

Нина Ђапић

ПРАКТИКУМ ЗА ВЕЖБЕ ИЗ ХЕМИЈЕ

Универзитет у Новом Саду
Технички факултет „Михајло Пупин”
Зрењанин, 2018.

Аутор: Нина Ђапић

Назив уџбеника: Практикум за вежбе из хемије

Издавач: Технички факултет „Михајло Пупин“, Зрењанин

За издавача: проф. др Драгица Радосав, деканка

Рецензенти:

Вјекослав Сајферт, Технички факултет „Михајло Пупин“, Зрењанин

Радослав Мићић, Технички факултет „Михајло Пупин“, Зрењанин

CIP-Каталогизација у публикацији
Библиотека Матице српске, Нови Сад

54(075.8)(076)

Ђапић, Нина

Практикум за вежбе из хемије [Електронски извор] / Нина Ђапић. – Зрењанин:
Технички факултет „Михајло Пупин“, 2018. – 1 електронски оптички диск
(CD-ROM): текст; 12 cm. – (Библиотека „Уџбеници“; 228)

ISBN 978-86-7672-311-9

а) Хемија - Практикуми
COBISS.SR-ID 325519879

Одлуком Научно-наставног већа Техничког факултета „Михајло Пупин“ у
Зрењанину од 05.09.2018. године, одобрено је штампање и коришћење ове
књиге у сврху практикума за лабораторијске вежбе.

Предговор

Практикум за вежбе из хемије је уџбеник који примењује основне принципе опште, аналитичке и физичке хемије у циљу разумевања основних извода хемијске пропедевтике. Основни циљ овог практикума је упознавање са практичном применом аналитичких и физичко-хемијских метода анализе у сврху квалитативне и квантитативне анализе хемијских система. Практикум је намењен студентима Техничког факултета „Михајло Пупин“ у Зрењанину, Универзитета у Новом Саду, који предмет Хемија слушају са фондом часова 2+2 у току једног семестра. Вежбе су засноване на илустрацији делова теорије и појединих физичко-хемијских метода. За извођење вежби потребно је претходно савладавање теоријског градива од стране студента који ступа у лабораторији и изводи вежбу.

Познавање теорије је неопходно пре експерименталног извођења вежбе. Може се споменути, иако то у случају извођења ових експерименталних вежби не важи, на размимоилажење теоретичара и експериментатора, које је написао Луис Алварез, 1971. године у Пустоловинама експерименталне физике:

„Упркос великом дивљењу за моје пријатеље теоретичаре, не могу да се отмам уверењу да су толико дуго застрашивали нуклеарне физичаре, све док ови нису почели да верују да је њихова једина функција да проверавају теоретске хипотезе, да одлучују која је од њих исправна, а која не ... Физика је у прошлости напредовала кроз наизменична открића експерименталаца и теоретичара. Ова природна симбиоза је сада разбијена предрасудама које су теоретичари наметнули експерименталцима. Молим своје пријатеље теоретичаре да стану пре него што сруше цео храм на све нас. Начинимо још неко откриће, као што је била суперпроводљивост, која је чекала педесет година да је теоретичари објасне ... Наше садашње процедуре одлучивања (који ћемо експеримент финансирати, а који не) скоро да гарантују да се ништа неочекивано неће наћи.“

Свесна чињенице да су корисници уџбеника најбољи рецензенти, аутор ће прихватити све корисне савете и примедбе који би помогли да будућа издања буду успешнија.

САДРЖАЈ

ОПШТЕ НАПОМЕНЕ И МЕТОДЕ РАДА У ХЕМИЈСКОЈ ЛАБОРАТОРИЈИ	2
1. Хемијска лабораторија	2
2. Начин рада у хемијској лабораторији	2
3. Хемикалије и рад са хемикалијама	3
4. Мере предострожности при раду у лабораторији.....	3
5. Пружање прве помоћи у лабораторији.....	4
а. Механичке повреде.....	5
б. Термичке повреде (опекотине).....	5
в. Повреде које настају дејством хемијских реагенаса.....	5
г. Тровања	5
6. Ваге и мерења	6
7. Лабораторијски прибор за загревање	6
а. Грејалице	7
б. Купатила.....	7
в. Електрични уређаји за загревање	8
8. Лабораторијско посуђе	8
9. Цеђење (филтрирање)	10
10. Прање лабораторијског посуђа и прибора након употребе	10
ОБРАДА РЕЗУЛТАТА МЕРЕЊА И ИЗРАЧУНАВАЊЕ ГРЕШКЕ МЕРЕЊА	11
1. Врсте грешака.....	11
Грубе грешке.....	11
Систематске грешке	11
Случајне грешке	11
2. Прорачун грешака за директно мерене величине.....	12
Средња вредност и грешка мерења.....	12
3. Прорачун грешке код индиректно одређене величине	13
4. Графички приказ експерименталних резултата мерења.....	14
УПУТСТВО ЗА ВЕЖБЕ	17
ВЕЖБА БРОЈ 1.	17
ВЕЖБА БРОЈ 2.	21
ВЕЖБА БРОЈ 3.	23
ВЕЖБА БРОЈ 4.	26
ВЕЖБА БРОЈ 5.	28
ВЕЖБА БРОЈ 6.	30
ВЕЖБА БРОЈ 7.	34
ВЕЖБА БРОЈ 8.	37
ВЕЖБА БРОЈ 9.	40
ВЕЖБА БРОЈ 10.	43
ВЕЖБА БРОЈ 11.	45
ВЕЖБА БРОЈ 12.	48
ВЕЖБА БРОЈ 13.	51
ВЕЖБА БРОЈ 14.	53
ЛИТЕРАТУРА.....	55

ОПШТЕ НАПОМЕНЕ И МЕТОДЕ РАДА У ХЕМИЈСКОЈ ЛАБОРАТОРИЈИ

1. Хемијска лабораторија

Хемијска лабораторија је специјално опремљена просторија у којој се изводе најразноврснији хемијски експерименти. Према хемијским операцијама, које се изводе у лабораторији, хемијске лабораторије се могу према намени, начину и врсти експеримената који се у њој изводе, поделити на лабораторије: за општу хемију, аналитичку хемију, за инструменталне анализе, за органску хемију, препаративну органску и неорганску анализу и друге. У хемијској лабораторији постоје столови на којима су уграђене полице на којима се одлажу реагенси и прибор потребан за извођење експеримента. Свако радно место има уграђене водене, струјне и гасне инсталације. Отпадни раствори се одливају у канистере. У хемијској лабораторији постоје две врсте канистера за одлагање употребљених растварача: за халогеноване и нехалогеноване раствараче. Постоји и пластична кофа у коју се одлаже хемијски отпад. Растварачи се не просипају у сливник. Хемијски отпад се не одлаже у канте за смеће, већ у специјалне пластичне кофе са поклопцем. У хемијској лабораторији постоје дигестори, са добром и исправном вентилацијом, у којима се изводе експерименти при којима се издвајају отровни и загушљиви гасови и паре. Електрични уређаји: сушнице, пећи зажарење и други инструменти су распоређени тако да њихов размештај и употреба не смета, већ обезбеђује успешан и ефикасан рад.

2. Начин рада у хемијској лабораторији

Протокол кога се треба придржавати у хемијској лабораторији је:

- Пре почетка рада на одређеном експерименту (вежби) потребно је научити теоријски део који је неопходан за успешно извођење експеримента (вежбе)
- Пре почетка вежбе потребно је припремити потребне хемикалије, лабораторијски прибор и посуђе
- Свака вежба је унапред одређена и потребно је детаљно се упознати са начином извођења вежбе, научити теоријски део и рачунске операције стехиометрије. Тиме се постиже успешно извођење вежбе и рационално искоришћење времена предвиђеног за извођење вежбе
- Знати све мере предострожности, нарочито када се ради са лако запаљивим супстанцама
- Када се приступи извођењу експеримента, пажљиво пратити експеримент који се одиграва и бележити сва запажања
- Све промене у току експеримента и једначине одговарајућих хемијских реакција бележити у дневник рада. Никада се не ослањати на памћење и сећање. У лабораторијски дневник за сваку вежбу написати:
 - Назив вежбе
 - Датум
 - Једначине реакције
 - Стехиометријска израчунавања, где је то потребно
 - Слику прибора, апаратуре или инструмента

- Опис рада
 - Добијене резултате
 - Запажања у току рада
 - Резултате израчунавања
 - Закључак
- По урађеном експерименту радно место и лабораторију оставити чисто и уредно

3. Хемикалије и рад са хемикалијама

Свако радно место, у лабораторији, има одређену количину хемикалија на полици или радном столу. Са тим хемикалијама се изводе лабораторијске вежбе. Према чистоћи хемикалије се деле на: хемијски чисте, чисте за анализу, чисте и техничке. При раду са хемикалијама потребно је знати њихове хемијске и физичко-хемијске карактеристике: запаљивост, отровност, испарљивост и друге. Течности, које могу бити чисти растварачи или раствори чувају се у стакленим боцама које су затворене шлифованим затварачима. Изузетак су раствори база који се чувају у флашама са пластичним затварачем. Раствор базе и угљендиоксид из ваздуха граде карбонат који заостаје између боце и шлифованог затварача и та се боца више никад не може отворити. Чврсте супстанце се чувају у стакленим или пластичним боцама, флашама, теглама или кутијама. На свакој боци, флаши, тегли и кутији мора бити етикета са називом реагенса, хемијска формула једињења, ознака чистоће и код раствора ознака концентрација раствора. При раду са хемикалијама треба се придржавати следећих правила:

- Чврсту супстанцу треба узимати пластичном кашичицом, металном кашичицом или шпатулом. Течан реагенс узет из боце никада се не сме враћати назад у боцу из које је одмерен. Вишак просути у канистер у коме се скупљају течности. Растварачи и хемикалије се не смеју просипати у лавабо, сливник или канализацију.
- Када у упутству за вежбу није назначена потребна количина реагенса, онда експеримент изводи узимајући чврсту супстанцу на врх шпатуле, неколико кристалића. Течну супстанцу узимати по 2-3 cm³ раствора.
- После узимања реагенса, боцу одмах вратити на своје место.
- Опрезно се ради са запаљивим, експлозивним, корозивним и отровним реагенсима. Са њима се ради у дигестору који је током вежби укључен.
- Када се течан или чврст реагенс проспе или пролије по столу или поду, треба га одмах сакупити односно обрисати.

