

VI. Rozdzielanie zawiesin

Zawiesinami są nazywane mieszaniny niejednorodne ciała stałego (o rozmiarach cząstek większych niż 500 nm) i cieczy. Mieszaniny niejednorodne są to układy złożone przynajmniej z dwóch faz oddzielonych od siebie wyraźną granicą rozdziálu. W praktyce laboratoryjnej najczęściej są spotykane trzy sposoby rozdzielania zawiesin:

- dekantacja,
- sączenie (filtracja),
- odwirowanie.

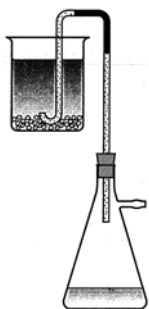
1. Dekantacja

W zawieszynie cząstki ciała stałego, pod wpływem siły ciężkości, osadzają się na dnie naczynia, tworząc osad. Dekantacja polega na oddzielaniu osadu od cieczy przez jej odlanie lub odlewarowanie znad osadu. Dekantację przez odlewanie cieczy przeprowadza się w zlewkach. Inne naczynia, takie jak kolby kuliste czy stożkowe, nie nadają się do tego celu. Najlepsze naczynia do dekantacji mają kształt stożka ściętego i odwróconego mniejszą powierzchnią do dołu lub walca z dnem stożkowym. Wszystkie przemysłowe osadniki mają właśnie taki kształt.



Rys. A41. Kształt naczyń do dekantacji

Podczas osadzania cząstek dobrze jest ustawić naczynie ukośnie, ponieważ nie następuje wtedy zmęcenie cieczy przy jej odlewaniu. Jeżeli ciecz odlewa się za pomocą lewarka, to rodzaj naczynia i jego ustawienie nie mają znaczenia. Koniec lewarka zanurzony w cieczy powinien być skierowany ku górze, aby zapobiec porywaniu cząstek osadu przez ciecz. Ciecz do lewarka wprowadza się najczęściej przez zassanie, np. przez podłączenie pompy próżniowej. Można też zapoczątkować przepływ cieczy przez lewarek, zamykając jego dolną końcówkę gumką ze ściskaczem i napełnienie wodą destylowaną. Po włożeniu drugiej końcówki do zlewanej cieczy należy otworzyć ściskacz, co zapoczątkuje wypływ cieczy.



Rys. A42. Dekantowanie za pomocą lewarka

Osad po dekantacji zawiera jeszcze dużo cieczy z zanieczyszczeniami. Aby osad został całkowicie oczyszczony z substancji ciekłej, należy go przemyć czystym rozpuszczalnikiem. W tym celu do naczynia z osadem wlewa się porcję cieczy przemylającej, następnie miesza dokładnie, po czym odstawia do osadzenia i dekantuje, zlewając ciecz do innego naczynia niż ciecz pierwotną. Proces przemylania należy prowadzić wielokrotnie, aż do usunięcia zanieczyszczającego składnika.

Dekantację stosuje się jako pierwszy etap rozdzielania, poprzedzający dokładniejsze rozdzielanie - sączenie. Dekantacji nie stosuje się w przypadku osadów trudno opadających, a także tworzących kożuch na powierzchni cieczy (osady o tzw. tłustej powierzchni, słabo zwilżalne przez ciecz). Jeżeli osad jest trudno opadający, to ogrzanie mieszaniny i dokładne wymieszanie powoduje niekiedy przyspieszenie procesu. Podwyższenie temperatury zwiększa szybkość opadania cząstek, ponieważ zmniejsza się lepkość cieczy (lepkość jest to wielkość charakteryzująca tarcie wewnętrzne cząstek cieczy). Nie zawsze jednak można ogrzewać roztwór, ponieważ podwyższenie temperatury najczęściej powoduje zwiększenie rozpuszczalności osadu. Kiedy osad

opadnie, wtedy dobrze jest oziębic roztwór, gdyż lepkość cieczy wtedy wzrasta i trudniej jest zmącić mieszaninę podczas zlewania cieczy.

