

Zasady pracy w laboratorium chemicznym

Podane poniżej zasady pracy w laboratorium chemicznym mają umożliwić studentom:

- zachowanie bezpieczeństwa podczas pracy z odczynnikami chemicznymi oraz ich roztworami;
- oszczędne korzystanie z odczynników chemicznych oraz ich roztworów (również wody destylowanej);
- osiągnięcie właściwych wyników analiz.

Podstawowe odczynniki do wykrywania kationów i anionów, takie jak: HCl, HNO₃, H₂SO₄, NaOH, NH₃, NH₄Cl, CH₃COOH, AgNO₃, BaCl₂, (NH₄)₂CO₃ i Na₂CO₃, znajdują się na stołach laboratoryjnych. Roztwory innych odczynników oraz odczynniki w postaci stałej są umieszczone na regałach na końcu sali. Odczynników tych, podobnie jak umieszczonych pod wyciągiem na końcu sali stężonych kwasów, zasad czy rozpuszczalników organicznych, NIE WOLNO PRZENOSIĆ NA STOŁY LABORATORYJNE. Podczas pracy ze stężonymi kwasami czy zasadami (amoniak!) należy zachować szczególną ostrożność i dodawać ich kroplami do badanego roztworu (a nie na odwrót – dotyczy to szczególnie stężonego kwasu siarkowego). Zastosowanie niewłaściwej kolejności (wlewanie wody do kwasu) grozi przegrzaniem roztworu na granicy warstw H₂SO₄/roztwór wodny, a to zawsze powoduje „wyrzucenie” roztworu z próbki i niebezpieczne poparzenie kwasem!

Odczynniki w postaci roztworów dodaje się kroplami, wykorzystując specjalną konstrukcję korków lub pipety umieszczone w buteleczkach z odczynnikami. ODKŁADANIE KORKÓW OD BUTELECZEK, PIPETEK CZY ŁYŻECZEK W INNE MIEJSCA NIŻ BUTELECZKI CZY SŁOIKI Z ODCZYNNIKIEM GROZI ZANIECZYSZCZENIEM ODCZYNNIKÓW I UNIEMOŻLIWIENIEM UŻYWANIA ICH PRZEZ INNE OSOBY. WYNIKI ANALIZY PRZEPROWADZONEJ Z ZANIECZYSZCZONYM ODCZYNNIKIEM MOGĄ BYĆ NIEWŁAŚCIWE. Zanieczyszczony przypadkowo odczynnik należy usunąć (tzn. wylać roztwór lub wysypać kryształ) i poprosić laborantkę o nową, czystą porcję.

Wodę destylowaną do mycia szkła, czy rozcieńczania roztworów, pobiera się z większych pojemników wyłącznie do tryskawek. Nalewanie wody destylowanej do innych naczyń powoduje zanieczyszczenie wody, a mycie bezpośrednio strumieniem wody z pojemnika – niepotrzebnie zwiększa jej zużycie.

Odpady, będące roztworami soli metali ciężkich, oraz substancje i rozpuszczalniki organiczne należy usuwać do odpowiednich pojemników znajdujących się pod wyciągiem na końcu sali, a NIE DO ZLEWÓW!

Po 2–3-krotnym rozcieńczeniu otrzymanego roztworu analizy (co jest konieczne!), czy po wprowadzeniu roztworu jakiegokolwiek odczynnika podczas wykonywania analizy, niezbędne jest jego zamieszanie przez poruszanie probówką ruchem okrężnym. W przypadku zbyt dużej objętości roztworu, przekraczającej połowę pojemności probówki, co zawsze ma miejsce przy rozcieńczaniu roztworu otrzymanej analizy, optymalne jest kilkakrotne (3–4 razy) przelanie mieszaniny pierwotnego roztworu analizy i dodanej wody destylowanej do innej czystej probówki i powtórzenie czynności. Probówkę wykorzystywaną do mieszania można dalej używać do odlania pierwszej porcji analizy, bez konieczności jej mycia.

Do przeprowadzenia pojedynczej próby zwykle wystarcza nie więcej niż 1 ml roztworu analizy. Zastosowanie większych objętości może spowodować problem z efektywnym mieszaniem roztworu po dodaniu odczynnika, całkowitym strąceniem danego osadu, a na pewno ze stosowaną w następnym etapie próbą całkowitego rozpuszczenia tego osadu w odczynniku rozpuszczającym osad. To powoduje **BŁĘDNIIE SFORMUŁOWANE WNIOSKI NA TEMAT ROZPUSZCZALNOŚCI OSADU**.

Przebieg reakcji chemicznej jest uwarunkowany środowiskiem jej prowadzenia, a zwłaszcza jego odczynem (pH). Do sprawdzania pH badanego roztworu służą papierki uniwersalne (dostępne u asystentów). Wskazane jest sprawdzenie pH nie tylko przed zmianą pH, ale również po doprowadzeniu do żądanej wartości.