4. Мере предострожности при раду у лабораторији

У лабораторији се користе и отровне, запаљиве и испарљиве супстанце. Користи се стаклено посуђе и оштри предмети. Свесним извођењем вежби могуће је избећи тровања, пожар и повреде. Опасност постоји при непосредном контакту, орално или преко органа за дисање. Сваки поступак при раду захтева потпуну преданост, озбиљност, сигурност и спретност при извођењу лабораторијских вежби. Уколико се не ради по принципу добре лабораторијске праксе може доћи до несагледивих последица.

При раду у хемијској лабораторији треба се најстрожије придржавати следећег:

- По правилу никада не треба бити сам у лабораторији
- Потребно је познавање мера предострожности при раду у хемијској лабораторији
- Познавати место апарата за гашење пожара и приручне апотеке
- Знати реагенсе са којима се ради пре извођења експеримента
- Течне реагенсе пажљиво одливати
- Реагенс не сме да дође у додир са кожом
- Обавезно је ношење радног мантила и по потреби заштитних наочара и рукавица
- Гумена и пластична црева се навлаче на стаклене цеви тако што се претходно овлаже водом. При хватању стаклених цеви, руке треба да буду што ближе једна другој како би се смањила могућност ломљења стаклених цеви
- Устима се не пипетирају корозивне, лако испарљиве и отровне течности
- Када се садржај епрувете загрева отвор епрувете је окренут супротно од експериментатора
- Гасови и паре се не миришу
- Не мешају се топли раствори киселина и база. То су егзотермне реакције и долази до наглог прегревања и прскања течности
- Вода у киселину (вук) се не сипа, већ киселина у воду. При додиру воде са киселином долази до ослобађања топлоте што условљава прскање течности ван суда
- Код огледа где се користе реагенски непријатног и загушљивог мириса, они се раде у дигестору
- Експерименте са запаљивим реагенсима изводити даље од пламена
- Мали пожари у лабораторији се гасе влажном крпом или песком. Велики пожари се гасе апаратима за гашење пожара који при употреби развијају угљен-диоксид
- По завршеном експерименту, пре изласка из лабораторије, затворити славине за довод гаса, чесме и електричне уређаје.

5. Пружање прве помоћи у лабораторији

Одређени хемијски реагенси имају сложену реактивност и поједини делују тренутно на органско ткиво. Потребно је познавати прву помоћ која се пружа одмах у лабораторији. Када дође до повреде, која може бити лакша или тежа, најважније је остати прибран, сталожен и одмах помоћи повређеном:

- Позвати хитну помоћ
- Код посекотина зауставити крварење
- Дати против отров уколико дође до тровања или код повреда узрокованих киселинама и базама
- Вратити дисање повређеном.

Повреде које могу настати у лабораторији се деле на:

- Механичке
- Термичке
- Електричне
- Хемијске
- Токсиколошке

а. Механичке повреде

Механичке повреде настају при руковању са стакленим посуђем. Могу бити посекотине које су праћене спољашњим крварењем. Кад посекотина није велика и нема великог крварења, посекотину испрати 3% раствором водоник-пероксида, алкохолом или тинктуром јода. Комадиће стакла у посекотини извадити пинцетом и посекотину поново дезинфиковати, прекрити газом и превити завојем. Уколико дође до јаког венског или артеријског крварења, крварење одмах зауставити подвезивањем између посекотине и срца. Подвезивање се изводи са завојем, марамом или гуменим цревом. Особу са таквом повредом одмах послати у болницу.

б. Термичке повреде (опекотине)

Опекотине, у хемијској лабораторији, настају од пламеника, вруће воде, кључалог раствора, загрејаног стакла и слично. Када се на опекотини залепе делови одеће, не треба их насилно скидати, већ их треба одрезати око опекотине. Опечено место хладити под млазом воде. Испрати 3% раствором водоник-пероксида (хидроген), премазати вазелином, јекодермом, рибљим, ланениним или маслиновим уљем и прекрити газом. После пружене прве помоћи повређеног послати у болницу.

в. Повреде које настају дејством хемијских реагенаса

Код повреда концентрованим киселинама повређено место одмах испрати под млазом воде, потом га натопити засићеним раствором натријум-бикарбоната. Након неутрализације повређено место испрати 3% раствором калијум-перманганата. На крају се повређено место премаже ланеним уљем или кремом за опекотине.

Код повреда узрокованих концентрованим базама повређено место одмах испрати под млазом воде, потом га натопити 10% раствором сирћетне киселине, засићеним раствором борне киселине или лимуновим соком. Након неутрализације повређено место испрати 3% раствором калијум-перманганата. На крају се повређено место премаже ланеним уљем или кремом за опекотине.

При доспећу киселине или базе у очи, очи се испирају великом количином натријум-бикарбоната (при доспећу киселине у око) или 3% раствором борне киселине (при доспећу базе у око). Раствор се уноси у оку помоћу капаљке. Након испирања очију, повређеног упутити лекару.

г. Тровања

Када се радно место одржава чистим и уредним тровања течним и чврстим реагенсима се могу избећи. Огледи са ослобађањем гасова се изводе у дигестору што при укљученој вентилацији сузбија тровање штетним гасовима. Уколико дође до тровања у лабораторији потребно је:

- Повређеног извести на свеж ваздух
- Позвати лекара
- Повређеног раскопчати и ослободити грудни кош
- Уколико је познат отров одмах пружити помоћ

- Уколико треба изазвати повраћање, ставити прст у уста повређеног, тако да прст додирне меки део непца или дати средство за повраћање

У свакој лабораторији је постављена апотека за прву помоћ на приступачном месту. Апотека треба да садржи:

- Маст, крему или восак за опекотине: јекодерм, јомелоп, маслиново уље
- Газа, вата, фластери, завоји
- Гумено црево, компресивни завој
- 96% алкохол
- Тинктура јода која се прави од 9 g јода, 3 g калијум-јодида и 90 g алкохола
- Бочице са раствором:
 - 10% FeCl₃
 - 3% NaHCO₃
 - 3% H₃BO₃
 - 2% KMnO₄
 - раствор за испирање очију
- Средство за повраћање: слана вода (2 кашичице соли на пола литре воде)

6. Ваге и мерења

Ваге се користе за мерење масе супстанце. Тачност мерења ваге је функција њене осетљивости. Осетљивост ваге се изражава бројем подеока који настаје померањем тачке равнотеже оптерећене ваге при вишку оптерећења од једне јединице масе. Ваге се чувају у посебној просторији где су заштићене од влаге, потреса и наглих промена температуре. Постојале су, и још у неким лабораторијама постоје, три врсте вага: техничка са тачношћу мерења од 1 до 2 g, техничко-хемијска са тачношћу од $\pm 0,01$ g и аналитичка вага са тачношћу мерења од $\pm 0,0001$ g. Ваге на полуку код којих се на тас стављају тегови су замењене дигиталним вагама. При мерењу масе на ваги постоји редослед који треба поштовати пре почетка мерења масе. Дигиталне ваге се укључе и на дисплеју треба да буде подешена на нулти подеок. Уколико није подеок на нули притисне се дугме за тарирање. По подешавању нултог подеока може се почети са мерењем. Супстанце у облику праха или кристала мере се у малим чашама. Прво се мери суд, потом супстанца заједно са судом и из разлике маса се налази маса одмерене супстанце. Правила којих се треба придржавати при мерењу и руковању са вагом су следећа:

- Пажљиво руковати са вагом
- Пре почетка сваког мерења проверити или одредити нулту вредност неоптерећене ваге
- Супстанца се не ставља директно на тас већ у стаклену посуду, на сахатно стакло или посуду за одмеравање. Испарљиве супстанце се мере у затвореном суду на ваги у дигестору при укљученој вентилацији
- По завршетку мерења вага се искључи
- Вага се држи у беспрекорно чистом стању. Уколико се тас упрља, обрисати га крпом.