Przy rozdzielaniu należy zawsze zwracać uwagę na właściwości składników mieszaniny i ich znaczenie w dalszej pracy. Niekiedy wykorzystywany jest tylko osad, ciecz zaś stanowi substancję odpadową, w innych przypadkach jest odwrotnie, a niekiedy obydwie fazy są wykorzystywane. Jeżeli oddzielenie prowadzi się w celu analizy jednego ze składników mieszaniny pod względem składu ilościowego, to nie można dopuścić do jego strat, jeżeli natomiast należy zbadać skład jakościowo lub otrzymuje się substancję jako preparat, to proces oddzielania można prowadzić mniej dokładnie, ponieważ zawsze skraca to czas operacji.

2. Sączenie

Największe znaczenie w pracy laboratoryjnej ma oddzielanie fazy stałej od ciekłej metodą sączenia, tj. za pomocą materiału filtrującego przepuszczającego tylko ciecz. Sączenie jest wtedy efektywne, kiedy materiał filtracyjny zatrzymuje cząstki ciała stałego, a sam proces przebiega dość szybko. Na jakość sączenia wpływają następujące czynniki:

- wielkość porów materiału filtrującego,
- wielkość powierzchni filtracyjnej,
- różnica ciśnień po obu stronach materiału filtracyjnego,
- charakter fazy stałej i ciekłej (wielkość cząstek, gęstość, lepkość),
- stosunek ilościowy obu faz.

Osady spotykane w praktyce laboratoryjnej mają różne właściwości. W procesie sączenia szczególne znaczenie mają rozmiary sączonych cząstek. W zależności od wielkości cząstek wyróżnia się osady:

- krystaliczne - drobnokrystaliczne i grubokrystaliczne,
- koloidalne - serowate i galaretowate.

Rozmiary cząstek osadów koloidalnych zawierają się w granicach od 0,5 μm do 1 nm. Cząstki osadów krystalicznych mają rozmiary powyżej 0,5 μm (mikrometr - $\mu\text{m} = 10^{-6}$ m, nanometr - $\text{nm} = 10^{-9}$ m).

Najłatwiej się sączy osady grubokrystaliczne. Osady koloidalne można łatwo sączyć, jeżeli po ich strąceniu nastąpiła **koagulacja** (połączenie drobnych cząstek w większe skupiska - **żele**) i utworzenie galaretowatej lub kłaczkowatej zawiesiny. W przypadku gdy pozostają w postaci **zolu** (bardzo drobnych cząstek nie połączonych w skupiska), ich sączenie jest praktycznie niemożliwe. Koagulację można niekiedy przyspieszyć przez ogrzewanie roztworu. Jeżeli osad po koagulacji jest nadal bardzo drobny, to można dodać do zawiesiny **miazgi sączkowej**. Miazga sączkowa jest to roztarty z wodą sączek, z bibuły filtracyjnej. Osad koloidalny osadza się na kłaczkach bibuły, które podczas sączenia zamykają pory w materiale filtracyjnym, zmniejszając tym samym jego przepuszczalność.

Procesem odwrotnym do koagulacji jest **peptyzacja**, czyli przejście żelu w zol (rozproszenie cząstek).

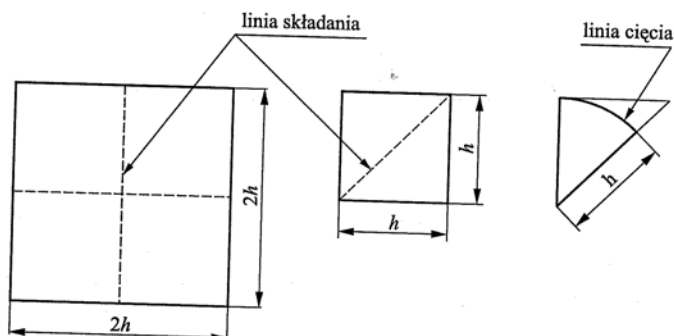
Zjawisko peptyzacji może zajść podczas niewłaściwego przemywania osadu. W niektórych przypadkach osad przy przemywaniu zaczyna przechodzić przez sączek. Aby tego uniknąć, należy ściśle przestrzegać przepisu sączenia i przemywania osadu.

