterystyczne. Twardość wody, jej rodzaje

*Literatura:* Z.S. Szmal, T. Lipiec „Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej”, Wyd. Lekarskie, W-wa 1996, 4.3.1.1 str. 283, 4.3.1.5 str. 290, 4.3.3.2 str. 299, 4.3.6.1 str. 314.

M.J. Sienko, R.A. Plane „Chemia. Podstawy i zastosowania.” WNT, W-wa 1992, 17.5 str. 493.

#### WYPIERANIE KWASÓW I ZASAD Z SOLI

##### 1. Reakcje jonowe otrzymywania trudno rozpuszczalnych kwasów i zasad

**1.1.** Przygotować dwie probówki. Do pierwszej wlać 5 kropli roztworu **siarczanu(VI) żelaza(III)**, do drugiej – 5 kropli roztworu **chlorku glinu(III)**, a następnie do obu probówek wkraplać roztwór **NaOH** (1 M), aż do wytrącenia się osadów. Z badać rozpuszczalność otrzymanych wodorotlenków w nadmiarze zasady, oceniając ich właściwości amfoteryczne.

**1.2.** Do probówki wprowadzić 1 cm<sup>3</sup> roztworu **krzemianu sodu** i dodawać kroplami roztwór **HCl** (1M), wstrząsając probówką po dodaniu każdej porcji kwasu.

##### 2. Reakcje jonowe, w których wydzielają się produkty gazowe

*Uwaga: doświadczenia wykonać pod wyciągiem!*

**2.1.** Przygotować dwie probówki. Do pierwszej wlać 5 kropli roztworu **chlorku amonu**, do drugiej – 5 kropli roztworu **siarczanu(VI) amonu**. Do obu probówek dodać 5 kropli roztworu **NaOH**. Do wylotu probówek zbliżyć uniwersalny papierek wskaźnikowy (najpierw suchy, a następnie zwilżony wodą). Nie dotykać ścianek probówek. Następnie

probówki lekko ogrzać. Wydzielający się gaz zidentyfikować na podstawie charakterystycznego zapachu.

**2.2.** Przygotować trzy suche probówki. Do pierwszej wsypać stały **węgiel sodu**, do drugiej – stały **siarczan(IV) sodu** (siarczyn sodu), do trzeciej – stały **chlorek sodu**. Do dwóch pierwszych probówek dodać kilka kropli 1 M **kwasu siarkowego**, do trzeciej dodać kilka kropli stężonego (powyżej 50%) **kwasu siarkowego**. Ostrożnie zbadać zapach wydzielających się gazów.

**2.3.** Korzystając z dostępnych odczynników otrzymać gazowy **siarkowódór (doświadczenie przeprowadzić pod wyciągiem!)**.

*Uwaga: H<sub>2</sub>S jest silnie toksycznym gazem o nieprzyjemnym zapachu. Probówkę, w której przeprowadzono reakcję, należy bezwzględnie umyć pod wyciągiem!!!*

#### WYTRĄCANIE OSADÓW TRUDNOROZPUSZCZALNYCH SOLI

##### 3. Reakcje otrzymywania osadów soli trudnorozpuszczalnych w wodzie i badanie ich rozpuszczalności w kwasach. Reakcje charakterystyczne jonów.

Do dwóch probówek wlać po kilka kropli roztworu zawierającego **jony węglanowe** (CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, w postaci soli sodowej Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>). Do pierwszej dodawać kroplami roztwór **azotanu(V) srebra(I)**, do drugiej – roztwór **chlorku baru**. Jeżeli w reakcji wydzieli się osad, należy zbadać jego rozpuszczalność w 1 M roztworze **HNO<sub>3</sub>**.

Doświadczenie powtórzyć badając **jony chlorkowe** (Cl<sup>-</sup>) oraz **jony siarczanowe** (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>). Jako źródeł badanych anionów użyć odpowiednich soli sodowych.

Wyniki przeprowadzonych reakcji (barwę osadu i jego rozpuszczalność w kwasie) zamieścić w tabeli:

	$\text{CO}_3^{2-}$	$\text{SO}_4^{2-}$	$\text{Cl}^-$
$\text{Ba}^{2+}$			
rozpuszczalność osadu w $\text{HNO}_3$			
$\text{Ag}^+$			
rozpuszczalność osadu w $\text{HNO}_3$			

#### 4. Analiza zawartości jonów obecnych w wodzie wodociągowej. Porównanie czystości wody wodociągowej i destylowanej

4.1. Zagotować w jednej zlewce 50 cm<sup>3</sup> wody destylowanej, a w drugiej – 50 cm<sup>3</sup> wody wodociągowej. Po ostudzeniu porównać zawartość obu zlewek.

4.2. Do zlewki wlać 50 cm<sup>3</sup> wody wodociągowej (odmierzonej cylindrem miarowym). Do wody dodać 2 cm<sup>3</sup> 2 M  $\text{HNO}_3$ , zamieszać roztwór, następnie dodać 2 cm<sup>3</sup> 5% roztworu  $\text{BaCl}_2$  i znowu zamieszać. Te same czynności powtórzyć dla próbki 50 cm<sup>3</sup> wody destylowanej. Po upływie 15 minut porównać próbki.

Zidentyfikować wytrącony osad, biorąc pod uwagę reakcje przeprowadzone w doświadczeniu 3 oraz uwzględniając, że do próbek wody przed reakcją z jonami  $\text{Ba}^{2+}$  dodano  $\text{HNO}_3$ .

4.3. Do zlewki wlać 50 cm<sup>3</sup> wody wodociągowej, zakwasić 2 cm<sup>3</sup> 2 M  $\text{HNO}_3$ , dodać 1 cm<sup>3</sup> 0.1 M roztworu  $\text{AgNO}_3$  i wymieszać. Analogiczne czynności powtórzyć dla próbki wody destylowanej. Porównać wyniki otrzymane dla obydwu próbek.

Zidentyfikować wytrącony osad, biorąc pod uwagę reakcje przeprowadzone w doświadczeniu 3 oraz uwzględniając, że do próbek wody przed reakcją z jonami  $\text{Ag}^+$  dodano  $\text{HNO}_3$ .

4.4. Do jednej zlewki wlać 50 cm<sup>3</sup> wody wodociągowej, do drugiej 50 cm<sup>3</sup> wody destylowanej. Do każdej próbki wody dodać 2 cm<sup>3</sup> 2 M

$\text{HNO}_3$  i ogrzać do wrzenia w celu utlenienia związków Fe(II) (ewentualnie obecnych) do związków Fe(III).

Przeprowadzić w próbówce reakcję charakterystyczną między jonami  $\text{Fe}^{3+}$  i jonami  $\text{SCN}^-$ , odcierając do próbówki po kilka kropli roztworów odpowiednich odczynników. Zanotować obserwacje. Napisać równanie reakcji.

Ostudzone próbki wody wodociągowej i destylowanej przelać do cylindrów miarowych i dodać po 5 cm<sup>3</sup> 20% roztworu **tiocyjanianu (rodanku) potasowego** ( $\text{KSCN}$ ). Porównać obie próbki, patrząc od góry na cylindry ustawione na białej kartce. Określić, jaki jon zidentyfikowano.

#### Uzupełnienie: Reguły rozpuszczalności w wodzie soli i wodorotlenków pospolitych kationów

##### *Substancje rozpuszczalne*

- Wszystkie *azotany* są rozpuszczalne.
- Wszystkie *octany* są rozpuszczalne.
- Wszystkie *chlorki, bromki i jodki* są rozpuszczalne z wyjątkiem chlorków, bromków i jodków srebra(I), rtęci(I) i ołowiu(II).
- Wszystkie *siarczany* są rozpuszczalne z wyjątkiem siarczanów baru, strontu i ołowiu;  $\text{CaSO}_4$ ,  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  i  $\text{Hg}_2\text{SO}_4$  są słabo rozpuszczalne
- Wszystkie sole *sodowe, potasowe i amonowe* są rozpuszczalne z wyjątkiem  $\text{Na}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ ,  $\text{K}_2\text{PtCl}_6$ ,  $\text{K}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6$ ,  $\text{KClO}_4$  i odpowiednich soli amonowych

##### *Substancje praktycznie nierozpuszczalne*

- Wszystkie *wodorotlenki* z wyjątkiem wodorotlenków metali alkalicznych i  $\text{Ba}(\text{OH})_2$ ;  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  i  $\text{Sr}(\text{OH})_2$  są słabo rozpuszczalne.
- Wszystkie *obojętne węglany i fosforany* są nierozpuszczalne z wyjątkiem amonowych oraz litowców.
- Wśród *wodorowęglanów* i *wodorofosforanów* jest wiele rozpuszczalnych.
- Wszystkie *siarczki* są nierozpuszczalne z wyjątkiem amonowego, litowców i berylowców.

