

Capitolul III - OPERAȚII DE BAZĂ ÎN LABORATORUL DE CHIMIE

III.1. Amestecarea și agitarea

Amestecarea și agitarea sunt operații care au rolul de a produce omogenizarea amestecurilor de substanțe.

Prin amestecare se înțelege omogenizarea amestecului cu ajutorul unui dispozitiv introdus în vasul de lucru, iar prin agitare se înțelege mișcarea întregului vas cu amestec.

Amestecarea se poate realiza:

- Cu bagheta de sticlă (amestecare manuală)
- Cu amestecătoare sau agitatoare care se rotesc în interiorul vasului, fiind acționate de un motor electric.

În titrările conductometrice, pH-metrice sau potențiometrice se utilizează agitatoare magnetice.

III.2. Încălzirea și răcirea

Încălzirea este o operație utilizată în laborator pentru accelerarea reacțiilor chimice, a dizolvării, sublimării, distilării, topirii, uscării, etc...

Dintre sursele de încălzire utilizate în laborator fac parte:

- Lampa de spirt - cel mai simplu dispozitiv, ușor de manipulat; dezavantajul este că nu se obține o flacără de temperatură înaltă.
- Becul de gaz – cel mai folosit aparat de încălzire în laborator; cele mai utilizate sunt becurile de gaz de tip Bunsen și Teclu (Fig.II.37)

Părțile componente ale unui bec de gaz sunt: baza, tubul vertical, orificiu de admisie a gazelor (duză), deschideri (inele, discuri rotative) pentru reglarea debitului de aer.

La aprinderea becului se închid parțial orificiile de admisie a aerului și se ține chibritul aprins la aproximativ 5 cm de gura tubului. Debitul gazului va fi reglat prin ajustarea ventilului de gaz până ce flacăra are înălțimea dorită.

În cazul unei cantități corespunzătoare de aer, flacăra are culoare albastruie, uneori aproape incoloră, formînd un con luminos la partea inferioară; aceasta este o flacără oxidantă, fierbinte, a cărei temperatură maximă este deasupra vârfului conului interior.

Becurile de gaz se pot folosi pentru încălzirea directă în flacăra (încălzirea eprubetelor), încălzirea pe sită de azbest (dizolvare, distilare etc.) sau pe triunghi de porțelan (calcinarea în creuzet sau capsulă de porțelan)

- Încălzirea electrică – cu ajutorul reșourilor și a plitelor
- Cuptoarele electrice
- Etuvele
- Băile de încălzire – realizează transmiterea căldurii prin intermediul unor substanțe. Pot fi:
 - băi de apă (temperatura de încălzire nu depășește 100°C)
 - băi de ulei (realizează încălziri până la 250°C)
 - băi de nisip

Răcirea se poate realiza în mai multe moduri:

- în curent de apă
- în vase cu gheață sau amestecuri răcitoare
- cu ajutorul refrigerentelor
- cu ajutorul frigiderelor.

III.3. Mărunțirea și mojararea

Substanțele care se găsesc în laborator sub forma unor cristale de dimensiuni mari trebuie mărunțite. Transformările fizice (dizolvarea, sublimarea, uscarea etc.) și reacțiile chimice în care se folosesc substanțe solide se desfășoară mai repede atunci când dimensiunile particulelor sunt mai mici. Procedul prin care se obțin particule de dimensiuni mici se numește mărunțire.

Mărunțirea se poate realiza prin: compresiune (strivire), lovire, frecare, tăiere.

În laborator mărunțirea se realizează cu ajutorul mojarului cu pistil. Materialul aflat în cantități mici este sfărâmat prin frecarea pistilului de pereții mojarului. Operația se numește mojarare.

Mojarul poate fi confecționat din porțelan, sticlă, agat sau fontă.

III.4.Dizolvarea

III.4.1.Date teoretice despre dizolvare



Amintește-ți !

Dizolvarea constă în dispersia particulelor unei substanțe printre particulele altei substanțe. Prin dizolvare se obțin amestecuri omogene numite **soluții**.

O soluție este formată din:

- Dizolvat (solvat) – substanța care se dizolvă
- Dizolvant (solvent) – substanța în care se dizolvă.

Substanțele se dizolvă în dizolvanți asemănători din punct de vedere chimic.

Compușii ionici, compușii cu molecule polare și compușii care formează legături de hidrogen sunt solubili în apă sau în alți solvenți polari.

Compușii cu moleculă nepolară se dizolvă în solvenți cu molecule nepolare.

Compușii ce cristalizează în rețele atomice nu se dizolvă nici în solvenți polari, nici în solvenți nepolari.