W zależności od rodzaju osadu należy dobrać odpowiednie materiały filtracyjne. Wśród materiałów stosowanych do sączenia wyróżnia się:

- bibułę filtracyjną;
- gęstą, przeznaczoną do osadów drobnokrystalicznych,
- średnią, przeznaczoną do osadów grubokrystalicznych,
- rzadką, przeznaczoną do osadów grubokrystalicznych i skoagulowanych koloidów,
- masy włókniste, np. watę szklaną,
- płótno filtracyjne (głównie stosowane w przemyśle),
- spiek szklany.

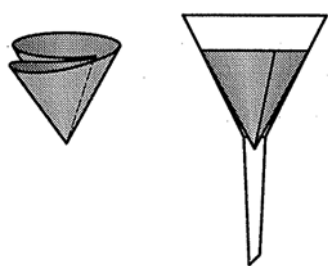
Sączenie prowadzi się pod normalnym, zmniejszonym lub zwiększonym ciśnieniem. **Sączenie prowadzone pod normalnym ciśnieniem** jest procesem, w którym ciecz przechodzi przez materiał filtracyjny pod ciśnieniem słupa cieczy sączonej. W procesie tym stosunek ilościowy osadu do cieczy powinien być niewielki, a lepkość cieczy mała. Zestaw do sączenia składa się z lejka umieszczonego w kółku metalowym lub drewnianym na odpowiedniej wysokości, sączka gładkiego, karbowanego lub masy włóknistej oraz naczynia

do odbierania przesącza. **Sączek gładki** wykonuje się z bibuły filtracyjnej. W tym celu należy wyciąć kwadrat o boku równym dwóm wysokościami sączka h , odpowiednio złożyć i wyciąć zbędne części (rys. A43).

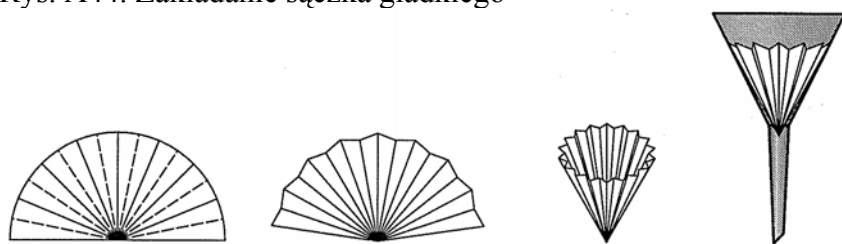


Rys. A43. Wycinanie sączka

Otrzymany w ten sposób stożek z bibuły należy odpowiednio rozewrzeć i umieścić w lejku, tak jak pokazano na rysunku A44. Ten rodzaj sączka rzadko bywa używany z powodu długiego czasu sączenia, jest on stosowany tylko do sączenia małych ilości roztworów i w operacjach sąceń analitycznych. Znacznie szybciej się sączy używając **sączków karbowanych** mających dużą powierzchnię sączenia. Wykonuje się je z bibuły filtracyjnej przez wielokrotne zaginanie jej w harmonijkę, jak pokazuje rysunek A45. Przed włożeniem sączka karbowanego do lejka należy go odwrócić, aby zabrudzone i nieco postrzępione krawędzie tworzyły wewnętrzną część filtru. W handlu są dostępne gotowe sączki gładkie i karbowane. Sączki karbowane i gładkie powinny być tak dobrane, aby ich górna krawędź znajdowała się kilka milimetrów poniżej górnej krawędzi lejka. Sączek wystający ponad lejek powoduje straty roztworu oraz nie pozwala na przykrycie go szkiełkiem zegarkowym.