## Ćwiczenie 10

### DYSOCJACJA ELEKTROLITYCZNA SUBSTANCJI W ROZTWORZE

*Cel ćwiczenia.* Obserwacja przewodzenia prądu przez roztwory. Interpretacja obserwacji na gruncie teorii dysocjacji elektrolitycznej

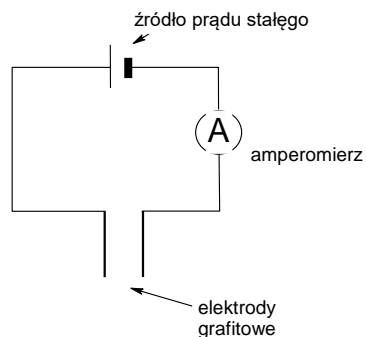
*Zakres materiału naukowego.* Elektrolity i nieelektrolity. Wiązanie jonowe i atomowe. Teoria dysocjacji elektrolitycznej. Układanie jonowych równań reakcji chemicznych

*Literatura.* L. Pajdowski, "Chemia ogólna", od rozdziału 14.1.1 do 14.2, A. Bielański, "Chemia ogólna", rozdz. 8.1.

M. J. Sienko, R. A. Plane, "Chemia. Podstawy i własności", WNT Warszawa 1980; Rozdz. 8.4.; 8.5.; 8.6.

Przewodnictwem elektrycznym nazywamy *odwrotność oporu elektrycznego*. Przewodnictwo elektryczne jest więc współczynnikiem proporcjonalności w zależności natężenia prądu od przyłożonego napięcia (prawo Ohma). Jednostką przewodnictwa jest siemens. W metodzie zastosowanej w ćwiczeniu mierzy się *natężenie prądu* przepływającego przez roztwór przy ustalonym napięciu. Wartość natężenia prądu jest miarą przewodnictwa roztworu.

*Aparatura.* Zestawić w obwód szeregowo: źródło prądu stałego (zasilacz), miliamperomierz, parę elektrod grafitowych. Zapoznać się z instrukcją obsługi miernika prądu.



### 1. Porównanie przewodnictwa roztworów różnych związków o tym samym stężeniu

**1.1.** Posługując się 0,1 M roztworem HCl zbadać wpływ głębokości zanurzenia elektrod na natężenie prądu. Na elektrodzie zaznaczyć ołówkiem w jednakowych odstępach pięć pomiarowych punktów. Dla każdego z nich zmierzyć natężenia prądu. Wnioski z eksperymentu uwzględnić w następnych ćwiczeniach.

**1.2.** Zbadać względne przewodnictwo następujących roztworów o jednakowych stężeniach (0,1 M): HCl, CH<sub>3</sub>COOH, NaOH, NH<sub>3</sub>(aq), NaCl, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH.

**Uwaga!** Aby ograniczyć zużycie odczynników, w dośw. 1.2. należy użyć jednego zestawu zlewek z wymienionymi roztworami dla wszystkich 2-osobowych grup.

### 3. Wpływ rozcieńczenia na przewodnictwo kwasu solnego i octowego

Zmierzyć natężenie prądu dla roztworów kwasu solnego i octowego o stężeniach: **0,5 M; 0,4 M; 0,3 M; 0,2 M; 0,1 M; 0,05 M i 0,025 M.**

*Sporządzanie roztworów.*

Należy przygotować po 25 cm<sup>3</sup> roztworów kwasu solnego i po 50 cm<sup>3</sup> roztworów kwasu octowego.

**a)** Roztwory o stężeniach: **0,5 M; 0,4 M; 0,3 M i 0,2 M** sporządzić używając cylindrów miarowych, poprzez odpowiednie rozcieńczenie roztworu **1 M**. Do cylindra o odpowiedniej objętości (25 cm<sup>3</sup> dla kwasu solnego i 50 cm<sup>3</sup> dla kwasu octowego) wlać obliczoną objętość kwasu 1M i uzupełnić wodą do kreski. Roztwór z cylindra przelać do suchej zlewki o pojemności 50 cm<sup>3</sup> i delikatnie zamieszać.

**b)** Roztwory kwasów o stężeniach: **0,1 M i 0,05 M** należy sporządzić przez stopniowe rozcieńczenie roztworu **0,2 M**. Ponownie przyrządzić roztwór 0,2 M. W celu otrzymania roztworu 0,1 M, roztwór 0,2 M przelać do cylindra o 2 razy większej pojemności, uzupełnić do kreski i przelać do suchej zlewki celem wymieszania. Połowę roztworu ze

zlewki użyć do sporządzenia roztworu 0,05 M (rozcieńczając dwukrotnie w większym cylindrze), drugą połowę użyć do pomiarów.

c) Roztwór **0,025 M** sporządzić z roztworu **0,05 M** powtarzając powyższą procedurę.

**Uwaga!!** Przygotowanie roztworów o zadanym stężeniu metodą rozcieńczania przy pomocy **cylindra nie jest metodą** prowadzącą do uzyskania roztworów o **dokładnym, analitycznym stężeniu**. Dokładność stężenia roztworu, otrzymanego przez prawidłowe i staranne rozcieńczanie roztworów za pomocą cylindra miarowego, jest jednak wystarczająca do uzyskania prawidłowych wyników w wykonywanym ćwiczeniu.

#### *Wykonanie pomiarów*

Pomiary wykonujemy w zlewkach o **pojemności 50 cm<sup>3</sup>**, umieszczając w nich każdorazowo **25 cm<sup>3</sup>** roztworu kwasu **solnego** i **50 cm<sup>3</sup>** kwasu **octowego**. Do zlewki wkładamy elektrody, opierając ich końce o dno naczynia. Notujemy wartość natężenia przepływającego prądu.

**Uwaga!** W danej serii pomiarów stosujemy tę samą zlewkę w celu uniknięcia błędów związanych z wpływem głębokości zanurzenia elektrod.

### **3. Reakcje w roztworach elektrolitów**

Biuretę umocować w statywie, umyć ją wodą destylowaną. Biuretę przepłukać 0,2 M roztworem HCl, a następnie napełnić tym roztworem do kreski. Do zlewki o pojemności 150 cm<sup>3</sup> odmierzyć 30 cm<sup>3</sup> 0,1M NaOH i dodać 2 krople roztworu fenoloftaleiny. Zmierzyć natężenie prądu. Do zlewki dodawać roztwór kwasu z biurety, porcjami po 1,5 cm<sup>3</sup>. Po każdorazowym dodaniu porcji kwasu zmierzyć natężenie prądu, pamiętając o zanurzeniu elektrod na tę samą głębokość i wymieszaniu roztworu. Pomiary powtarzać aż do zużycia całego roztworu z biurety. Zanotować objętość kwasu, przy której nastąpiła zmiana barwy roztworu.

Ćwiczenie powtórzyć dla zestawu Ba(OH)<sub>2</sub> – H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Do zlewki zawierającej 30 cm<sup>3</sup> roztworu Ba(OH)<sub>2</sub> o nieznanym stężeniu oraz 2 krople fenoloftaleiny dodawać z biurety 0,2 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

### **\*Komentarz do ćwiczenia 3. Wpływ rozcieńczenia na przewodnictwo roztworu kwasu solnego i octowego**

Dla ustalonego położenia elektrod natężenie prądu przepływającego przez roztwór przy przyłożonym stałym napięciu jest wprost proporcjonalne do ilości nośników prądu, tj. do stężenia jonów substancji zdysocjowanej znajdującej się w roztworze. Dla mocnego elektrolitu (zdysocjowanego w 100%) istnieje zatem prosta proporcjonalność między stężeniem analitycznym (całkowitym) substancji a natężeniem prądu. W roztworze substancji słabo zdysocjowanej *AB* należy uwzględnić równowagę dysocjacji:



$$K = \frac{[A^+] \cdot [B^-]}{[AB]}$$

$$c = [AB] + [A^+] = [AB] + [B^-]$$

gdzie:

*K* - stała dysocjacji

*c* - stężenie całkowite substancji rozpuszczonej

[*AB*], [*A*<sup>+</sup>], [*B*<sup>-</sup>] - stężenia (aktywności) odpowiednich form obecnych w roztworze.