Concentrația soluției reprezintă cantitatea de substanță dizolvată într-o anumită cantitate de soluție sau de solvent. Concentrația unei soluții poate fi exprimată prin mai multe moduri, dintre care concentrație procentuală și concentrația molară sunt mai des utilizate.

Concentrația procentuală indică masa de substanță dizolvată în 100 g de soluție (relația III.1.)

$$C\% = \frac{m_d}{m_s} \cdot 100 \quad (\text{III.1})$$

Concentrația molară indică numărul de moli de substanță dizolvată într-un litru de soluție (relația III.2.).

$$C_M = \frac{n}{V_s} \quad (\text{III.2.})$$

Substanțele solide cristaline capabile să fixeze un anumit număr de molecule de apă și care au o compoziție chimică definită se numesc cristalohidrați. Exemple: $\text{CuSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (piatra vânăță), $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (soda de rufe), $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (sare amară) etc. Apa conținută de cristalohidrați se numește apă de cristalizare. Prin încălzire, cristalohidrații pierd apa de cristalizare.

III.4.2. Exerciții



Exersează

1. După catastrofa nucleară de la Cernobîl, fiecărui locuitor al României i s-a administrat o doză de 0,5 mg de KI cu scopul de a preveni incorporarea iodului radioactiv ^{131}I în țesutul tiroidian.

- Modelează procesul de dizolvare a KI în apă;
- Calculează concentrația molară a soluției care conține 0,5 mg KI în 25 ml soluție.

2. Sulfatul de aluminiu $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ se folosește la purificarea apei, deoarece reacționează cu carbonatul acid de calciu din apă, formând precipitatul coloidal de hidroxid de aluminiu, care funcționează ca un filtru, reținând bacteriile și impuritățile aflate în suspensie în apă.

Pentru purificarea unei probe de apă se prepară în laborator o soluție prin dizolvarea a 33,3 g $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ în 137,7 g H_2O .

- Explică noțiunea de *crystalohidrat*.
- Determină concentrația procentuală a soluției de sulfat de aluminiu preparată în laborator.

III.4.3. Experiment



Experimentează!

Prepară următoarele soluții:

- 100 ml soluție de NaCl 0,1 M;
 - 50 g soluție NaCl 5%;
 - 50 ml soluție 0,5 M din soluție de HCl 37% și $\rho = 1,18 \text{ g/cm}^3$,
- și prezintă modul de lucru, precum și vasele și ustensilele de laborator folosite.

III.5. Filtrarea

III. 5.1. Date teoretice despre filtrare



Amintește-ți !

Filtrarea este una dintre cele mai utilizate operații de laborator, având drept scop separarea fazei solide de faza lichidă sau a gazelor de solide și lichide.

Eficacitatea filtrării depinde de: dimensiunea porilor filtrului, raportul dintre dimensiunile porilor filtrului și dimensiunile particulelor precipitatului, mărimea suprafeței filtrante, diferența de presiune dintre cele două părți ale suprafeței filtrante, caracteristicile precipitatului, vâscozitatea precipitatului etc.

Eficacitatea unei filtrări se caracterizează prin viteza de filtrare și prin gradul de separare a precipitatului de faza lichidă.

Operația de filtrare se poate executa *la presiune normală* (la temperatură obișnuită sau la cald) și *sub vid*.

III.5.2. Filtrarea la presiune normală

Principiu: Filtrarea la presiune normală constă în trecerea lichidului de separat prin materialul filtrant numai sub acțiunea presiunii hidrostatice proprii.

Materiale necesare:

- pâlnie de sticlă,
- pahare Berzelius,
- baghetă,
- stativ,
- inel metalic pentru pâlnie,
- hârtie de filtru.



Fig. III.1 Filtre de hârtie

Mod de lucru:

Se confecționează filtrul dintr-o rondelă de hârtie (Fig. III.1.). Se pot obține:

- Filtru neted – prin împăturire de două ori și prin desfăcere;
- Filtru cutat - prin împăturirea de mai multe ori a unei bucăți de hârtie de filtru (acesta are o suprafață de filtrare mai mare).

Pâlnia se fixează pe un inel și sub ea se fixează un pahar Berzelius, astfel încât capătul tubular al pâlniei să fie cu vârful tăieturii lipit de peretele interior al paharului, pentru a se evita pierderile prin stropire (Fig. III.2.).

Se așază filtrul în pâlnia de filtrare astfel ca marginea lui să fie cu cel puțin 1 cm sub marginea pâlniei pentru a evita pierderile de substanță.