7. Лабораторијски прибор за загревање

У хемијској лабораторији се користе следећи извори топлоте.

- Грејалице (пламеници на шпиритус или гас)

- Купатила (водено, уљано, пешчано)
- Електрични грејачи (решои, пећи, сушнице)

а. Грејалице

1. Шпиритусне лампе су стаклене или металне посуднице у које се сипа денатурисани алкохол и фитиљ. При горењу не дају јак пламен и не производе високу температуру. Ређе се употребљавају. Када је у лабораторију спроведен гас, онда се користе пламеници типа Бунзена, Текла или Мекера.

2. Бунзенов пламеник (R. W. Bunsen) састоји се из металног цилиндра на чијем се доњем крају налазе два симетрично распоређена отвора преко којих налаже прстен. Окретањем металног прстена око металног цилиндра пламеника, могуће је регулисати само довод ваздуха, гаса не.

3. Код пламеник по Теклу могуће је истовремено регулисање дотока гаса и ваздуха.

Гас из гасних цевовода доводи се до пламеника помоћу гумених или пластичних црева. Код наведених пламеника количина топлоте се добија при потпуном доводу ваздуха и тада је пламен скоро безбојан. Тада се у пламену могу запазити три зоне: зона најближа металном прстену где постоји само мешање гаса и ваздуха. То је унутрашњост пламена. У зони, изнад зоне мешања гаса и ваздуха, долази до непотпуног сагоревања услед ограниченог присуства ваздуха. Ово је зона у средини пламена. У овој зони пламена налазе се производи гаса који сагорева: угљен-моноксид, водоник, угљен-диоксид, водена пара. Редукциону моћ поседују угљен-моноксид и водоник услед чега се ова зона пламена назива редукционом зоном. Најудаљенија зона пламена од металног прстена има на располагању највише кисеоника из ваздуха, сагоревање гаса у овој зони је потпуно и има назив оксидациона зона.

При ограниченем доводу ваздуха у пламеник настаје процес најмањег сагоревања гаса при чему се јавља жути пламен. Такав пламен садржи несагореле усијане честице угљеника које пламену дају светло жуту боју. За пламен је потребно да релација гаса и ваздуха буде 1:2,5 док је за потпуно сагоревање потребна релација 1:6 смеше гаса и ваздуха који се овим пламеницима не може постићи.

Поступак при раду са пламеницима је следећи: одврне се славина гасног цевовода да би гас доспео до пламеника преко доводних црева. Уз мали довод ваздуха, гасна смеша се пали на врху пламеника. У зависности који се пламен жели добити, регулише се довод ваздуха. Пламеник се не пали при највећем доводу ваздуха. Пламеник се гаси тако да се заврне довод гаса на гасном цевоводу. Сачека се да гас који је остао у доводном цреву сагори и кад се пламеник сам угаси, затвори се метални завртањ за довод гаса у пламеник. Загревање пламеником се обично ради преко азбестних мрежица.

б. Купатила

У сврху добре лабораторијске праксе, купатила се користе када је потребно прецизније загревање и прецизна контрола температуре. Купатила која се користе су: водено, ваздушно, уљано, пешчано и метално. Са њима се постиже загревање од собне температуре до 300 °С.

1. Водено купатило се најчешће користи у лабораторији. Различитих су димензија, са сталним протоком воде и без протока. Вода у њима се загрева

помоћу грејача. Користе се за упаравање раствора. У њима је могуће одржавати константну температуру. Водена купатила стоје у дигестору.

2. Пешчано купатило је метална посуда напуњена ситним или жареним кварцним песком. Загрева се струјом. Сталена посуда у којој се упарава растварач, урони се у песак и то не до дна. Температура се контролише термометром уроњеним у песак поред посуде. Користе се када је потребно радити на вишим температурама, изнад 100 °С.

3. Уљана купатила су емајлирани судови напуњени парафинским или минералним уљем које има високу тачку паљења. Са њима се постиже виша температура у поређењу са воденим. Рад са уљаним купатилима се увек одвија у дигестору.

в. Електрични уређаји за загревање

За сушење и загревање до високих температура (жарење), у доброј лабораторијској пракси, користе се електрични грејачи. То су лабораторијски решои, сушнице и пећи.

1. Електрични решои су покривени металним плочама, азбестним или танким шамотом.

2. Сушнице се израђују од метала који је споља заштићен антикорозивном фарбом. У унутрашњости имају уређај за аутоматско регулисање температуре и контролну сијалицу. Користе се за сушење супстанци и лабораторијског посуђа на температура од 20 °С до 220 °С.

3. Електричне пећи се у хемијској лабораторији користе за жарење супстанци од 600 °С до 1000 °С. Оне су електрични грејачи који су обложени ватросталним материјалом. У њима се супстанце жаре у порцеланским, кварцним или платинским тигловима.

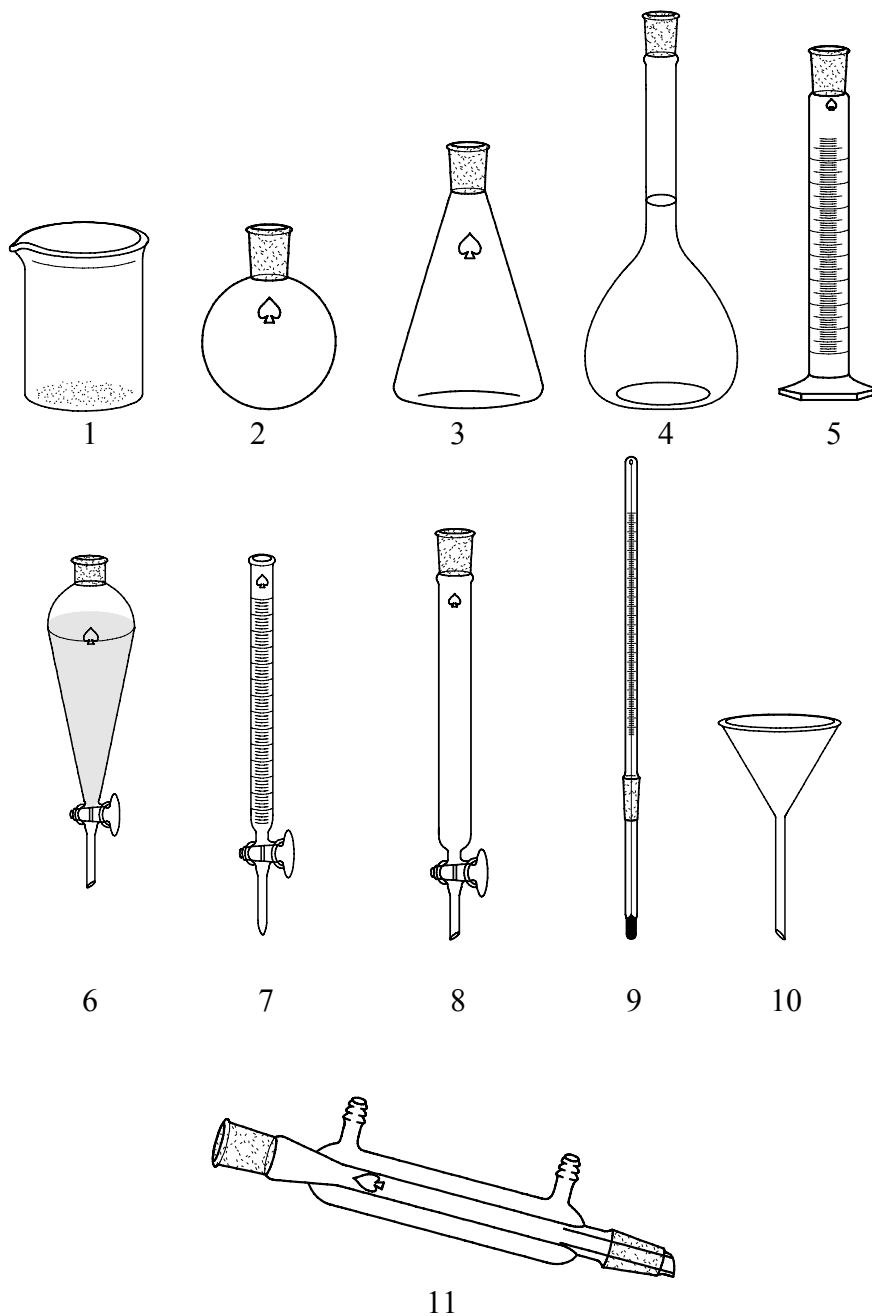
8. Лабораторијско посуђе

Подела, употреба, намена и начин рада са лабораторијским посуђем

Лабораторијско посуђе са којим се изводе огледи направљено је од : стакла, кварца, порцелана, керамике, графита, платине, сребра и гвожђа. Лабораторијско посуђе се израђује од специјалног стакла отпорног на нагле промене температуре и различите хемијске реагенсе. На лабораторијском стаклу постоје ознаке: Ругех, Јена, Вогал, кварцно и друго. Лабораторијско посуђе се према намени и начину израде дели на:

- Посуђе танких зидова које је направљено од стакла са малим коефицијентом ширења и користи се за извођење експеримената на различитим температурама
- На посуђе дебelih зидова које се не сме загревати

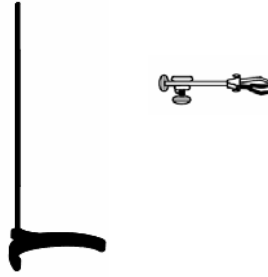
Посуђе које се најчешће користи су: епрувете, чаше, балони, Ерленмајери, сахатна стакла, зделе, левкови, мензуре, нормални судови, левкови за одвајање, бирета, пипета и многи други (Слика 1).