Ponieważ [*A*<sup>+</sup>] = [*B*<sup>-</sup>] oraz [*AB*] = *c* - [*A*<sup>+</sup>] to:

$$K = \frac{[A^+]^2}{c - [A^+]}$$

Dla niezbyt rozcieńczonych roztworów (małych wartości stopnia dysocjacji), gdy stężenie formy zdysocjowanej jest małe w stosunku do stężenia całkowitego  $c$  można przyjąć, że:

$$K \cdot c = [A^+]^2$$

stąd

$$[A^+] = \sqrt{K \cdot c}$$

Ponieważ

$$I \sim [A^+], \quad \text{zatem } I \sim \sqrt{c}$$

## Ćwiczenie 11

### STĘŻENIE JONÓW WODOROWYCH I WSKAŹNIKI pH

*Cel ćwiczenia.* Opanowanie kolorymetrycznej metody wyznaczenia stężenia jonów wodorowych przy użyciu wskaźników alkacymetrycznych.

Obliczanie stężenia  $H^+$  i  $OH^-$  oraz pH i pOH.

*Zakres materiału.* Iloczyn jonowy wody. Pojęcie pH, pOH. Wskaźniki pH. Definicje kwasów i zasad według Teorii Arrheniusa i Brönsteda. Odczyn wodnych roztworów soli.

*Literatura.* M. J. Sienko, R. A. Plane, "Chemia. Podstawy i zastosowania", WNT Warszawa 1999; Rozdz. 9.1.; 9.8, 15.3., L. Jones, P. Atkins, „Chemia ogólna”, PWN, Warszawa 2004, Rozdz.15, 16.1-16.3, str. 693-745.

#### 1. Barwy wskaźników w roztworach o różnych wartościach pH

Używając świeżej, podwójnie destylowanej wody, przygotować 50 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego o **pH = 2** przez dziesięciokrotne rozcieńczenie 0,1 M wzorcowego roztworu HCl o **pH = 1**. Z kolei, rozcieńczając dziesięciokrotnie roztwór o **pH = 2**, otrzymać roztwór o **pH = 3**. Analogicznie sporządzić roztwór o **pH = 12** przez rozcieńczenie 0,1 M roztworu NaOH.

Roztwory sporządzić, używając czystej i przemytej odpowiednim roztworem pipety oraz czystej i przepłukanej podwójnie destylowaną wodą kolby miarowej. W przypadku roztworów o pH od 4 do 11 należy stosować gotowe roztwory wzorcowe (roztwory buforowe).

W statywie umieścić 13 suchych i czystych probówek. Do każdej z nich wprowadzić ok. 3 cm<sup>3</sup> odpowiedniego roztworu wzorcowego (o pH od 1 do 13) i dodać po kilka kropel jednego z poniższych wskaźników:

\*fiolet metylowy  
\*oranż metylowy

\*lakmus  
\*fenoloftaleina

\*czerwień metylowa  
\*zieleń bromokrezolowa  
\*błękit bromotymolowy

\*tymoloftaleina  
\*żółcień alizarynowa  
\*karmin indygo

Zanotować barwy każdego ze wskaźników w poszczególnych roztworach, określić zakres pH, w jakim następuje zmiana barwy.

#### 2. Oznaczanie stężenia jonów wodorowych w roztworach

**2.1.** Pobrać od prowadzącego ćwiczenia roztwór do analizy. Oznaczyć pH roztworu przez porównanie zabarwienia wskaźników w tym roztworze z przygotowaną w poprzednim ćwiczeniu skalą. W tym celu pobrać porcję badanego roztworu do suchej i czystej probówki i dodać kilka kropli wskaźnika. Określić możliwy zakres wartości pH. Kolejne próby wykonać z nowymi porcjami badanego roztworu dobierając wskaźniki, których zmiana barwy zachodzi w zakresie pH wyznaczonym w pierwszej próbie. Sprawdzić u prowadzącego poprawność oznaczonej wartości pH.

**2.2.** W probówkach sporządzić roztwory podanych soli;  $NH_4Cl$ ,  $Na_2CO_3$ ,  $Na_2SO_3$ ,  $NaHSO_3$ ,  $NaHCO_3$ ,  $CH_3COONa$ ,  $AlCl_3$ ,  $CH_3COONH_4$ , rozpuszczając szpatułką soli w wodzie podwójnie destylowanej. Oznaczyć pH roztworów przy pomocy wskaźnika uniwersalnego. Skalę pH dla wskaźnika uniwersalnego sporządzić jak w doświadczeniu 1.

#### 3. Równowagi w roztworach słabych elektrolitów. Przesunięcie równowagi (efekt wspólnego jonu)

Do probówki wprowadzić ok. 3 cm<sup>3</sup> 1 M roztworu kwasu octowego, dodać kilka kropli oranżu metylowego. Oznaczyć pH roztworu. Dodać 3 cm<sup>3</sup> 1 M roztworu octanu sodu i ponownie oznaczyć pH roztworu.

Do 3 cm<sup>3</sup> 0,1 M roztworu amoniaku dodać dwie krople tymoloftaleiny, a następnie 3 cm<sup>3</sup> 0,1 M roztworu chlorku amonu. Określić zmianę pH roztworu.

## Ćwiczenie 12

### STAŁA RÓWNOWAGI. MIARECZKOWANIE PEHAMETRYCZNE. ROZTWORY BUFOROWE

*Cel ćwiczenia.* Wyznaczenie krzywej miareczkowania alkacymetrycznego dla słabych elektrolitów. Metody wyznaczania stałych kwasowych. Tworzenie się i stałość pH mieszanin buforowych.

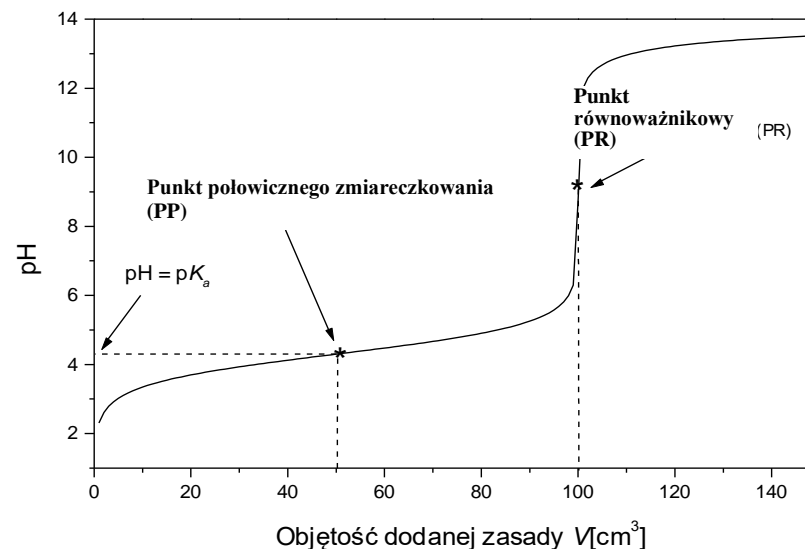
*Zakres materiału.* Roztwory buforowe. Zmiany pH w procesach zobojętniania. Podstawy analizy miareczkowej.

*Literatura:* L. Jones, P. Atkins, „Chemia ogólna”, PWN, Warszawa 2004, Rozdz. 16.4 – 16.10, str. 745 – 767.

M. J. Sienko, R. A. Plane, „Chemia. Podstawy i własności”, WNT Warszawa 1980; rozdz. 12.4.; 12.5.

Metoda miareczkowania pehametrycznego (potencjometryczna) polega na dodawaniu roztworu zasady lub kwasu o znanym stężeniu (*titranta*) do roztworu badanego kwasu lub zasady (*analitu*) i mierzeniu wartości pH po każdej dodanej porcji titranta. Na podstawie zbioru danych z tak przeprowadzonego miareczkowania wykreśla się krzywą miareczkowania, tj. zależność wartości pH od ilości dodanego titranta. Tak zwany **punkt równoważnikowy (PR)** odpowiada etapowi, w którym zmieszano stechiometryczne ilości kwasu i zasady. W pobliżu tego punktu (**PR**) krzywa  $\text{pH} = f(V_{\text{titranta}})$  wykazuje charakterystyczny skok, tj. znaczną zmianę wartości pH spowodowaną niewielką zmianą objętości dodanego titranta. Przyjmuje się, że **punkt równoważnikowy (PR)** znajduje się w połowie skoku krzywej miareczkowania. Znając objętość zużytego titranta (wynikającą z położenia **PR** na krzywej miareczkowania) oraz jego stężenie można łatwo obliczyć liczbę moli miareczkowanego elektrolitu obecną w badanym roztworze. Znając z kolei wyjściową objętość ( $V_0$ ) badanego roztworu elektrolitu, można wyznaczyć jego stężenie  $c_0$ .