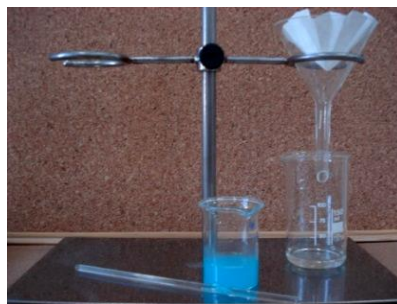


Fig. III.2. Instalație de filtrare

Se umezește cu puțină apă distilată, lipindu-se apoi bine de pereții interiori ai pâlniei, deoarece golurile de aer dintre filtru și pâlnie îngreunează filtrarea.

Se lasă să se depună precipitatul, apoi se toarnă cu grijă lichidul din pahar în pâlnie, scurgându-se de-a lungul unei baghete, astfel ca nivelul lichidului în pâlnie să rămână totdeauna cu 1 cm sub marginea hârtiei de filtru (Fig.III.3).

După ce precipitatul a fost trecut pe filtru, se desprind urmele de precipitat care au aderat la pereții paharului, prin frecare cu o baghetă de sticlă care are la capăt un manșon de cauciuc, și se trec și aceste urme pe filtru cu ajutorul unui curent de apă distilată.



Fig.III.3 Realizarea filtrării

Se clătește paharul cu 10-20 cm³ apă distilată care se trece tot prin filtru, realizându-se astfel și spălarea precipitatului. Hârtia de filtru cu precipitatul(Fig.III.4.) se supune operației de uscare sau calcinare.

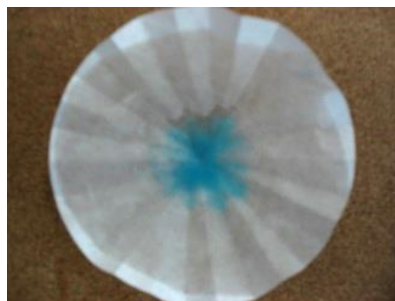


Fig.III.4. Hârtie de filtru cu precipitat

III.5.3. Experiment



Experimentează !

Efectuează precipitarea $\text{Cu}(\text{OH})_2$, adăugând soluție de NaOH de concentrație 1M peste 5 ml soluție de CuSO_4 de concentrație 0,5M și realizează filtrarea, conform modului de lucru de mai sus.

III.6. Cristalizarea

III.6.1. Date teoretice despre cristalizare



Amintește-ți !

Prin operația de cristalizare se înțelege separarea fazei solide în urma solidificării substanțelor topite sau separarea unei substanțe solide din soluție.

Cristalizarea, ca metodă de fracționare a amestecurilor de substanțe solide se bazează pe diferența de solubilitate a componentelor unui amestec într-un dizolvant oarecare, la o temperatură apropiată de punctul său de fierbere.

III.6.2. Experimente



Experimentează !

A: Recristalizarea acidului benzoic

Principiu: prin recristalizarea acidului benzoic se demonstrează atât obținerea acidului benzoic pur, cât și diferența între mărimea cristalelor în funcție de timpul de răcire, respectiv cristale mari în cazul răcirii într-un timp mai lung, și cristale mici prin răcire rapidă.

Materiale necesare:

- acid benzoic impur,
- sursa de încălzire,

- pahar Erlenmeyer,
- instalația de filtrare,
- balanță tehnică,
- baghetă,
- spatulă.

Mod de lucru:

Într-un pahar Erlenmeyer, de circa 300 ml capacitate, introdu 100 ml apă și 2 g acid benzoic impur, folosind balanța tehnică (Fig. III.5).

Încălzește amestecul până la fierbere, când se constată dizolvarea totală a acidului benzoic realizând instalația din fig III.6.

Filtrează soluția fierbinte printr-un filtru cutat, cât mai repede posibil.

Împarte filtratul în două părți egale: una va fi lăsată să se răcească încet (timp de 10-15 min) (fig 3.7), iar cealaltă va fi răcită rapid, cu un jet de apă rece. Compară cristalele din cele două soluții.



Fig. III.5 Cântărirea acidului benzoic



Fig. III.6. Instalație de cristalizare

După răcirea completă efectuează operația de filtrare a celor două soluții.

Randamentul cristalizării crește prin micșorarea temperaturii, prin mărirea suprafeței de cristalizare, prin agitarea soluției, prin frecarea pereților vasului cu o baghetă, prin mărirea presiunii etc.