Слика 1. Лабораторијско посуђе од стакла: чаша (1), балон са округлим дном (2), Ерленмајер (3), нормални суд (4), мензура (5), левак за одвајање (6), бирета (7), колона (8), термометар (9), левак (10), кондензатор (хладњак) (11).

У лабораторији се користи порцеланско посуђе: порцеланске зделе, порцелански тигл, аван са тучком и друго.

Прибор за придржавање стакленог посуђа је: гвоздени статив са прстеновима (Слика 2), клеме, метални треношци, азбестне мрежице, метални троуглови, дрвена штипаљка, четке за прање епрувета и друго.



Слика 2. Метални статив и клема

9. Цеђење (филтрирање)

У хемијској лабораторији цеђење је операција помоћу које се одваја чврста супстанца од течности из раствора. Растварач пролази кроз поре филтер папира, док честице чврсте супстанце се задржавају на филтер папиру.

1. Цеђење под атмосферским притиском. Код овог цеђења се користи стаклени левак и филтер папир. Филтер папир се исече у облику квадрата, квадрат филтер папира се пресавије на четири дела и добијени пресавијени квадрат исече у полукруг према величини левка. Ивице направљеног филтер папира се стављају у левак тако да горње ивице филтер папира буду испод ивице стакленог левка.

Пре филтрирања, филтер папир се покваси дестилованом водом или одговарајућим растварачем и пажљиво прстима прилепи за зидове левка. Левак са филтер хартијом се ставља у прстен причвршћен на метални статив, испод кога се ставља чаша тако да стаклена цев левка додирује унутрашњи зид чаше у којој се скупља филтрат. Филтрирање се ради одливањем раствора изнад талога на левак преко стакленог штапића.

2. Цеђење под вакуумом. Користи се када је потребно издвојити веће количине кристалне супстанце. Супстанце које нису кристалне брзо запуше поре филтер папира при атмосферском притиску. За ово филтрирање се користи Бихнеров (Buechner) левак. Бихнеров левак је порцелански левак са округлим перфорираним дном на које се стави филтер папир који је претходно изрезан по величини левка. Левак се ставља на боцу за филтрирање помоћу вакуума. Боца је спојена на вакуум преко вакуум пумпе са гуменим цревом. Пумпа, јак млаз воде, повлачи ваздух из боце и смањује притисак у боци. Услед тога је притисак изнад левка већи него под њим и течност пролази кроз филтер папир.

3. Филтрирање уз загревање. Када је потребно процедити врућ раствор онда се користи специјални левак за топло филтрирање који се загрева за време филтрирања преко воде или водене паре која се налази у металном омотачу.

10. Прање лабораторијског посуђа и прибора након употребе

Посуђе и прибор се перу по завршеном експерименту. По одлагању растварача у канистере за употребљене раствараче и одлагањем употребљених чврстих супстанци у пластичне кофе за хемијски отпад, приступа се прању посуђа. За прање се користе лабораторијске четке за прање. Посуђе се испере чесменском водом и на крају дестилованом водом. Опрано посуђе се цеди и оставља да се осуши.

ОБРАДА РЕЗУЛТАТА МЕРЕЊА И ИЗРАЧУНАВАЊЕ ГРЕШКЕ МЕРЕЊА

Мерењем одређене физичке величине неколико пута истом методом и мерним инструментом добиће се, без обзира на залагање и прецизност, низ различитих вредности које ће варирати око одређене просечне вредности. Свако мерење одређене физичке величине има грешку узроковану коначном прецизношћу мерног инструмента, субјективним стањем експериментатора и променама услова мерења (температура, влага, притисак).

Физичке величине се мере на два начина: директно и индиректно. Пример директно мерених величина су маса супстанце, температура ваздуха и дужина стаклене куглице нонијусом. Запремина стаклене куглице и вискозност су примери индиректно мерених физичких величина. Вредност индиректно мерених физичких величина одређује се рачунски из одговарајућег математичког израза.

Циљ сваког мерења је одређивање праве вредности непознате физичке величине. Грешке при мерењу физичких величина су неизбежне тако да добијена вредност никада неће одговарати правој вредности мерене физичке величине. Потребно је урадити прорачун грешке мерења како би се утврдила величина одступања урађених мерења од праве вредности.

1. Врсте грешака

Грубе грешке

Грубе грешке настају услед непажње експериментатора при извођењу мерења, при нетачно очитаној вредности запремине на бирети или при погрешном руковању мерним инструментом. Вишеструким мерењем одређене физичке величине, грубе грешке је лако уочити, јер су далеко изван вредности у којима се налазе остале измерене вредности мерене физичке величине. Грубе грешке се одбацују и не узимају се у обзир приликом обраде резултата мерења.

Систематске грешке

Главни узрок систематских грешака су грешке које направи мерни инструмент услед нетачне калибрације или баждарености. Систематске грешке настају када скала мерног инструмента показује вредност различиту од нуле при укључивању инструмента. Систематске грешке настају када бирета има некоректну запремину и тада сви резултати мерења запремине су превелики или премали. Систематска грешка настаје када аналитичка вага није добро баждарена и тада је измерена маса већа или мања од праве вредности. Систематске грешке се могу избећи једино користећи исправни инструмент и коректно баждарено средство за мерење.

Случајне грешке

Случајне грешке резултат су несавршености мерног инструмента и неконтролисаних спољних утицаја. Тада вредност мерене физичке величине више или мање одступа од праве вредности. Ове девијације приближно

половину мерења чине превисоким и половину прениским. Случајна грешка је погрешно читавање вредности најмањег подеока скале мерног инструмента и подеока скале на бирети, лењиру, ваги, термометру и штоперици. Личне грешке, су слично као и у кошарци, једноставно забрањене.

Када је случајна грешка мања тада је мерење прецизније. Већа прецизност даје већу сличност добијених вредности измерених физичких величина што значи да је одступање мање. Велика прецизност мерења не значи нужно и тачност мерења. Приликом мерења постоји могућност постојања непознате систематске грешке и добијено мерење ће бити прецизно уз одређено одступање од праве вредности. Случајне грешке могу бити обрађене статистичком анализом за разлику од систематских грешака.

2. Прорачун грешака за директно мерене величине

Средња вредност и грешка мерења

Вишеструким мерењем физичких величина добиће се низ различитих вредности услед грубих, систематских и случајних грешака мерења. Да би се одредила најпоузданија вредност мерене физичке величине ради се израчунавање грешке мерења.

Када низ од n мерења означимо са $x_1, x_2, x_3, \dots, x_n$, наведене измерене физичке величине немају једнаке вредности и за очекивати је да једно од тих мерења има највећу, x_{max} и једно најмању вредност, x_{min} . Разлика између највеће и најмање вредности је расипање резултата мерења. Измерена вредност ће бити ближа тачној вредности што је расипање резултата мерења уже. Вредност око које се налазе сви резултати мерења је средња вредност мерења. Када су мерене вредности више или мање симетрично распоређене око одређене вредности за средњу вредност мерења узима се аритметичка средина свих појединачних мерења:

$$x_s = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n}{n} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (1)$$

где је i број мерења. Аритметичка средина се употребљава због чињенице да је сума квадрата одступања појединих мерења од аритметичке средине најмања у поређењу са било којом другом вредношћу. Изузев средње вредности, потребно је одредити и расипање вредности мерења око аритметичке средине. За приказивање резултата мерења физичких величина користи се максимална апсолутна грешка која одређује расипање, уколико је број мерења од три до пет. Када је број мерења већи тада је расипање одређено стандардном грешком.

Максималном апсолутном грешком назива се највеће одступање појединачних мерења од аритметичке средине свих мерених вредности. Максимална апсолутна грешка је Δx :

$$\Delta x = |x_e - x_s| \quad (2)$$

где је x_e екстремна вредност (x_{max}).

Помоћу максималне апсолутне грешке, резултате мерења пишемо у облику:

$$x = x_s \pm \Delta x \quad (3)$$

Тражена величина се тада налази у интервалу: $x_s - \Delta x \leq x \leq x_s + \Delta x$, из чега следи да је величина интервала једнака $2 \cdot \Delta x$, двоструко је већа од максималне

апсолутне грешке. Максимално апсолутно одступање показује максималну дисперзију мерених вредности око аритметичке средине. Тада је стандардна грешка мања од максималне апсолутне грешке. Апсолутне грешке не пружају тачан увид у исправност мерења. Хипотетички: уколико се мери запремина од $0,005 \text{ cm}^3$ што је $5 \text{ }\mu\text{l}$ и 5 cm^3 са тачношћу $\pm 0,1 \text{ }\mu\text{l}$ грешке се разликују. Код мерења запремине од $5 \text{ }\mu\text{l}$ грешка је $\pm 2\%$, док је код мерења запремине 5 cm^3 грешка $\pm 0,002\%$. Из тог разлога поред апсолутне грешке потребно је израчунати и релативну грешку где је сразмер максималне апсолутне грешке и аритметичке средине:

$$(\Delta x)_r = \frac{\Delta x}{x_s} = \left(\frac{\Delta x}{x_s} \cdot 100 \right) \% \quad (4)$$

Максимална апсолутна грешка је у истим јединицама у којима и мерена физичка величина, тако да је релативна грешка бездимензионалан број који се обично изражава у процентима.