Krzywa miareczkowania może służyć również do wyznaczenia wartości stałej dysocjacji kwasu lub zasady, a ściślej mówiąc, stałej równowagi reakcji przeniesienia protonu z cząsteczki kwasu na cząsteczkę wody ( $K_a$ ) lub z cząsteczki wody na cząsteczkę zasady ( $K_b$ ). Rozważmy to dla przypadku stałej dysocjacji słabego kwasu HA, dla którego równowaga przeniesienia protonu ma postać:



Przykładowa krzywa miareczkowania słabego kwasu mocną zasadą

Stała równowagi  $K_a$  dla tej reakcji:

$$K_a = \frac{[\text{H}_3\text{O}^+][\text{A}^-]}{[\text{HA}]}$$

zawiera równowagowe stężenia jonów i cząsteczek biorących udział w tej równowadze.

Po przekształceniu:

$$[\text{H}_3\text{O}^+] = K_a \frac{[\text{HA}]}{[\text{A}^-]}$$



Ponieważ  $\text{pH} = -\log[\text{H}_3\text{O}^+]$ , możemy powyższe wyrażenie doprowadzić do postaci:

$$-\log[\text{H}_3\text{O}^+] = -\log K_a - \log \frac{[\text{HA}]}{[\text{A}^-]}$$

$$\text{lub: } \text{pH} = \text{p}K_a - \log \frac{[\text{HA}]}{[\text{A}^-]}$$

gdzie  $\text{p}K_a = -\log K_a$ .

Jeśli stężenia równowagowe kwasu HA i sprzężonej z nim zasady  $\text{A}^-$  są równe, czyli  $[\text{HA}] = [\text{A}^-]$ , to  $\text{pH} = \text{p}K_a$ , gdyż stosunek tych stężeń  $[\text{HA}]/[\text{A}^-] = 1$ , i stąd  $\log([\text{HA}]/[\text{A}^-]) = 0$ .

W trakcie miareczkowania kwasu mocną zasadą dokonujemy zmiany stosunku stężeń równowagowych kwasu HA i sprzężonej z nim zasady  $\text{A}^-$  przez przesuwanie położenia równowagi (1) w prawo w wyniku wiązania jonów  $\text{H}_3\text{O}^+$  w reakcji zobojętnienia:



Wartości stężeń równowagowych form HA i  $\text{A}^-$  w miareczkowanym roztworze zrównają się, jeśli dodamy zasadę w ilości **stanowiącej dokładnie połowę** liczby moli miareczkowanego kwasu, co odpowiada tzw. **Punktowi połowicznego zmiareczkowania (PP)** roztworu. Punkt ten odpowiada objętości titranta równej dokładnie połowie objętości zużytej w punkcie równoważnikowym (PR). Wartość pH w punkcie połowicznego zmiareczkowania (PP) jest równa wartości  $\text{p}K_a$  badanego kwasu.

W przypadku miareczkowania słabej zasady mocnym kwasem analogiczne rozważania prowadzą do wniosku, że wartość pH w PP jest równa  **$\text{p}K_a$  dla kwasu sprzężonego z tą zasadą**. Wartość  **$\text{p}K_b$**  obliczamy, odejmując pH w PP od 14.

## 1. Wyznaczanie krzywej miareczkowania – oznaczanie stężenia kwasu lub zasady i stałej dysocjacji

Do zlewki o pojemności  $150 \text{ cm}^3$  pobrać, z biurety wskazanej przez prowadzącego, **dokładnie**  $25 \text{ cm}^3$  **wyjściowego** roztworu badanego elektrolitu. Dodać tyle wody destylowanej, aby sumaryczna objętość roztworu wyniosła ok.  $75 \text{ cm}^3$ . Wodę dodajemy w celu zwiększenia objętości mierzonego roztworu i uzyskania odpowiedniego zanurzenia elektrody. **Czy po rozcieńczeniu wodą zmieniła się liczba moli badanego elektrolitu?**

Zlewkę umieścić na stoliku mieszadła magnetycznego podłączonego do sieci. Na dnie zlewki umieścić serce mieszadła i, regulując napięcie na autotransformatorze, dobrać taką szybkość obrotów, aby mieszadło wirowało w płaszczyźnie dna zlewki, **bez podskakiwania**.

Ostrożnie zanurzyć koniec elektrody kombinowanej\*, podłączonej do pehametru, w roztworze badanego elektrolitu. Elektroda powinna być umieszczona w ten sposób, aby dolny koniec jej osłony dzieliła od dna naczynia odległość ok. 1 cm, a od poziomu roztworu – 4 cm. Zestaw umieścić pod wylotem biurety przepłukanej uprzednio i napełnionej roztworem titranta (kwasu lub zasady o znanym stężeniu). **Upewnić się, że część biurety poniżej kurka wypełniona jest roztworem.**

Zmierzyć pH roztworu badanego elektrolitu w punkcie początkowym.

Włączyć mieszanie i dodawać porcje po  $0,5 \text{ cm}^3$  z biurety notując objętość dodanego roztworu titranta oraz wartość pH roztworu w zlewce po dodaniu każdej porcji. Miareczkowanie prowadzić do momentu, gdy zmiany pH powodowane dodawaniem kolejnych porcji roztworu z biurety będą już nieznaczne. **Przed wylaniem roztworów wyjąć rdzenie mieszadeł ze zlewek!!!**

\* Elektroda kombinowana – ogniwo złożone z elektrody szklanej i elektrody porównawczej (o stałym potencjale: kalomelowej lub chlorosrebrowej). SEM tego ogniwa zależy od pH roztworu, w którym zanurzona jest elektroda.

## 2. Wyznaczanie wartości stałej dysocjacji kwasowej metodą połowicznego zmiareczkowania.

Do zlewki o pojemności 250 cm<sup>3</sup> nalać ok. 20 cm<sup>3</sup> elektrolitu (tego samego, co w ćw. 1) i dodać cylindrem miarowym 100 cm<sup>3</sup> wody. Uzyskany roztwór podzielić na dwie równe objętości za pomocą cylindra miarowego.

Do jednej objętości elektrolitu, umieszczonej w kolbce stożkowej, dodać 2-3 krople fenolftaleiny, a następnie dodawać z biurety 0,1 M roztwór odpowiedniego titranta, aż do uzyskania trwałego zabarwienia wskaźnika lub do zaniku zabarwienia. Do tak przygotowanego roztworu dodać drugą objętość roztworu badanego elektrolitu.

*Po zmieszaniu obu objętości uzyskuje się roztwór połowicznie zmiareczkowany (do elektrolitu została dodana tylko połowa stechiometrycznej ilości odpowiedniego titranta).*

Wykonać pomiar pH dla końcowego roztworu. Zmierzona wartość pH jest równa pK<sub>a</sub> badanego kwasu lub kwasu sprzężonego z badaną zasadą.

**Uwaga:** Roztwór zachować do dalszych doświadczeń.

## 3. Potencjometryczne badanie stałości pH roztworu buforowego

Roztwór, uzyskany w doświadczeniu 2 w wyniku zmieszania zobojętnionej i niezobojętnionej porcji elektrolitu, jest mieszaniną równej liczby moli słabego kwasu i zasady sprzężonej z tym kwasem i może być używany jako **roztwór buforowy**.

Przygotować dwie porcje po ok. 30 cm<sup>3</sup> roztworu z doświadczenia 2. Do jednej z nich dodać 5 kropeł 0,1 M roztworu HCl, a do drugiej 5 kropeł 0,1 M roztworu NaOH i wykonać pomiar pH obu roztworów pH-metrem.

Dla 30 cm<sup>3</sup> wody destylowanej zmierzyć wartość pH, a następnie dodać 5 kropeł 0,1 M roztworu HCl i oznaczyć ponownie pH. Podobny eksperyment

wykonać dla innej porcji wody destylowanej dodając do niej 5 kropeł 0,1 M roztworu NaOH.