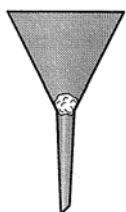


Rys. A44. Zakładanie sączka gładkiego

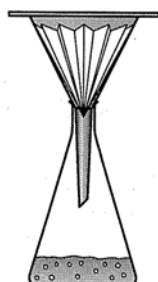


Rys. A45. Wykonanie sączka karbowanego

Lotne ciecze organiczne, które na dużej powierzchni sączków szybko odparowują, sączy się przez masy włókniste, zakładane swobodnie do nasady lejka, tak jak to pokazuje rysunek A46.



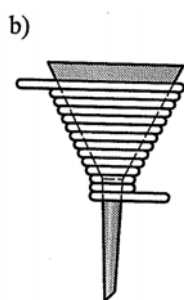
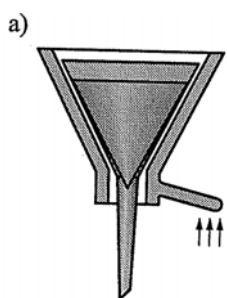
Rys. A46. Zakładanie masy włóknistej



Rys. A47. Sączenie na gorąco

Często zachodzi potrzeba sączenia gorących roztworów, z których wskutek ostygnięcia mogą na sączku wydzielić się kryształy, utrudniając dalsze sączenie i powodujące straty. Najprostszym sposobem zapobiegania temu zjawisku jest ogrzanie lejka z sączkiem w suszarce tuż przed sączeniem, a podczas sączenia przykrycie go szkiełkiem zegarkowym. Skuteczniejszym sposobem jest ogrzewanie lejka i sączka parami wrzącego przesączu (rys. A47).

Oprócz wyżej opisanych sposobów można prowadzić sączenie w lejkach z płaszczem grzejnym. Płaszcz grzejny pokazany na rysunku A48a jest wykonany z blachy miedzianej w formie lejka o podwójnych ściankach. Przestrzeń między ściankami wypełnia się wodą destylowaną, a płaszcz umieszcza się na trójnogu. Boczną rurkę płaszcza ogrzewa się do temperatury nieco niższej od temperatury wrzenia sączonej cieczy. Należy pamiętać o zgaszeniu palnika przy sączeniu cieczy palnych. Płaszcz grzejny przedstawiony na rysunku A48b jest wykonany z rurki metalowej o średnicy około 10 mm, tworzącej węzownicę. Przez rurkę przepuszcza się strumień pary wodnej, gorącej wody lub powietrza. Stosuje się też lejki ze spiekami szklanymi, ogrzewane elektrycznie.



Rys. A48. Płaszcze grzejne

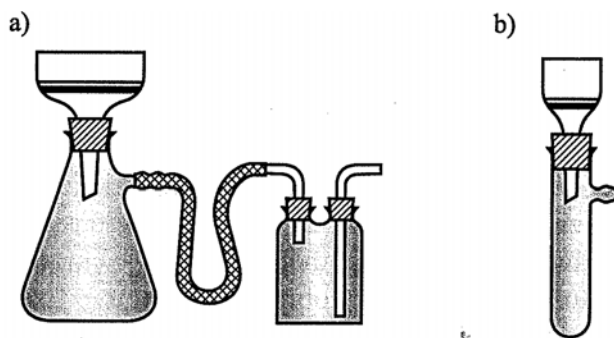
Rys. A49. Sączenie w obniżonej temperaturze

Niekiedy sączenie należy przeprowadzać w obniżonej temperaturze. Urządzenie do sączenia w takich warunkach przedstawia rysunek A49. W takich przypadkach można również stosować płaszcz pokazany na rysunku A48b, przepuszczając przez węzownicę ciecz chłodzącą.