Након обраде резултата мерења директно мерене величине приказ резултата мерења се пише:

$$x = (x_s \pm \Delta x) = x_s \left(1 \pm \frac{\Delta x}{x_s} \cdot 100\% \right) \quad (5)$$

Мерена вредност физичке величине x изражава се у одговарајућим мерним јединицама.

Пример.

Из резултата мерења приказаних у Табели 1. одредити запремину титранта утрошеног за титрацију када се за титрација користи бирета поделе скале $0,1 \text{ cm}^3$.

i	$V(\text{cm}^3)$
1.	2,60
2.	2,50
3.	2,80

Табела 1. Запремина титранта потрошеног током титрације

Користећи једначине (1) и (4), за аритметичку средину и релативну грешку добија се $V_s = 2,63 \text{ cm}^3$, односно $\frac{\Delta V}{V_s} = 6,46\%$ и коначан резултат је $V = 2,63 (1 \pm 6,46\%) \text{ cm}^3$.

3. Прорачун грешке код индиректно одређене величине

Индиректне величине су одређеном једначином повезане са директно мерљивим величинама. Густина стаклене куглице се одређује директним мерењем ширине куглице нонијусом и масе стаклене куглице. Густина је изведена величина и има функцију облика $y = f(x)$ и грешка мерења се одређује помоћу грешке величине x . За основне функције зависности, израчунавање припадајуће грешке директно мерених величина A и B , имају следећи облик:

$$y = A + B \quad \text{релативна грешка је } \frac{\Delta A + \Delta B}{A_s + B_s}$$

$$y = A - B \quad \text{релативна грешка је } \frac{\Delta A + \Delta B}{A_S - B_S}$$

$$y = A \cdot B \quad \text{релативна грешка је } \frac{\Delta A}{A_S} + \frac{\Delta B}{B_S}$$

$$y = \frac{A}{B} \quad \text{релативна грешка је } \frac{\Delta A}{A_S} + \frac{\Delta B}{B_S}$$

$$y = A^n \quad \text{релативна грешка је } n \frac{\Delta A}{A_S}$$

$$y = \sqrt{A} \quad \text{релативна грешка је } \frac{\Delta A}{2A_S}$$

Пример.

Функција у чија је зависност две директно мерене величине А и В исказана релацијом $y = 1 \cdot 10^{-3} \cdot (A \cdot B)$, где су резултати мерења дали вредности $A = 2,20 \cdot (1 \pm 0,25\%)$ и $B = 5,65 \cdot (1 \pm 1,55\%)$ релативна грешка мерења функције у је збир величина А и В тако да је коначан резултат $y = 12,43 \cdot 10^{-3} \cdot (1 \pm 1,80\%)$.

$$A = A_S \left(1 \pm \frac{\Delta A}{A_S} \cdot 100\%\right) \quad B = B_S \left(1 \pm \frac{\Delta B}{B_S} \cdot 100\%\right)$$

$$A = 2,20 \cdot (1 \pm 0,25\%) \quad B = 5,65 \cdot (1 \pm 1,55\%)$$

$$\frac{\Delta A}{A_S} = 0,0025 \quad \frac{\Delta B}{B_S} = 0,0155$$

$$\frac{\Delta A}{A_S} + \frac{\Delta B}{B_S} = 0,0025 + 0,0155 = 0,018$$

4. Графички приказ експерименталних резултата мерења

Мерењем величине у за различите вредности величине x, добијене вредности се уписују у координатни систем у коме су тачке одређене паром вредности (x, y). На апсцису и ординату је потребно уписати симбол мерене величине и одговарајућу јединицу.

У случају када постоји линеарна зависност две мерене величине никада се не добија да права пролази кроз све тачке. Црта се права где тачке најмање одступају. Код цртања правца кроз експериментално добијене тачке одређује се једначина која се добија коришћењем методе најмањих квадрата. Код једначине $y = k \cdot x + q$, где је k коефицијент правца и q одсечак на у-оси, дата је следећим једначинама:

$$k = \frac{\sum_{i=1}^n x_i y_i - n x_s y_s}{\sum_{i=1}^n x_i^2 - n \cdot x_s^2}$$

$$q = y_s - k x_s$$

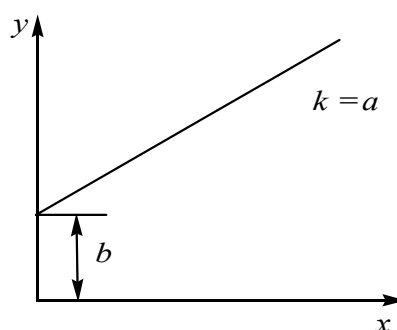
Линеаризацији графика се приступа:

1. када је функционална зависност унапред позната и када се жели налажење параметара функције са графика или се жели графичка интер-или екстра-полација
2. у процедури тражења непознате функционалне зависности када се тражи репрезентација која ће линеаризовати график и тиме наћи тип зависности
3. када се жели да се графички утврди колико се предпостављена функционална зависност (рационално или емпиријски), коју дата репрезентација линеаризује, слаже или не са експерименталним резултатима.
4. За обичан графички приказ резултата линеаризацију, по правилу не треба радити. Шта се има од тога када се све зависности овог света сведу на праве линије? Поента и јесте у томе да график прикаже све битне карактеристике конкретног случаја. Шта ће се радити зависи од тога шта се хоће. Да би се успешно руковало подацима мора се разумети физичко-хемијски смисао иза њих.

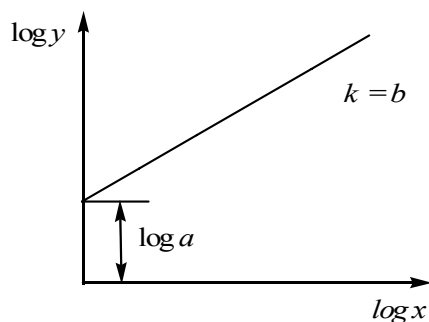
Погодним избором скала односно сменама променљивих готово свака аналитичка функција се може или бар део ње линеаризовати. Трансформације у линеарну репрезентацију за основне двопараметарске функције је:

Функција
 $y = ax + b$

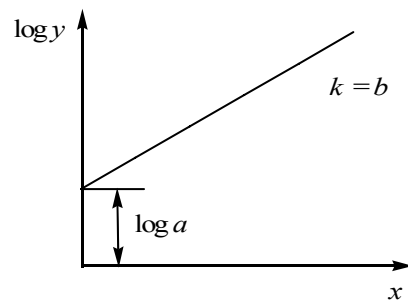
Графичко одређивање параметара



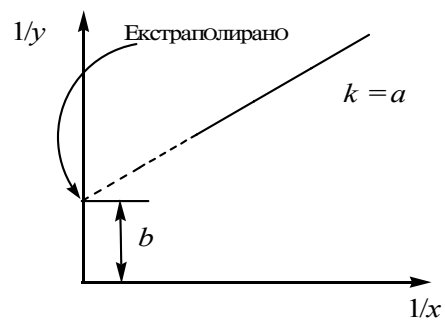
$y = ax^b$
 $\log y = \log a + b \log x$



$$y = ae^{bx}$$
$$\log y = \log a + bx$$



$$y = \frac{x}{a + bx}$$
$$\frac{1}{y} = \frac{a}{x} + b$$



УПУТСТВО ЗА ВЕЖБЕ

ВЕЖБА БРОЈ 1.

Одређивање релативних молекулских маса лако испарљивих једињења. Виктор-Мајерова метода.

Одређивање молекулских маса лако испарљивих супстанци омогућена је чињеницом да се једначином идеалног гасног стања:

$$pV = nRT \quad (1)$$

може приближно описати и стање реалног гаса или паре супстанце када се налазе у условима блиским стандардним ($T=273,15$ К и $p=101\,325$ Па).

Увођењем израза $n=m/M$ за количину супстанце у једначину стања (1) и решавањем по M , добија се:

$$M = \frac{mRT}{pV} \quad (2)$$

Где је: M – молска маса [kg/mol]

m – маса супстанце [kg]

p – притисак паре супстанце [N/m^2]

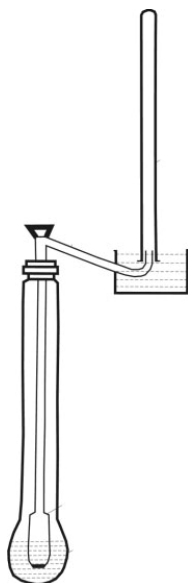
V – запремина паре супстанце [m^3]

R – гасна константа [J/K mol]

T – температура [K].