W innej zlewce przygotować roztwór składający się z 10 cm<sup>3</sup> roztworu z doświadczenia 2 i 20 cm<sup>3</sup> wody destylowanej. Oznaczyć wartość pH uzyskanego roztworu.

**Przed wylaniem roztworów wyjąć rdzenie mieszadeł ze zlewek!!!**

## Ćwiczenie 14

### REAKCJE UTLENIANIA I REDUKCJI

*Cel ćwiczenia.* Umiejętność dobierania współczynników w reakcjach utleniania i redukcji (redoks), pisanie reakcji połówkowych, układanie równań reakcji redoks.

*Zakres materiału.* Równania reakcji redoks.

*Literatura.* A. Śliwa, „Obliczenia chemiczne”, rozdz. 12.5

L. Jones, P. Atkins, „Chemia ogólna”, PWN, Warszawa 2004, Rozdz. 18.1, 18,2 str. 833 – 839.

M. M. Sienko, R. Plane „Chemia. Podstawy i zastosowania” W.N.T. W-wa 1992, 1999, Rozdz. 2.9, 9.5, 11.13.

*Wykonanie ćwiczenia.* Zestaw poniższych ćwiczeń każdy student wykonuje indywidualnie. Należy stosować minimalne ilości odczynników. Roztwory należy nalewać traktując podane w instrukcji ilości jako zalecane proporcje objętościowe. Obserwować przebieg reakcji (zmiany barw roztworów, wydzielanie się gazów, wytrącanie lub rozpuszczanie osadów). Po przeprowadzeniu każdej reakcji zapisać obserwacje, zidentyfikować produkty reakcji. **Ćwiczenia należy wykonywać pod wyciągiem, próbówki po ich wykonaniu (zwłaszcza w ćwiczeniach 2, 3, 4) opróżnić i umyć przynajmniej wstępnie również pod wyciągami.**

#### 1. Wpływ odczynu środowiska na reakcje manganianu(VII) potasu.

Do trzech probówek wprowadzić po 5 kropli 0,02 M roztworu manganianu(VII) potasu  $\text{KMnO}_4$  (zwanego tradycyjnie nadmanganianem potasu).

Ponadto

- do probówki nr 1 dodać 5 kropli 12 M kwasu siarkowego,
- do probówki nr 2 dodać 5 kropli wody,
- do probówki nr 3 dodać 5 kropli 12 M roztworu  $\text{NaOH}$ .

Do wszystkich probówek wprowadzać kroplami 0,02 M roztwór wodorosiarczynu(IV) sodu  $\text{NaHSO}_3$  (nazwa tradycyjna: wodorosiarczyn sodu), aż do zmiany zabarwienia roztworów.

*Produkty redukcji  $\text{KMnO}_4$  zidentyfikować na podstawie zabarwienia otrzymanego roztworu, wiedząc, że barwa związków manganu zależy od jego stopnia utlenienia oraz od stężenia:*

$\text{MnO}_4^-$  – fioletowy do różowego

$\text{MnO}_4^{2-}$  – zielony

$\text{MnO}_2$  – brunatny osad (w przypadku małej ilości widoczne jest żółtobrazowe zabarwienie roztworu)

$\text{Mn}^{2+}$  – bezbarwny lub blad różowy.

*Określić, jakiej przemianie chemicznej ulega  $\text{NaHSO}_3$  w każdej reakcji, pamiętając, że w roztworze silnie zasadowym nie istnieją wodorooaniony.*

**Uwaga:** Roztwór w probówce nr 3 zachować celem wykonania ćwiczenia nr 7.

#### 2. Utleniające i redukujące własności pierwiastka w zależności od jego stopnia utlenienia (na przykładzie związków azotu)

**Uwaga!** W dośw. 2.2 i 2.3 mogą się wydzielać tlenki azotu, które są produktem ubocznie przebiegającej w środowisku kwaśnym reakcji między azotanem(III) potasu i kwasem siarkowym. Ze względu na trujące właściwości tlenków azotu, po zakończeniu ćwiczenia **próbówki myjemy pod wyciągiem!**

**2.1.** Do probówki wprowadzić dwie krople roztworu  $\text{KMnO}_4$  i 10 kropeł 25% roztworu amoniaku. Mieszaninę lekko ogrzać płomieniem palnika. Jednym z produktów reakcji jest wolny azot.

*Produkt redukcji nadmanganianu zidentyfikować na podstawie zabarwienia roztworu.*

**2.2.** Do probówki wprowadzić 4 krople roztworu 0,02 M  $\text{KMnO}_4$ , dodać dwie krople 1 M kwasu siarkowego i 5 kropeł roztworu  $\text{KNO}_2$ .

*Produkt redukcji nadmanganianu zidentyfikować na podstawie zabarwienia roztworu.*

**2.3.** Do probówki wprowadzić po 3 krople roztworu KI i 1 M kwasu siarkowego, dodać 3 krople roztworu azotan(III) potasu. (tradycyjnie: azotyn potasu).

*Jednym z produktów reakcji jest azot, drugi produkt zidentyfikować na podstawie zabarwienia.*

*Jakie własności - utleniające czy redukujące - wykazuje azotan(III) potasu w reakcjach 2.2 i 2.3?*

**2.4.** Do dwóch probówek wprowadzić niewielką ilość miedzi (w postaci małego kawałka blaszki lub dwóch wiórków).

Do jednej probówki dodać 10 kropli stężonego kwasu azotowego(V), do drugiej 10 kropli 2 M roztworu tego samego kwasu, otrzymanego przez zmieszanie równych objętości 4 M HNO<sub>3</sub> i wody. Jeśli reakcja nie zachodzi w sposób widoczny, delikatnie podgrzać probówkę.

*Jaki gaz wydziela się w pierwszej, a jaki w drugiej probówce?*

### **3. Utleniająco-redukujące własności wody utlenionej**

**3.1.** Do probówki wprowadzić 5 kropli roztworu soli ołowiu(II), dodać 5 kropli roztworu siarczku amonu. Wytrąca się czarny osad PbS.

Do osadu PbS dodać 5 kropli 3% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Co dzieje się z osadem?

W celu identyfikacji produktu tej reakcji, w innej probówce przeprowadzić reakcję pomocniczą między azotanem(V) ołowiu(II) i siarczanem(VI) sodu następująco: do probówki wprowadzić 5 kropli soli ołowiu(II) a następnie wkraplać roztwór siarczku(VI) sodu aż do wytrącenia osadu.

*Zaproponuj produkty reakcji między PbS i H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Jakie właściwości (utleniające czy redukujące) wykazuje woda utleniona w tej reakcji?*

**3.2.** Do probówki wprowadzić po 5 kropli 3% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> i 1 M HNO<sub>3</sub>, dodać kilka kryształków PbO<sub>2</sub>. Zwrócić uwagę na wydzielanie się tlenu.

Po zakończeniu reakcji w roztworze wykryć jony Pb<sup>2+</sup> dodając jedną kroplę roztworu KI (wytrąca się charakterystyczny, żółty osad PbI<sub>2</sub>).

*Jakie właściwości (utleniające czy redukujące) wykazuje woda utleniona w tej reakcji?*

### **4. Proces dysproporcjonowania siarczku(IV) sodu**

Do dwóch zupełnie suchych (!) probówek wsypać 1 łyżeczkę krystalicznego siarczku(IV) sodu (tradycyjnie: siarczyn sodowy).

**a)** Probówkę nr **1** umocować w statywie i ogrzewać intensywnie do czerwonego żaru płomieniem palnika około 10 minut, pozostawić do ostygnięcia. Probówkę nr **2** pozostawić jako porównawczą.

**b)** Do obu probówek dodać około 1 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i mieszając bagietką doprowadzić do rozpuszczenia soli, a następnie wprowadzić kroplami roztwór chlorku miedzi(II), aż do wytrącenia osadu.

*Porównać barwy osadów uzyskanych w obu probówkach. Jaki produkt reakcji dysproporcjonowania siarczku(IV) sodu zidentyfikowano dzięki wytrąceniu czarnego osadu siarczku miedzi(II)? Jak można by zidentyfikować drugi produkt?*

### **5. Reakcje utleniania i redukcji w grupie fluorowców**

**a)** Do trzech probówek wprowadzić po około 1 cm<sup>3</sup>: **wody chlorowej** (roztworu Cl<sub>2</sub> w wodzie), **wody bromowej** (roztworu Br<sub>2</sub> w wodzie) i wodnego roztworu **jodu**.