W przypadku oddzielania dwóch lub więcej jonów metodą strącania osadów niezwykle ważne dla dalszego postępowania jest sprawdzenie **całkowitości strącenia osadu**. W tym celu należy oddzielić strącony osad (wstępnie może to być dekantacja) najlepiej za pomocą sączenia na sączku karbowanym i do przesączu dodać kroplę odczynnika strącającego. Jeśli osad nadal się strąca, należy dodać więcej odczynnika strącającego i ponownie (po zdekantowaniu i odsączeniu osadu) dodać do przesączu kroplę odczynnika strącającego. Oczywiście operacje te mają sens, jeśli uzyskuje się **KLAROWNY PRZESĄCZ**. Jeżeli nie jest on klarowny, oznacza to, że osad jest zbyt drobnokrystaliczny. Jednak zawrócenie po pierwszym sączeniu mętnego przesączu na **TEN SAM SĄCZEK** spowoduje najczęściej otrzymanie przesączu klarownego wskutek zatkania się części porów sączka. Jednak znacznie mniejszy się szybkość sączenia zawróconego mętnego przesączu, dlatego korzystniejsze jest dokonanie (przed sączeniem) rekrystalizacji osadu, przez ogrzewanie roztworu z osadem prawie do wrzenia przez kilka minut, a następnie ochłodzenie i dopiero wtedy prowadzenie sączenia (na zimno!). Taki sposób postępowania sprawdza się tylko w przypadku osadów substancji, których rozpuszczalność zwiększa się ze wzrostem temperatury, ale jest ich znakomita większość.

Bardzo ważnym elementem analizy jakościowej jest przeprowadzenie tzw. **ślepej próby i reakcji charakterystycznych** dla badanych jonów. Reakcja charakterystyczna polega na dodaniu do roztworu soli rozpatrywanego jonu odczynnika (lub całego ich zestawu, np. dla zapewnienia odpowiedniego środowiska reakcji), strącającego osad charakterystyczny dla danego jonu (barwa, postać) lub wywołującego charakterystyczną barwę roztworu. Wykonanie ślepej próby polega na dodaniu do probówki odczynnika (lub odczynników) potrzebnego do wywołania żądanej reakcji, a następnie roztworu analizy. Jeśli po dodaniu roztworu analizy

nie obserwuje się efektu spodziewanego na podstawie przeprowadzonej reakcji charakterystycznej, należy do tego roztworu (odczynniki + analiza) dodać szukanego jonu. Pojawienie się wtedy oczekiwanego efektu jednoznacznie eliminuje obecność w analizie szukanego jonu (pod warunkiem, że analiza nie jest zbyt rozcieńczona), natomiast jego brak świadczy o niewłaściwie przeprowadzonej reakcji (np. błędnie dodany odczynnik, niewłaściwe środowisko reakcji i stężenia). W takim przypadku nie można sformułować jakiegokolwiek wniosku na temat obecności danego jonu w roztworze otrzymanym do analizy.

Ogrzewanie roztworów w probówkach bezpośrednio w płomieniu palnika należy wykonywać pod wyciągiem i pod nadzorem asystenta (zwłaszcza, jeśli jest to wykonywane po raz pierwszy). Wylot próbki umieszczonej w drewnianym uchwycie do probówek MUSI BYĆ SKIEROWANY W KIERUNKU PRZECIWNYM DO OGRZEWAJĄCEGO. Probówkę należy wprowadzać do płomienia ostrożnie, stopniowo starając się ogrzewać równomiernie cały roztwór. OBJĘTOŚĆ OGRZEWANEGO ROZTWORU NIE POWINNA PRZEKRACZAĆ 1/3 OBJĘTOŚCI PROBÓWKI. Ogrzewanie większej objętości najczęściej kończy się „wyrzuceniem” roztworu z próbki, a więc w najlepszym przypadku utratą analizy lub jej części, a w najgorszym – dotkliwym poparzeniem studenta z dodatkowymi komplikacjami, jeśli roztwór zawiera np. stężony mocny kwas lub zasadę. Twarz osoby wykonującej doświadczenie powinna od palnika oddzielać szyba wyciągu.

Zabrudzone szkło należy myć używając najpierw roztworu detergentu i płukać kilkakrotnie wodą wodociągową. Dopiero tak umyte naczynie przepłukuje się dwiema (trzema) NIEWIELKIMI PORCJAMI (PO ŚCIANKACH) WODY DESTYLOWANEJ Z TRYSKAWKI. Znacznie efektywniejsze jest płukanie, np. próbki, trzema porcjami nawet jednomililitrowymi, niż jednorazowe wlanie do pełna wody destylowanej, której zużycie jest wtedy około pięciokrotnie większe (probówka ma około 15 ml objętości), a efekt jest gorszy. Oszczędzanie wody destylowanej powinno stać się nawykiem nie tylko ze względu na koszty jej otrzymywania, ale również przez szacunek dla pracy laborantów, którzy dbają o jej ciągłą obecność na pracowni.