Релативна молекулска маса M_r , која је бројно једнака молској маси M , израчунава се директно из једначине (2) након уношења експерименталних вредности за m , p и V при одређеној температури T . У пракси постоји неколико метода за одређивање ових величина. Најширу примену има Виктор-Мајерова (Victor-Mayer) метода која се заснива на мерењу запремине паре V одређене масе супстанце m на одређеној температури T и притиску p . Примењује се за одређивање релативних молекулских маса супстанци које су у стандардним условима у течном или чврстом стању, уз услов да молекули супстанце у гасовитој (парној) фази не подлежу дисоцијацији нити асоцијацији. Метода је погодна због малих количина супстанци потребних за извођење експеримента (0,1 g). Карактеристика методе састоји се у томе што се уместо запремине паре супстанце на повишеној температури одређује запремина ваздуха на собној температури која је еквивалентна запремини коју би заузимала пара, ако би супстанца испарила на собној температури.

Уређај за извођење експеримента састоји се из три основна дела: стакленог суда за испаравање супстанце, термостата и уређаја за мерење запремине ваздуха потиснутог паром супстанце из суда за испаравање. Слика 1. приказује упрошћену варијанту Виктор-Мајерове апаратуре.



Слика 1. Виктор-Мајерова апаратура

Суд за испаравање је у облику дуге епрувете (70 – 80 cm), пречника 1,5 – 2 cm, са цилиндричним проширењем при дну у који се убацује мала стаклена ампула са одмереном количином испитиване течности. На дну посуде налази се песак који ублажује удар при паду ампуле и отклања могућност да се разбије дно суда. Овај суд је смештен у широј стакленој посуди, такође у облику епрувете, која служи као термостат. У њој се налази погодна течност, најчешће вода, која кључа на температури за 20 – 30 °C изнад тачке кључања супстанце, како би испитивана супстанца што брже испарила. Суд је преко бочне цеви повезан са дужом градуисаном епруветом која служи за мерење запремине потиснутог ваздуха. Продирући у епрувету, ваздух потискује одређену запремину воде којом је епрувета напуњена пре почетка експеримента. Запремина ваздуха, охлађеног у епрувети до собне температуре, директно се читава на урезаној скали. Притисак ваздуха у епрувети одређује се из барометарског притиска и притиска воденог стуба заосталог у епрувети.

Релативна молекулска маса, која је бројно једнака молској маси, израчунава се директно из релације (2), након уношења одговарајућих експерименталних вредности. Узимајући у обзир да се пара супстанце само приближно понаша по закону идеалног гасног стања, релативна грешка одређивања овом методом је неколико процената.

Експериментални део

Потребан прибор и хемикалије:

1. Виктор-Мајерова апаратура
2. сталак са клеммама за учвршћивање апаратуре
3. решо
4. аналитичка вага
5. барометар, собни
6. пипета за укапавање
7. лењир
8. супстанца (толуен)
9. шприц-боца са дестилованом водом.

Поступак:

-Саставити апаратуру према Слици 1. Суд за испаравање треба да буде затворен и бочна цев уроњена у чашу са водом.

-Укључити решо и пажљиво загревати воду у термостатском суду. Услед загревања, ваздух у суду за испаравање се шири, што се опажа по мехуровима који излазе кроз бочну цев.

-Док тече загревање, измерити празну ампулу на аналитичкој ваги. Измерену вредност унети у Табелу 1.

-Кад престане издвајање мехурова, што указује да је ваздух у суду заузео запремину која одговара температури кључања воде, сачекати 10 минута и потом изнад бочне цеви поставити епрувету напуњену водом. Пуњење и постављање епрувете извести пажљиво да не би заостали мехурови ваздуха који би проузроковали грешке при одређивању запремине. Да се то не би догодило, поступити на следећи начин: епрувету напунити дестилованом водом до врха, затворити је палцем и окренути, тако да дно буде горе. Врх епрувете уронити у чашу са водом изнад бочне цеви, придржавајући је руком која је слободна, затим уклонити палац са отвора и врх цеви увући у епрувету за 1 – 2 cm. Епрувету пажљиво учврстити клемом, пазећи да се не помери.

- Када је епрувета постављена, у ампулу са пипетом улити дату течност до половине или трећине запремине (око 0,1 g), затворити шлифованим затварачем и измерити масу ампуле на аналитичкој ваги. Измерену ампулу, пребацити у суд за испаравање који се по пребацивању ампуле затвори. Супстанца брзо испарава и потискује ваздух из суда за испаравање у епрувету и ваздух из ње истискује воду. Мехурови ваздуха улазе у епрувету све док траје испаравање.

-По престанку издвајања мехурова треба сачекати 5 минута и тада прочитати запремину ваздуха. Очитану вредност унети у Табелу 1.

- Висина воденог стуба h , заосталог у епрувети, се измери лењиром почевши од нивоа воде у чаши.

-Атмосферски притисак прочитати на собној температури и температуру при којој се радило на термометру поред епрувете. Очитане вредности унети у Табелу 1.

Маса ампуле		Запремина ваздуха [cm ³]	Висина воденог стуба [mm]	Атмосферски притисак [Pa]	Температура [K]
празне	пуне				

Табела 1. Вредности мерења добијених употребом Виктор-Мајерове методе

По завршетку експеримента, пре прекидања загревања, бочну цев треба извадити из епрувете и чаше са водом, како би се спречило улажење воде у апаратуру при постепеном хлађењу.

Обрада резултата мерења:

-Масу течности m израчунати из разлике маса пуне и празне ампуле и израчунату вредност уврстити у Табелу 2.

-Притисак ваздуха у епрувети израчунати из разлике атмосферског притиска p_a и притиска заосталог воденог стуба p_h , који се добија множењем висине стуба h одговарајућим фактором за превођење у јединице притиска:

$$p_h = (h \cdot 9,80665) [Pa]$$

-Израчунати притисак ($p = p_a - p_h$), измерену запремину у m^3 и температуру у К уписати у Табелу 2.

m [kg]	V [m ³]	Притисак [kg/m·s]	Температура [K]

Табела 2. Обрада резултата мерења

Молска маса супстанце M [kg/mol] израчунава се из једначине (2) заменом вредности из Табеле 2. Добијена бездимензиона вредност је релативна молекулска маса M_r .

Опажања:

Рачун:

Закључак:

Датум:

Овера:

ВЕЖБА БРОЈ 2.

Одређивање моларне масе методом снижења тачке мржњења

Под тачком мржњења подразумева се она температура на којој су у равнотежи чврста и течна фаза. Температура мржњења је температура очвршћавања. Притисак пара чврсте и течне фазе при температури мржњења је исти. Раствори имају нижи напон паре од чистих растварача и из тога следи да ће се равнотежа између чврсте и течне фазе код раствора успоставити при нижој температури. Из то разлога раствори имају нижу тачку мржњења у поређењу са чистим растварачем. Снижење тачке мржњења пропорционално је молалитету, без обзира на природу растворене супстанце и израчунава се из једначине:

$$\Delta T = i \cdot K_K \cdot b$$

где је: i – број честица насталих дисоцијацијом супстанце

K_K – криоскопска константа растварача

b – молалитет раствора

Снижење тачке мржњења је повезано са моларном масом растворене супстанце преко једначине:

$$M_B = \frac{i \cdot K_K \cdot m_B}{\Delta T \cdot m_A}$$

где је: M_B – моларна маса растворене супстанце

i – број честица насталих дисоцијацијом супстанце

K_K – криоскопска константа растварача

m_B – маса растворене супстанце

m_A – маса растварача

ΔT – снижење температуре мржњења раствора

Прибор: чаша од 100 cm^3 , епрувета, термометар, магнетна мешалица, гумени чеп с две рупе, статив, клема, треножац и мрежица, пламеник, мензура од 50 cm^3 .

Хемикалије: узорак супстанце којој је потребно одредити моларну масу, растварач (стеаринска киселина, $K_K=0,512 \text{ K}\cdot\text{kg/mol}$).

Поступак: Измерити масу празне епрувете. У измерену епрувету ставити 4-5 g добро уситњене стеаринске киселине која је растварач. Измерити масу епрувете са растварачем. У епрувету, у којој се налази растварач, уметнути чеп с термометром и магнетном мешалицом. Узети у обзир да један део температурне скале термометра може бити заклоњен чепом. У чашу од 100 cm^3 ставити 30 cm^3 парафинског уља. Чашу ставити на треножац на коме се налази мрежица. Епрувету са растварачем учврстити клемом за статив и уронити у чашу са парафинским уљем. Загревати уљано купатило Бунзеновим пламеником полагано све док се растварач не истопа. Тада уронити термометар до половине слоја растварача. Апаратуру подесити тако да се мешалица може лако помицати. Епрувету извадити из угрејаног уља померањем клема навише дуж статива. Угасити пламеник. Сачекати да растварач очврсне. Затим епрувету поново уронити у уљано купатило тако да ниво растварача у епрувети буде нешто виши од нивоа уља у чаши. Укључити пламеник и загревати уљано

купатило. Прати се повишење температуре. Када се опази почетак топљења растварача, забележити температуру. Када се сав растварач отопи поново очитати температуру. Разлика између та два очитавања не сме бити већа од 0,5°C. За вредност тачке топљења чистог растварача узети средњу вредност та два очитавања. Када је разлика та два очитавања, за почетак и крај топљења већа од 0,5°C, поновити тај део експеримента. Оставити да се епрувета охлади, подизањем клеме неколико центиметара увис дуж статива. Додати у епрувету тачно измерог смрвљеног узорка којем је потребно одредити моларну масу. Та измерена маса треба да је у опсегу од 0,2 g до 0,4 g. Садржај епрувете опрезно промешати мешалицом и грејати истим поступком као и код чистог растварача све док се смеша не отопи. Растоп мешати неколико секунди да би се добила хомогена смеша. Прекинути загревање и сачекати да садржај епрувете очврсне. Даљи поступак је као и код чистог растварача. Права вредност тачке топљења је средња вредност између почетка и краја топљења смеше. Израчунати моларну масу непознатог узорка. Записати опажања која су уочена током експеримента.