Do każdej probówki dodać około 1 cm<sup>3</sup> chloroformu. Probówki wstrząsnąć.

*Zapisać w tabeli barwy roztworów chloru, bromu i jodu w roztworze wodnym i w rozpuszczalniku organicznym. Charakterystyczne zabarwienie warstwy organicznej posłuży do identyfikacji produktów reakcji.*

	Barwa fluorowca		Barwa warstwy organicznej	Produkt reakcji
	w r-rze wodnym	w warstwie organicznej		
1. Cl <sub>2</sub>			1. KBr + Cl <sub>2</sub>	
2. Br <sub>2</sub>			2. KI + Cl <sub>2</sub>	
3. I <sub>2</sub>			3. KBr + I <sub>2</sub>	
			4. KI + Br <sub>2</sub>	

b) W czterech oddzielnych probówkach przeprowadzić następujące reakcje używając po około 1 cm<sup>3</sup> roztworów substratów:

w prob. 1 między KBr w r-rze wodnym a chlorem w wodzie chlorowej

w prob. 2 między KI w r-rze wodnym a chlorem w wodzie chlorowej

w prob. 3 między KBr w r-rze wodnym a roztworem wodnym jodu

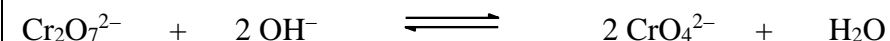
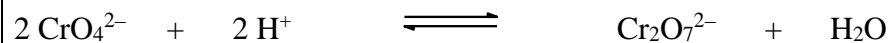
w prob. 4 między KI w r-rze wodnym a bromem w wodzie bromowej.

Do wszystkich probówek dodać po około 2 cm<sup>3</sup> chloroformu, wstrząsnąć.

Zapisać obserwacje w tabeli i na podstawie zabarwienia warstwy organicznej ustalić produkty reakcji bądź stwierdzić, że reakcja nie zachodzi.

## 6. Substancje organiczne w roli reduktorów

Chromiany(VI) pod wpływem jonów H<sup>+</sup> zmieniają swą żółtą barwę na pomarańczową, przechodząc w dichromiany(VI), które pod wpływem jonów OH<sup>-</sup> przechodzą z powrotem w chromiany.



a) Do probówki z roztworem dichromianu(VI) potasu (5 kropli) dodawać kroplami 12 M roztwór NaOH. Obserwować zmianę barwy roztworu.

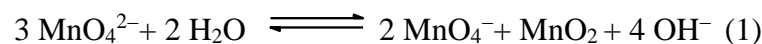
b) Do probówki z roztworem chromianu(VI) potasu (5 kropli) dodawać kroplami 12 M roztwór H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Obserwować zmianę barwy roztworu

c) Do probówki z roztworem dichromianu potasu(VI) (5 kropli) wprowadzić 2 krople stężonego kwasu siarkowego i 4 krople alkoholu etylowego C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH. Zwrócić uwagę na zmianę zabarwienia roztworu i wystąpienie specyficznego „owocowego” zapachu. W równaniu reakcji uwzględnić powstawanie jonów Cr<sup>3+</sup> oraz kwasu octowego.

*Źródłem zapachu jest octan etylu CH<sub>3</sub>COOC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, który powstaje w następującej reakcji kwasu octowego CH<sub>3</sub>COOH (produktu utleniania alkoholu etylowego) z nadmiarem alkoholu etylowego, katalizowanej kwasem siarkowym.*

## 7. Reakcja kameleonowa

Manganiany(VI) ulegają rozkładowi w wyniku reakcji dysproporcjonowania, która przebiega według schematu:



*Przedstawić, w jaki sposób uzyskano zbilansowanie równania (1). Ocenic, jak przesunie się równowaga powyższej reakcji po dodaniu kwasu, a jak pod wpływem dodanej zasady, stosując tzw. regułę przekory.*

Sprawdzić wysunięte wnioski następująco:

a) usunąć z roztworu pozostałego w probówce nr 3 (dośw. 1) nadmiar jonów SO<sub>3</sub><sup>2-</sup> dodając do niego kroplami rozcieńczony roztwór KMnO<sub>4</sub> dotąd, dopóki pogłębiać się będzie zielona barwa (ostatecznie roztwór może przyjąć niebieskawo-zielone zabarwienie).

b) do tak przygotowanego roztworu wprowadzić **ostrożnie** kilka kropli 12 M roztworu kwasu siarkowego, aż do uzyskania wyraźnie kwaśnego odczynu. Roztwór zabarwia się na różowo i wytrąca się brunatny osad.

**Uwaga: zubożnieniu mocnej, stężonej zasady mocnym, stężonym kwasem towarzyszy wydzielanie się dużych ilości ciepła, które może doprowadzić do wrzenia cieczy – należy zachować dużą ostrożność przy dodawaniu kwasu, a także zasady w punkcie c)!**

*Napisać równanie reakcji dysproporcjonowania manganianu(VI) w środowisku kwaśnym.*

c) następnie do roztworu wprowadzać kroplami 12 M r-r NaOH, aż do uzyskania odczynu zasadowego i charakterystycznej zmiany barwy roztworu.

*Wyjaśnić zmianę zabarwienia roztworu posługując się równaniem reakcji (1).*

**Uwaga!** Reakcję kameleonową można zaobserwować **tylko** w przypadku, gdy w roztworze nie ma **nadmiaru** jonów  $\text{SO}_3^{2-}$ .

## Ćwiczenie 15

### BADANIE WŁASNOŚCI PIERWIASTKÓW 15 GRUPY UKŁADU OKRESOWEGO

*Cel ćwiczenia.* Eksperymentalne wykazanie charakteru zmian elektroujemności pierwiastków w grupie na podstawie zmian ich fizykochemicznych własności. Nabycie umiejętności przeprowadzania reakcji chemicznych, obserwacji przebiegu reakcji i ich zapisywania w postaci równań.

*Zakres materiału.* Charakterystyka azotowców. Budowa układu okresowego. Zmiana elektroujemności pierwiastków, w okresach i grupach. Skala elektroujemności Paulinga. Wartościowość, stopień utlenienia. Zmiany własności fizykochemicznych pierwiastków w zależności od ich położenia w grupach i okresach zgodnie z rozbudową powłok elektronowych atomów.

*Literatura.* Dowolny podręcznik chemii nieorganicznej.

**Uwaga!** Ćwiczenia oznaczone # należy wykonywać pod wyciągiem!

#### 1. Otrzymywanie amoniaku i badanie jego własności(#)

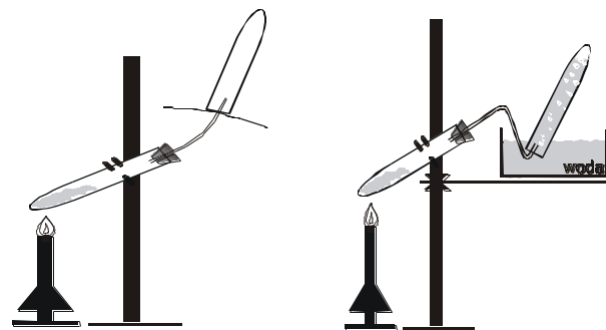
**1.1.** W tygielku wymieszać starannie bagietką siarczan(VI) amonu i wodorotlenek wapnia. Do probówki wsypać ok. 2 cm<sup>3</sup> mieszaniny. Probówkę zatkać korkiem z rurką odprowadzającą, umocować w statywie i ogrzać **lekko** palnikiem. Do wylotu rurki zbliżyć:

- zwilżony wodą uniwersalny papierek wskaźnikowy,
- bagietkę zwilżoną stężonym roztworem HCl.

**1.2.** Probówkę napełnić amoniakiem zgodnie z metodą **A** pokazaną na rysunku. Na rurkę odprowadzającą nałożyć krążek bibuły mający

utrudnić mieszanie się zbieranego gazu z powietrzem. Napełnioną gazem probówkę zdjąć ostrożnie z rurki, zatkać palcem i zanurzyć w naczyniu z wodą, przy czym probówkę otworzyć dopiero w momencie, gdy jej koniec znajdzie się pod wodą.