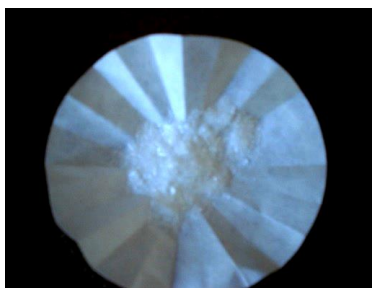


Fig. III.7. Cristale de acid benzoic răcite în timp

B. Recristalizarea sulfatului de cupru

Materiale necesare:

- sulfat de cupru
- apă
- pahar Berzelius de 100 ml
- baghetă de sticlă
- spatulă
- bec de gaz

Mod de lucru:

Prepară la cald o soluție saturată de sulfat de cupru, într-un pahar Berzelius de 100 ml, astfel:

1. pune la încălzit o cantitate de apă la aproximativ 70°C; introdu în alt pahar o cantitate de sulfat de cupru și apoi adăugă treptat și sub agitare apa fierbinte, până la dizolvarea completă (ai grijă să nu adaugi mai multă apă decât este necesar!).

2. transferă jumătate din soluția preparată în alt pahar Berzelius. Lasă unul dintre pahare să se răcească încet, iar pe celălalt răcește-l rapid sub un jet de apă rece.

3. observă cristalele obținute în cele două vase.

III.7. Distilarea

III.7.1. Date teoretice despre distilare



Amintește-ți !

Distilarea este o metodă de izolare a unui compus dintr-un amestec, de obicei lichid, alcătuit din mai mulți compuși (componenti); se bazează pe diferența dintre punctele de fierbere ale componentilor din amestec.

Distilarea se realizează prin încălzirea amestecului într-un vas de distilare, iar vaporii, rezultați la diferite temperaturi sunt condensați și lichidele obținute sunt culese separat.

În funcție de valoarea diferenței dintre punctele de fierbere ale componentilor din amestec, se folosește:

- distilare simplă, pentru diferențe mari ale punctelor de fierbere (40-50°C);

- distilare fracționată cu coloane de distilare, pentru diferențe mici ale punctelor de fierbere(5-10°C);
- distilare la presiune scăzută, pentru diferențe foarte mici ale punctelor de fierbere (1-5°C).

Principiu: distilarea simplă constă în fierberea amestecului și transformarea substanței lichide în vapori, urmată de condensarea acestora cu ajutorul unui refrigerent.

Materiale necesare:

- balon Würtz,
- termometru,
- refrigerent,
- vas de culegere a distilatului,
- sursă de încălzire,
- sită de azbest.
- trepied
- stativ
- bucățele de porțelan poros

Mod de lucru:

Realizează instalația de distilare (Fig. III.8).

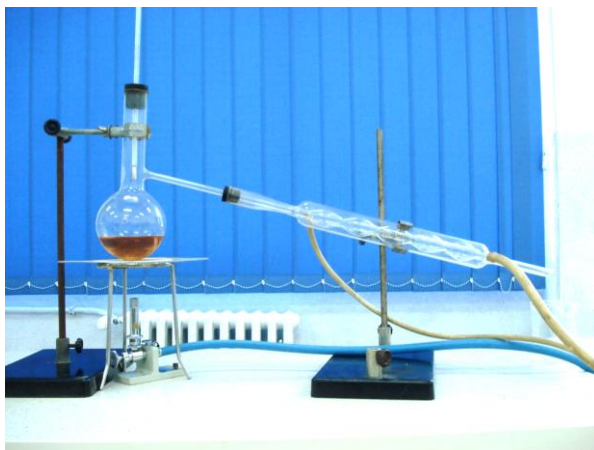


Fig. III.8 Instalație de distilare

În balonul Würtz introdu o cantitate de amestec egală cu $\frac{1}{2}$ din capacitatea balonului și câteva bucățele de porțelan poros pentru omogenizarea fierberii. Atașează termometrul astfel ca rezervorul acestuia să ajungă până în

dreptul tubului lateral al balonului de distilare. Montează apoi refrigerentul și alimentează cu apă.

Notează temperaturile la care cei doi componenți vor distila și măsoară cantitatea din fiecare component. Prin raportare la cantitatea inițială de amestec se poate stabili randamentul distilării.

III.7.2. Experiment



Experimentează !

Realizează distilarea simplă a unui amestec de acid acetic și tetraclorură de carbon, în proporție de 1:1, ținând seama de modul de lucru descris mai sus.

III.8. Sublimarea

III.8.1. Date teoretice despre sublimare



Amintește-ți !

Sublimarea este operația de purificare bazată pe proprietatea unor substanțe de a trece, prin încălzire, direct în fază gazoasă, fără a se topi. Condensarea vaporilor rezultați conduce la o masă de cristale (nu un lichid) cu puritate superioară probei inițiale. Folosirea acestei metode este limitată numai la substanțele care au proprietatea de a sublima.