Опажања:

Рачун:

Приказ резултата мерења:

Тачка топљења растварача	
Тачка топљења раствора	
Снижење тачке мржњења	
Криоскопска константа (стеаринска киселина)	0,512 K·kg/mol
Маса растопљене супстанце	
Маса растварача	
Моларна маса растопљене супстанце	

Закључак:

Датум:

Овера:

ВЕЖБА БРОЈ 3.

Криохидратне смеше

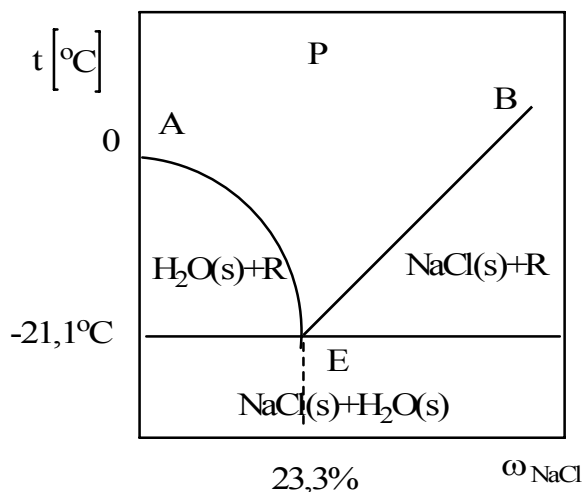
Систем са простим еутектикумом („лако топив“) чине компоненте мешљиве у течном стању и немешљиве у чврстом стању. Примери су: KCl и AgCl; NaF и LiF, NaCl и вода; Bi и Cd, Sb и Pb, бензен и нафталин и друге. Дијаграм кривих хлађења се добија термијском анализом. Припреме се смеше две чврсте супстанце различитих састава (од чисте једне до чисте друге), истопе се и равномерно хладе. Бележе се температуре у функцији времена и тако се добијају криве хлађења за различите саставе. Еутектичка температура је најнижа температура на којој још увек постоји растоп односно највиша температура на којој постоји чврста фаза. Еутектичка смеша је састав смеше при којој обе компоненте очвршћавају истовремено без претходног очвршћавања једне од њих.

Смеше за хлађење су многе соли са водом уз услов да се не гради стабилан хидрат. Еутектички састав се зове криохидрат. Ови системи имају практичну примену као смеше за хлађење. NaCl-H₂O има еутектичку температуру -21,1°C, масеног састава 23,3% NaCl (Слика 1.).

-AE је услов равнотеже раствора и леда (крива тачки мржњења)

-EB је услов равнотеже раствора и NaCl (s) (крива растворљивости). Крива се не завршава, јер NaCl има високу тачку топљења при атмосферском притиску.

-када се у топлотно изолованом суду помешају лед и NaCl на собној температури, који нису у равнотежи, систем се топи. Топлота за топљење се узима из система и систем се хлади до -21,1 °C, када су све три фазе у равнотежи: H₂O (s), NaCl (s) и раствор.



Слика 1. Дијаграм са еутектикумом: натријум-хлорид и вода

Експериментални део

Потребан материјал:

1. Дјуаров (Dewar) суд – термос боца са широким отвором запремине 250 cm^3
2. термометар са поделом од 1°C за мерење до -25°C за смешу NaCl и KCl
3. термометар са поделом од 1°C за мерење до -60°C за смешу CaCl_2
4. уситњен лед
5. NaCl, KCl, $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
6. стаклени штапић за мешање
7. порцелански аван

Уситнити у прах изабрану со, на ваги одмерити количину према Табели 1., 2. и 3., са прецизношћу $\pm 0,1 \text{ g}$. Измрвити лед и одмерити на ваги количину према табелама. Ставити одмерени лед у Дјуаров суд и додати одговарајућу количину соли. Промешати мешалицом. Радити пажљиво, јер је Дјуаров суд подложен ломљењу. Уронити термометар, сачекати да се температура устали, уз лагано мешање. Забележити температуру. Извадити мешалицу и термометар. Смешу пренети у чашу у којој се скупљају сви раствори једне соли која се након експеримента прекристалише и користи у новим експериментима. Поновити поступак за сваки пар смеше према табелама. Нацртати график $T = f(c)$ у [%]. Наћи еутектичку температуру. Описати могућност изабране смеше као средство за хлађење, ефикасност за средство за одмрзавање путева и могућност првог принципа термодинамике да објасни појаву.

$\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [g]	3	4	5	6	7	8
Лед [g]	7	6	5	4	3	2
$T [^\circ\text{C}]$						

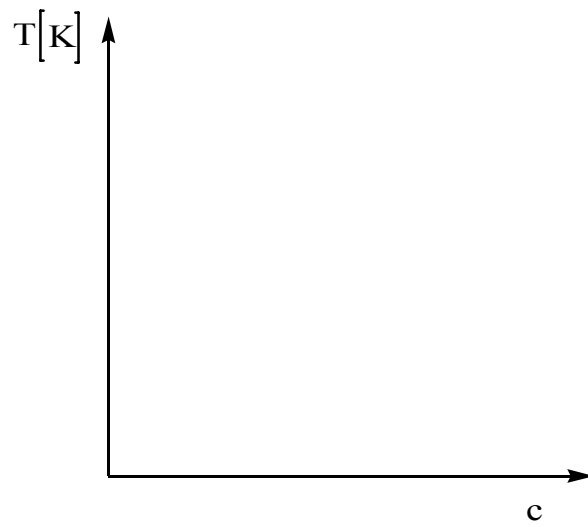
Табела 1. Смеша $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ – лед

NaCl [g]	1	1,5	2	2,2	2,5	3	4
Лед [g]	9	8,5	8	7,8	7,5	7	6
$T [^\circ\text{C}]$							

Табела 2. Смеша NaCl – лед

KI [g]	0,5	1	1,5	2	2,5	3	3,5
Лед [g]	9,5	9	8,5	8	7,5	7	6,5
$T [^\circ\text{C}]$							

Табела 3. Смеша KI – лед



Опажања:

Рачун:

Закључак:

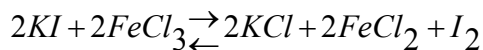
Датум:

Овера:

ВЕЖБА БРОЈ 4.

Одређивање константе равнотеже

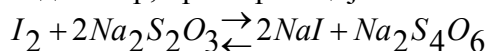
Код равнотежне реакције:



константа равнотеже је:

$$K_c = \frac{[KCl]_r^2 \cdot [I_2]_r \cdot [FeCl_2]_r^2}{[KI]_r^2 \cdot [FeCl_3]_r^2}$$

Јод се одређује титрацијом стандардним раствором $Na_2S_2O_3$ уз скробни индикатор, према реакцији:



Концентрација компоненте раствора одређује се према равнотежној реакцији на следећи начин:

$$[I_2]_r = \frac{1}{2} [Na_2S_2O_3] \cdot \frac{V_1}{V_2} \quad \text{где је: } V_1 - \text{ број } cm^3 Na_2S_2O_3 \text{ утрошених за титрацију}$$
$$V_2 - \text{ број } cm^3 \text{ смеше узете за титрацију.}$$

Из стехиометријског израза даље следи:

$$[FeCl_2]_r = 2 \cdot [I_2]_r$$

$$[FeCl_3]_r = [FeCl_3] - [FeCl_2]_r$$

$$[FeCl_3]_r = [FeCl_3] - 2 \cdot [I_2]_r$$

$$[FeCl_3]_r = [FeCl_3^o] \cdot \frac{a}{a+b}$$

где је $[FeCl_3^o]$ - почетна концентрација која је $0,03 \text{ mol/dm}^3$

a - је број $cm^3 FeCl_3$ одмерен за прављење реакционе смеше

b - је број $cm^3 KI$ одмерен за прављење реакционе смеше.

$$[Ki]_r = [KI] - 2 \cdot [I_2]_r \quad \text{где је } [KI] = [Ki^o] \cdot \frac{b}{a+b}$$
$$[FeCl_2]_r = [KCl]_r.$$

$[Ki^o]$ је почетна концентрација реакционе смеше, која је $0,03 \text{ mol/dm}^3$.