*Jaka jest rozpuszczalność amoniaku w wodzie? Czy można amoniak zbierać metodą B?*



metoda A

metoda B

#### 2. Otrzymywanie tlenku azotu(II) i tlenku azotu(IV) [dwutlenku azotu] (#)

Do probówki wrzucić kilka kawałeczków miedzianej blaszki i zalać je 2 cm<sup>3</sup> 4 M HNO<sub>3</sub>. Probówkę zamknąć korkiem z rurką odprowadzającą, umocować w statywie i bardzo lekko ogrzać. Wydzielający się gaz zbierać w probówce metodą **B** do jej 3/4 objętości. Zatkać probówkę palcem i po wyjęciu z wody odwrócić do dołu dnem (w probówce powinna zostać woda). Obserwować brunatnienie gazu po otwarciu probówki. Zatkać probówkę i wytrząsać, aż do zaabsorbowania brunatnego gazu przez wodę. Ponownie obserwować brunatnienie gazu po otwarciu probówki i jego rozpuszczanie podczas wytrząsania. Zbadać odczyn powstałego roztworu za pomocą papierka uniwersalnego. Wyjaśnić obserwowane zjawiska.

### 3. Otrzymywanie kwasu azotowego(III) [kwasu azotowego] oraz tlenku azotu(III) – bezwodnika tego kwasu

Przygotować nasycony roztwór azotanu(III) potasu [azotynu potasowego] przez rozpuszczenie stałej soli w wodzie. Ok. 2 cm<sup>3</sup> tego roztworu umieścić w mieszaninie oziębiającej (do ok. 100 g pokruszonego lodu wsypać 2 łyżki soli kuchennej). Po 20-30 minutach do próbówki dodać kroplę 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Roztwór przybiera błękitne zabarwienie od powstającego tlenku azotu(III) (bezwodnika N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

*Dlaczego nad roztworem powstaje brunatny gaz?*

### 4. Dimeryzacja tlenku azotu(IV) [ditlenku azotu] (pokaz)

Wychłodzony w zamrażarce szklany pojemnik zawierający gazowy tlenek azotu(IV) ogrzać ciepłem ręki.

*Wyjaśnić zaobserwowane zmiany zachodzące w miarę podwyższania temperatury, wiedząc, że w procesie tym biorą udział dwie cząsteczki NO<sub>2</sub>.*

### 5. Alotropowe odmiany fosforu (pokaz)

Do suchej (!) próbówki wsypać szczyptę fosforu czerwonego, wylot próbówki zatkać watą. Probówkę umocować w statywie w pozycji poziomej i ogrzewać intensywnie część próbówki, w której znajduje się fosfor.

Obserwować następujące zmiany:

- pojawienie się świecącej aureoli
- zmniejszanie się ilości fosforu czerwonego i jednoczesne osadzanie się na zimnych ściankach próbówki fosforu białego i tlenku fosforu(V) [pięciotlenku fosforu P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>].

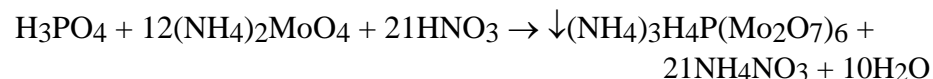
Przerwać ogrzewanie, odetkać probówkę i włożyć do niej szklaną bagietkę. Następnie **szybkim** ruchem wyciągnąć bagietkę z próbówki pocierając przy okazji te miejsca na ściankach próbówki, na których pojawił się nalot białego fosforu.

*Co dzieje się z fosforem białym po wyjęciu bagietki?*

### 6. Otrzymywanie kwasu fosforowego(V) (ortofosforowego)(#)

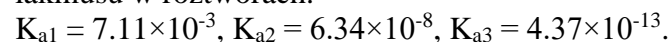
Do parowniczkę wprowadzić szczyptę czerwonego fosforu i dodać 2-3 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu azotowego(V). Parowniczkę umieścić na siatce ceramicznej i lekko ogrzać do zapoczątkowania reakcji wydzielania się tlenku azotu(IV). *Obserwować przebieg reakcji.*

Zidentyfikować jon PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, wykorzystując niżej podaną reakcję charakterystyczną z molibdenianem(VI) amonu, w następujący sposób: do kilku kropli nasyconego roztworu molibdenianu(VI) amonu, ogrzanego do temperatury 50°C i zakwaszonego wcześniej kilkoma kroplami stęż. roztworu HNO<sub>3</sub> dodać kroplę otrzymanego w doświadczeniu roztworu.



### 7. Hydroliza ortofosforanów(V) sodu

Do czterech probówek wprowadzić po kilka kropli obojętnego roztworu lakmusu. Pierwszą zostawić jako probówkę porównawczą, do drugiej dodać 3-4 kryształki ortofosforanu(V) sodu, do trzeciej tyle samo dwuwodoroortofosforanu(V) sodu, do czwartej wodorooortofosforanu(V) sodu. Zwrócić uwagę na zmianę zabarwienia lakmusu w roztworach.



### 8. Otrzymywanie arsenu [arsenowodoru] (pokaz)

Do stożkowej próbówki wlać ok. 2 cm<sup>3</sup> 4 M roztworu HCl oraz kilka kropel arsenianu(III) sodu. Probówkę umocować pionowo w statywie, a następnie wrzucić do niej kilka granulek metalicznego cynku. Zatkać korkiem z rurką zgiętą pod kątem prostym. Probówkę można **ostrożnie** podgrzać w celu zainicjowania i przyspieszenia reakcji. Po upływie 1 minuty rozpocząć ogrzewanie rurki płomieniem palnika mniej więcej w połowie jej długości (odcinek poziomy). Obserwować powstanie lustra arsenowego (rozkład powstającego arsenu [arsenowodoru]).



Po ostudzeniu próbki rurkę odprowadzającą zanurzyć w stężonym roztworze kwasu azotowego(V).

### **9. Redukujące własności związków arsenu(III)**

Do kilku kropeł wody nasyconej jodem dodać kilka kropeł arsenianu(III) sodowego. Obserwować zmianę barwy. W zapisie równania reakcji uwzględnić powstawanie kwasu arsenowego(V) [kwasu ortoarsenowego].

### **10. Otrzymywanie wodorotlenku antymonu(III) $\text{Sb(OH)}_3$**

Do dwóch próbek wprowadzić po kilka kropli roztworu chlorku antymonu(III) [chlorku antymonowego], a następnie dodać taką samą objętość 2 M roztworu NaOH. Obserwować strącanie się osadu. Osad przenieść do dwu próbek, a następnie dodawać, silnie mieszając, aż do zniknięcia osadu;

- a) 2 M roztwór HCl do pierwszej próbki.
- b) 2 M roztwór NaOH do drugiej próbki

### **11. Otrzymywanie wodorotlenku bizmutu(III) [wodorotlenku bizmutowego] $\text{Bi(OH)}_3$**

Wytrącić osad  $\text{Bi(OH)}_3$  dodając 2M NaOH do kilku kropeł roztworu soli bizmutu(III). Z badać rozpuszczalność otrzymanego osadu w 2 M roztworze  $\text{HNO}_3$  i 2 M roztworze NaOH.

### **12. Utleniające własności bizmutanów(V)**

Do kilku kropeł 0,001M roztworu  $\text{MnSO}_4$  dodać nadmiar 4 M roztworu  $\text{HNO}_3$  i kilka kryształków sproszkowanego bizmutanu(V) sodu  $\text{NaBiO}_3$ . Obserwować zmianę barwy, jeśli nie będzie widoczna, mieszanie ostrożnie podgrzać. Porównać ją z barwą jonów  $\text{MnO}_4^-$ .

## Ćwiczenie 20

### ELEKTROCHEMIA

*Cel ćwiczenia:* Zapoznanie się z podstawami budowy i działania ogniwa oraz doświadczalne wyznaczenie potencjałów normalnych kilku półogniw.

*Zakres materiału naukowego:* Ogniwa galwaniczne: budowa i działanie. Ogniwa stężeniowe, SEM ogniwa, potencjały elektrochemiczne metali, szereg napięciowy metali. Równanie Nernsta. Standardowe półogniwo wodorowe, elektroliza.

*Literatura:* L. Jones, P. Atkins, „Chemia ogólna”, PWN Warszawa 2004, Rozdz. 18.3 – 18.10, str. 839 – 861, Rozdz. 18.13 – 18.14, str. 868 - 871.