Podczas sączenia na lejku zwykłym należy przestrzegać następujących zasad:

1. Zestaw do sączenia musi się składać z odpowiednio dobranego sprzętu. Lejek, kolbka na przesącz muszą mieć takie rozmiary, aby rozdzielane składniki mieściły się w nich swobodnie.
2. Sączek wymaganego rozmiaru wycina się z odpowiednio dobranej bibuły.
3. Sączek po założeniu należy zwilżyć wodą destylowaną.
4. Sączoną zawiesinę wlewa się w taki sposób, aby nie przedostała się pomiędzy sączek a lejek. Najlepiej wlewać ją po bagietce, ustawionej pionowo w stożku lejka. Osad nie może wypełniać całego sączka.
5. Szybkość sączenia wzrasta wraz z ciśnieniem hydrostatycznym słupa cieczy sączonej, dlatego należy wlewać ciecz na sączek tak, aby jej poziom był maksymalnie wysoki. Sączenie przyspiesza ustawienie nóżki lejka w taki sposób, aby strumień przesączu spływał po ściance odbieralnika.
6. Przesącz musi być klarowny, a w przypadku przechodzenia części osadu przez sączek filtracja jest nieprawidłowa. Przyczyną tego zjawiska może być:
 - źle dobrana bibuła (zbyt duże pory),
 - przerwany sączek,
 - źle wlewana zawiesina.

Sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem jest najczęściej stosowanym sposobem oddzielania osadu od cieczy w laboratorium chemicznym. Zapewnia ono dobre i szybkie oddzielenie tych składników wskutek dużej różnicy ciśnień nad i pod przegrodą filtracyjną. Urządzenie do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem składa się z części filtrującej oraz odbieralnika, do którego jest doprowadzony przewód niskiego ciśnienia połączony z pompką wodną, olejową lub przewodem próżni. Część filtrującą stanowią lejki sitowe, Buchnera z założonym krążkiem bibuły filtracyjnej lub Schotta. Lejki łączy się z kolbką ssawkową za pomocą korków gumowych lub wkładek. Można też stosować lejki i kolby ze szlifem. Zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem przedstawia rysunek A50.



Rys. A50. Zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem: a) dużej ilości zawiesiny, b) małej ilości zawiesiny

Kolbę ssawkową łączy się z pompą próżniową krótkim, grubościennym węzem gumowym przez płuczkę bezpieczeństwa, np. butelkę Wulfa. Sączek zakładany na lejek powinien mieć średnicę trochę mniejszą od średnicy dna lejka, ale zakrywającą wszystkie otworki dna. W przypadku, gdy sączek jest większy, to na ścianach lejka tworzą się zagięcia, którymi płynie na sito lejka sączona mieszanina, powodując przedostawanie się osadu do przesączu. Rozmiar lejka powinien być tak dobrany, aby osad wypełniał go przynajmniej w 1/3 pojemności. Ciecz powinna być wprowadzana na sączek w taki sposób, aby warstwa osadu była zawsze pokryta cieczą. W przeciwnym razie powstają w osadzie szczeliny zakłócające przebieg sączenia. Sączenie należy prowadzić przy niezbyt wysokiej próżni, gdyż silne ssanie wbija osad w pory bibuły i utrudnia sączenie.

Podczas sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem należy przestrzegać następujących zasad:

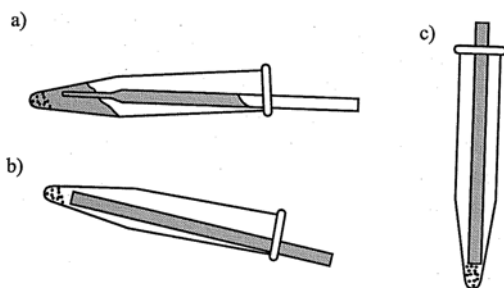
1. Zestaw do sączenia należy tak zmontować, aby był szczelny. Szczególną uwagę trzeba zwrócić na łączenie lejka z kolbą ssawkową.
2. Sączek musi mieć odpowiedni rozmiar, a bezpośrednio przed sączeniem należy zwilżyć go rozpuszczalnikami i przyssać do dna lejka przez włączenie próżni.
3. Nie należy włączać całego zakresu próżni na początku sączenia.
4. Zawiesinę należy wlewać na środek sączka z taką szybkością, aby był on zawsze pokryty warstwą cieczy.
5. Pod koniec sączenia dobrze jest odcisnąć osad, używając do tego celu korka szklanego.
6. Zestaw należy demontować w następującej kolejności:
 - wyłączenie próżni,
 - zdjęcie węża z kolby ssawkowej,
 - zdjęcie lejka po wyrównaniu ciśnienia z ciśnieniem atmosferycznym,
 - odwrócenie lejka nóżką do góry i wytrząśnięcie osadu z sączkiem na bibułę filtracyjną bądź szkiełko zegarkowe.