Pentru mărirea vitezei de sublimare este necesară o mărire a suprafeței de sublimare ce se poate realiza prin: pulverizarea fină a substanței, alegerea unei forme corespunzătoare a aparatului de sublimat, prin micșorarea distanței dintre substanța de volatilizare și cea de condensare, prin mărirea temperaturii de sublimare.

Printre substanțele care se purifică prin sublimare se numără acidul benzoic, naftalina, anhidrida ftalică, ftalimida etc.

III.8.2. Experiment - Sublimarea naftalinei



Experimentează !

Sublimarea naftalinei

Principiu: naftalina impură se poate purifica prin sublimare .

Materiale necesare:

- naftalină tehnică
- sticlă de ceas
- pâlnie de sticlă
- hârtie de filtru
- trepied
- sită de azbest
- bec de gaz
- spatulă



Fig. III.9 Sublimarea naftalinei

Mod de lucru:

Pe o sticlă de ceas pune 5-10g de naftalină tehnică, peste care așază o hârtie de filtru perforată.(fig.III.9) Acoperă sticla de ceas cu o pâlnie așezată cu gura în jos. Încălzește încet sticla de ceas pe o sită de azbest.

Compară cristalele de naftalină tehnică cu cele obținute prin sublimare (fig. III.10).



Fig. III.10 Cristale de naftalină

III.9. Aplicații

I. Apreciază următoarele propoziții cu adevărat sau fals:

-1. Distilarea este o metodă de separare și purificare a substanțelor lichide.
-2. Trecerea unei substanțe prin încălzire, din stare solidă în stare lichidă se numește sublimare.
-3. Soluția de precipitat se toarnă în pâlnia de filtrare scurgându-se de-a lungul unei baghete.
-4. Randamentul cristalizării crește prin mărirea suprafeței de cristalizare.
-5. Pâlnia Büchner se utilizează pentru filtrarea la presiune atmosferică.

II. Alege răspunsul corect:

1. Care dintre vasele de laborator de mai jos se folosesc la filtrare:



a.



b.



c.



d.

2. Care dintre următoarele amestecuri se pot separa prin distilare:

- a. Apă - acid benzoic
- b. Apă – alcool
- c. Apă – sare
- d. Naftalina cu impurități

III. Pentru a-mi prepara un sos pentru salată amestec 20 ml apă, 8 ml ulei și 2 g sare. Concentrația procentuală a soluției preparate este

- IV. Determină puritatea unei probe de sare de bucătărie, dacă NaCl din 1,2 g probă este precipitat de 36 cm³ soluție AgNO₃ 0,5M.
- V. O probă de 10 g de naftalină de puritate 80% este supusă sublimării. Află cu ce randament a decurs sublimarea, dacă s-au obținut 6,2 g naftalină pură.
- VI. O probă de 2g acid benzoic se supune operației de purificare prin recristalizare. Determină puritatea probei, știind că s-a obținut 1,44g acid benzoic pur, cu randamentul de 80%.
- VII. În balonul cotat de 250 ml dizolvă 2 g de NaOH în apă distilată și adu la semn.
 Descrie modul de lucru și determină:
- Concentrația molară a soluției obținută.
 - Volumul soluției de HCl 0,1 M care reacționează total cu 10 ml soluție obținută.
- VIII. Să se determine gravimetric ionii de clorură prin precipitarea lor sub formă de clorură de argint. Care este mărimea probei, dacă procentul în ioni Cl⁻ se obține prin înmulțirea cu zece a cantității de clorură de argint. ($A_{Cl} = 35,457$, $A_{Ag} = 107,86$).
- IX. O probă de soluție de acetat de plumb (CH₃-COO)₂Pb cu volumul de 50 ml este tratată cu soluție de acid sulfuric până la precipitarea totală. După filtrare, spălare și uscare se obțin 6,06 g de precipitat. Considerând că nu sunt pierderi de substanță, calculează concentrația molară a soluției de acetat de plumb.
- X. O probă de apă industrială ce conține ionii Fe³⁺, cu volumul de 20 ml este tratată cu o soluție de K₄[Fe(CN)₆] în exces. În final se separă 0,344g de precipitat albastru. Determină concentrația ionilor Fe³⁺, exprimat în g/l.

Raspunsuri:

- III.9. *Aplicații* III.9,09 % ; IV. 87,75%; V. 77,5%; VI. 90%;
 VII. a) 0,2 M , b) 0,02 l ; VIII. 2,474 g; IX. 0,4 M; X. 4,48g