M. J. Sienko, R. A. Plane, "Chemia. Podstawy i zastosowanie", WNT Warszawa 1999; Rozdz. 11.

A. Kiszka, "Elektrochemia-Jonika", WNT, Warszawa 2000, str. 146-165.

*Wykonanie ćwiczenia:*

#### 1. Elektroliza wodnego roztworu $\text{KNO}_3$

Do naczynia elektrolitycznego w kształcie litery U wlać 1 M roztwór  $\text{KNO}_3$  zawierający 5-10 kropel fenoloftaleiny lub wskaźnika uniwersalnego. **Oczyszczone** elektrody węglowe (podłączone do biegunów baterijki) wprowadzić do wylotów U-rurki. Przez około 30 minut prowadzić elektrolizę roztworu obserwując zmianę jego zabarwienia w pobliżu elektrod węglowych.

*Przy której elektrodzie węglowej nastąpiła alkalizacja roztworu? (sprawdź, do jakiego bieguna baterijki jest ona podłączona).*

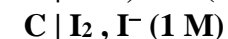
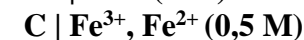
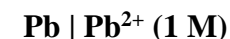
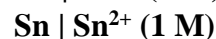
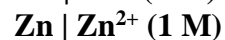
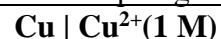
#### 2. Szereg aktywności metali

Do 6 probówek wprowadzić po ok. 2 cm<sup>3</sup> 0,5 M roztworów następujących soli:  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{FeSO}_4$ ,  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{SnCl}_2$ ,  $\text{CuSO}_4$  i 0,1 M  $\text{AgNO}_3$ . Do wszystkich probówek wrzucić kawałek cynku. Obserwować i zanotować (wg poniższego wzoru) zmiany zachodzące natychmiast po wrzuceniu metalu i w ciągu następnych 30 min. Zwrócić uwagę na zmianę barwy powierzchni metalu lub roztworu, wydzielanie się gazu. Analogiczne doświadczenie przeprowadzić z cyną, ołowiem, żelazem i miedzią. Obserwacje zapisać w tabelce.

jon metalu→ metal	$\text{Zn}^{2+}$	$\text{Fe}^{2+}$	$\text{Sn}^{2+}$	$\text{Pb}^{2+}$	$\text{Cu}^{2+}$	$\text{Ag}^+$
Zn						
Fe						
Sn						
Pb						
Cu						

#### 3. Wyznaczanie standardowych potencjałów elektrochemicznych

##### 3.1. Zbudować półogniwa:



**Uwaga!** Półogniwa miedziane i cynkowe przygotowuje każda dwuosobowa grupa, do wykorzystania w doświadczeniu 3.2 i 3.3. Pozostałe półogniwa należy sporządzić w jednym egzemplarzu do wykorzystania przez wszystkie grupy w doświadczeniu 3.3 (celem zmniejszenia zużycia odczynników).

W celu zbudowania półogniw należy do zlewki wlać roztwory odpowiednich soli o stężeniu 1 M, w takiej ilości, aby po połączeniu półogniw kluczem elektrolitycznym, klucz był zanurzony na około 0,5 cm. Dla otrzymania półogniwa  $C|Fe^{3+}, Fe^{2+}$  (0,5M) należy mieszać, w proporcji 1:1, roztwory  $Fe_2(SO_4)_3$  (0,5 M) i  $FeSO_4$  (1 M). Klucz elektrolityczny napełnić nasyconym roztworem  $KNO_3$  i zamknąć gumowym smoczkami. **UWAGA!!! Przy wyciąganiu klucza elektrolitycznego zachować ostrożność – klucze zanurzone są w stężonym  $HNO_3$ !!!** Przed każdym pomiarem końce klucza przemyć wodą destylowaną i osuszyć bibułą. Przygotować elektrodę przez dokładne oczyszczenie papierem ściernym, przemyć wodą destylowaną i osuszenie bibułą. Tak przygotowane elektrody zanurzyć w roztworach swoich soli.

### 3.2. Sprawdzenie znaków elektrod ogniwa $Zn | Zn^{2+} || Cu^{2+} | Cu$

Półogniwa połącz kluczem elektrolitycznym. Do elektrod przymocuj przewody zaopatrzone w „krokodylki”. Umieść na szkiełku zegarkowym złożony sączone bibuły nasączone roztworem  $KNO_3$  z dodatkiem fenoloftaleiny. Na zwilżonej bibule zaciśnij w odległości 0.5–1 cm „krokodylki” przewodów połączonych z badanym ogniwem i pozostaw układ na ok. 15 min.

Zaobserwuj zmianę barwy wskaźnika pod ząbkami „krokodylków”. Na podstawie obserwacji poczynionych w ćw. 1 określ, która elektroda jest ujemnym biegunem ogniwa.

### 3.3. Pomiar SEM ogniw.

Elektrody ogniwa  $Zn | Zn^{2+} || Cu^{2+} | Cu$  połączyć z końcówkami woltomierza, w taki sposób, aby woltomierz wskazywał wartość dodatnią.

***Ustalono dla tego ogniwa połączenia półogniwa  $Cu | Cu^{2+}$  (1M) z woltomierzem nie należy zmieniać w pozostałych pomiarach SEM (w dośw. 3.3, 3.4 i 4).***

Zmierzyć kolejno SEM ogniw zbudowanych z półogniwa  $Cu | Cu^{2+}$  połączonego kluczem elektrolitycznym z jednym z pozostałych półogniw (wymienionych w punkcie 3.1). Zanotować wartości SEM ogniw, zaznaczyć, które półogniwo jest biegunem dodatnim w każdym z ogniw.

Jeżeli wartość odczytana na woltomierzu jest dodatnia, to oznacza, że biegunem dodatnim jest półogniwo  $Cu | Cu^{2+}$ . Jeżeli zaś woltomierz wskazuje wartość ujemną, to oznacza, że półogniwo  $Cu | Cu^{2+}$  jest biegunem ujemnym; wtedy, w schemacie ogniwa, półogniwo to należy zapisać z lewej strony, a dla SEM należy zapisać wartość dodatnią.

Sprawdzić i zanotować, czy SEM ogniwa zależy od głębokości zanurzenia elektrod w roztworze.

**Uwaga!** SEM ogniwa jest różnicą potencjałów między końcówkami ogniwa otwartego (niepracującego), w którym na elektrodach nie będą reakcje. Wartość napięcia - najbliższą rzeczywistej wartości SEM ogniwa - woltomierz wskazuje w pierwszej chwili po zamknięciu obwodu. W trakcie pracy ogniwa wartość ta maleje w wyniku zachodzących zmian stężenia i reakcji chemicznych.

### 3.4. Wyznaczenie potencjału standardowego półogniwa $Cu | Cu^{2+}$

Zmierzyć SEM ogniwa zbudowanego z półogniwa  $Cu | Cu^{2+}$  (1M) i elektrody odniesienia (elektroda kalomelowa w nasyconym roztworze KCl). **Zanotować, która elektroda jest dodatnim biegunem ogniwa.**

#### 4. Ogniwa stężeniowe

Przygotować po 25 cm<sup>3</sup> roztworów CuSO<sub>4</sub> o dwóch różnych stężeniach: 1 M i 0,25 M (roztwór 0,25 M sporządzić przez czterokrotne rozcieńczenie roztworu 1M).

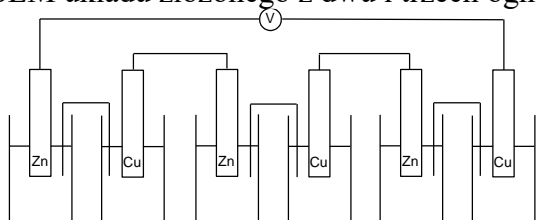
Zmierzyć SEM ogniwa zbudowanego z półogniwa Cu | Cu<sup>2+</sup> (1 M) oraz z półogniwa Cu | Cu<sup>2+</sup> (0,25 M).

*Jak można wytłumaczyć różną od 0 wartość SEM w tym ogniwie?*

#### 5. Szeregowe łączenie ogniw (pokaz)

Trzy ogniwa Daniella (Zn | Zn<sup>2+</sup> || Cu<sup>2+</sup> | Cu) połączyć szeregowo wg zamieszczonego schematu.

Wyznaczyć SEM układu złożonego z dwu i trzech ogniw.



*Jak zmieniłaby się wartość SEM takiego układu, jeśli ogniwa połączylibyśmy równolegle?*