PAMIĘTAJ!

Otrzymany osad należy zawsze przemyć.

3. Odwirowywanie

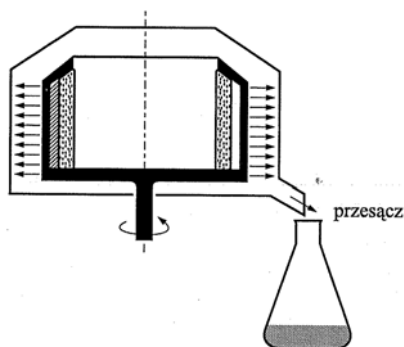
Odwirowywanie stosuje się zawsze wtedy, kiedy sączenie jest trudne. Odwirowywanie jest najszybszym sposobem oddzielania osadu od cieczy. Przeprowadza się je w wirówkach. Małe ilości substancji odwirowuje się za pomocą wirówek laboratoryjnych probówkowych, obracających się z szybkością kilku tysięcy obrotów na minutę. Czastki stałe zostają odrzucone przez siłę odśrodkową na dno próbówki, gdzie zbierają się w postaci ubitej warstwy osadu. Przed wirowaniem należy pamiętać o równomiernym rozłożeniu probówek i wyrównaniu ich mas, ponieważ w przeciwnym razie może nastąpić uszkodzenie wirówki. Po zakończeniu wirowania ciecz znad osadu zlewa się lub odpipetowuje (rys. A51a), a resztki pozostałej cieczy usuwa się paskiem bibuły (rys. A51b). Następnie osad odciska się ściśle zwiniętym zwitkiem bibuły filtracyjnej o równo uciętym końcu (rys. A51c). Osad przemywa się dodając rozpuszczalnik i mieszając zawartość próbówki bagietką, po czym ponownie odwirowuje. Osad wyjmuje się łopatką o odpowiedniej wielkości, bezpośrednio po odcisnięciu lub po wysuszeniu w próbówce.



Rys. A51. Oddzielanie cieczy od odwirowanego osadu: a) odpipetowanie cieczy, b) usuwanie resztek cieczy paskiem bibuły, c) osuszanie zwitkiem bibuły

Do odwirowywania większych ilości substancji stosuje się bębnowe wirówki filtracyjne. Główną częścią wirówki filtracyjnej (rys. A52) jest bęben wykonany z blachy, obracający się z dużą prędkością. Ściana bębna jest dziurkowana, wewnątrz wyłożona wymienną tkaniną, bibułą lub innym materiałem filtrującym. Zawieszinę nalewa się do bębna i włącza wirówkę, początkowo na wolne obroty. Dopiero po utworzeniu warstwy osadu zwiększa się jej obroty. Wirowanie jest zakończone wtedy, gdy przestaje wypływać przesącz. Osad przemywa się przez wlanie do bębna rozpuszczalnika i ponowne odwirowanie. Wirówkę można rozładować po całkowitym zatrzymaniu się bębna. Zaletami wirówek filtracyjnych są:

- duża pojemność,
- szybkość oddzielania faz,
- sprawność uwalniania fazy stałej od cieklej (ilość zatrzymanej cieczy wynosi tylko 1%, podczas gdy przy sączeniu pod próżnią do 10%),
- oddzielanie takich osadów, które są trudne do filtracji, np. z lepkiej papki.



Rys. A52. Bębnowa wirówka filtracyjna

PAMIĘTAJ!

Proces rozdzielania zawiesin powinien przebiegać szybko i dokładnie. Sposób przeprowadzenia operacji zależy od rodzaju zawiesiny. Zestaw do rozdzielania musi składać się z odpowiednio dobranego sprzętu. Prawidłowy przebieg operacji zależy od właściwej techniki pracy.