Потребни волуметријски судови и хемикалије:

1. 3 Ерленмајера са шлифованим запушачем

2. 3 Ерленмајера са широким грлом од 250 cm^3
3. 3 пипете од 10 cm^3
4. FeCl_3 , KI , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

За вежбу је потребно направити реакционе смеше са следећим молским уделитема:

$1 : 1 = \text{FeCl}_3 : \text{KI}$	$1 : 2 = \text{FeCl}_3 : \text{KI}$	$2 : 1 = \text{FeCl}_3 : \text{KI}$
$a=20\text{cm}^3 \quad b=20\text{cm}^3$	$a=10\text{cm}^3 \quad b=20\text{cm}^3$	$a=20\text{cm}^3 \quad b=10\text{cm}^3$

Табела 1. Састав реакционих смеша

У Ерленмајере са шрифом према табели усуги растворе трбушастом пипетом од 10 cm^3 , затворити их и оставити два сата на собној температури да се реакција одвија. Реакција се може убрзати повишењем температуре и тиме скратити време потребно да се успостави равнотежа. У Ерленмајере са широким грлом 30 минута, пре истека времена од два сата, усуги по 100 cm^3 дестиловане воде и ставити их у посуду са ледом. Након два сата одпипетирати по 10 cm^3 смеше у Ерленмајере са по 100 cm^3 охлађене воде и титрисати са $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ концентрације $1,50 \cdot 10^{-2} \text{ mol/dm}^3$, уз присуство скроба као индикатора до промене плаве боје у безбојну. Ерленмајере током титрације држати у посуду са смешом воде и леда. Забележити тачку еквиваленције, запремину утрошеног раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Прорачун урадити према датим једначинама за све три релације $\text{FeCl}_3 : \text{KI}$ и према датом изразу израчунати концентрациону константу равнотеже.

Опажања:

Рачун:

Закључак:

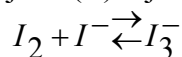
Датум:

Овера:

ВЕЖБА БРОЈ 5.

Одређивање константе равнотеже помоћу константе расподеле

Експеримент проучава хемијску равнотежу у раствору и доказује се ваљаност Закона о дејству маса. Посматра се равнотежа која настаје у реакцији између јода (I_2) и јодида (I^-) у воденом раствору KI:



Константа равнотеже K_c одређује се из једначине:

$$K_c = \frac{[I_3^-]_r}{[I_2]_r \cdot [I^-]_r} \quad \text{где су } [I_3^-]_r, [I_2]_r \text{ и } [I^-]_r \text{ равнотежне концентрације.}$$

Раствор KI, чија је концентрација c позната, у њему се раствори одређена количина јода Q и тада ће у равнотежи јод бити присутан делом у молекуларном стању у облику I_2 и делом у облику I_3^- . Укупна концентрација јода у раствору је:

$$Q = [I_2]_r + [I_3^-]_r.$$

Уколико се по успостављању равнотеже може независно одредити концентрација I_2 , може се израчунати и константа равнотеже, пошто је:

$$[I_3^-]_r = Q - [I_2]_r$$

$$[I^-]_r = c - [I_2]_r$$

Концентрација $[I_2]_r$ у равнотежном стању може се одредити екстракцијом у CCl_4 . Угљен-тетрахлорид се не меша са водом, раствара само молекуларни јод. Одређивање концентрација I_2 засновано је на познавању коефицијента расподеле, k_D , који се дефинише као релација концентрације I_2 у води и органском растварачу који се не меша са водом. У овом експерименту органски растварач је угљен-тетрахлорид.

$$k_D = \frac{[I_2]_{H_2O}}{[I_2]_{CCl_4}}$$

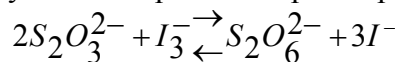
Први део експеримента се састоји у одређивању коефицијента расподеле.

Експериментални поступак:

Одређивање коефицијента расподеле: у Ерленмајер од 500 cm^3 са шлифованим запушачем стави се 200 cm^3 дестиловане воде и 50 cm^3 раствора јода, чија је концентрација $0,040 \text{ mol/dm}^3$, у угљен-тетрахлориду. Раствор се енергично мућка пет минута и остави у термостат на 25°C . Повремено извадити Ерленмајер, обрисати воду са спољне стране суда и промућкати. Пре узимања узорка за анализу, раствор треба да остане непокретан неколико минута да би дошло до потпуног одвајања раствора.

За анализу узети три узорка од сваког раствора. Водена фаза се одмерава пипетом од 50 cm^3 , док се органска фаза одмерава пипетом од 10 cm^3 . При узимању узорка раствора угљен-тетрахлорида треба водити рачуна да се узорак не контаминира другом фазом, узимајући у обзир да се кроз њу мора продрети

пипетом да би се дошло до узорка. Узорци се преносе у Ерленмајере или чаше од 250 cm³ које садрже по 10 cm³ 0,1 mol/dm³ раствора KI и титрују раствором тиосулфата. Јодид се додаје да би се избегао губитак јода из воденог раствора услед испаравања. При титрацији се одвија следећа реакција:



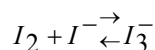
Додаје се у раствор 2 капи раствора скроба који је индикатор и губи плаву боју у завршној тачки титрације. Завршна тачка титрације може се одредити и на основу настанка црвенољубичасте боје раствора јода у угљен-тетрахлориду.

За одређивање константе равнотеже узима се 200 cm³ воденог раствора KI, концентрације 0,15 mol/dm³ и 50 cm³ раствора I₂ у угљен-тетрахлориду, концентрације 0,04 mol/dm³. Поступак уравнотежавања и титрације је исти као и у претходном случају.

Концентрација раствора и запремине узорака дат је у табели.

Број и врста експеримента	Полазни раствори	
	c(I ₂) [mol/dm ³] у CCl ₄ (50 cm ³)	c(KI) [mol/dm ³] у води (200 cm ³)
Одређивање k _D	0,04	0,00
	0,04	0,00
Одређивање K _C	0,04	0,15
	0,04	0,15

Коришћењем наведених једначина израчунати коефицијент расподеле k_D јода између воде и угљен-тетрахлорида и затим константу равнотеже K_C за реакцију:



Опажања:

Рачун:

Закључак:

Датум:

Овера:

ВЕЖБА БРОЈ 6.

Одређивање растворљивости чврсте супстанце на различитим температурама и израчунавање енталпије растварања

Способност супстанце да се раствара у одређеном растварачу назива се растворљивост. Растварањем чврсте супстанце у растварачу добија се раствор. Компоненте се не мешају неограничено и у раствору може бити само одређена количина растворене супстанце. Вишак нерастворене супстанце се изваја из система у облику талога. Овакав раствор назива се засићен. Хетерогена равнотежа чврсте и течне фазе у двокомпонентним системима условљена је температуром и притиском.

Супстанца која при одређеним условима притиска и температуре у засићеном раствору образује талог (чврсту фазу) је растворена супстанца, док се супстанца у којој се врши растварање назива растварач. Састав овакве смеше изражен квантитативно, једном од конвенционално прихваћених начина, назива се растворљивост. ван'т Хог – ова (van't Hoff) зависност молалитета растворене супстанце у засићеном раствору од његове температуре за реалне системе је:

$$\frac{d \ln \left(\frac{m_z}{m_0} \right)}{dT} = \frac{\Delta_{sol} H}{RT^2} \quad (1)$$

Графичким приказом ове функције из коефицијента правца при жељеној температури може се израчунати стандардна промена енталпије растварања.

$\Delta_{sol} H$ код многих раствора неелектролита мало се мења у уском интервалу температуре. Интеграција функције (1) даје:

$$\ln \frac{\frac{m_z}{m_0}(T_2)}{\frac{m_z}{m_0}(T_1)} = \frac{\Delta_{sol} H(T_2 - T_1)}{R \cdot T_1 \cdot T_2} \quad (2)$$

Средња вредност промене енталпије растварања $\Delta_{sol} H$ за температурни интервал од T_1 до T_2 може се израчунати када су познати молалитети раствора на температурама T_1 и T_2 .

m_z - молалитет растворене супстанце у засићеном раствору [mol/kg]

m_0 - стандардна вредност молалитета која је договорно једнака 1 mol/kg

$\Delta_{sol} H$ - стандардна промена моларне енталпије растварања

Експерименталним одређивањем молалитета раствора супстанце на неколико различитих температура, може се добити праволинијска функција:

$\Delta_{sol} H$ се не мења много у уском интервалу температура и функција је практично праволинијска:

$$\ln m_z = f \left(\frac{1}{T} \right) \quad (3)$$

У ужем испитиваном температурном интервалу одређивања:

$$\operatorname{tg} \alpha = - \frac{\Delta H_{sol}^0}{R} \quad (4)$$

Моларна топлота растварања је:

$$-\Delta H_{sol}^0 = R \cdot \operatorname{tg} \alpha \quad (5)$$

Експериментални део

Прибор:

- а. Термостат
- б. Техничка вага
- в. Чаше
- г. Пипете
- д. Ерленмајер од 250 cm^3 , 5 комада
- ђ. Бирета од 50 cm^3
- е. Одмерни (нормални) суд од 100 cm^3
- ж. Мензура од 25 cm^3
- з. Стаклени штапићи, кашикица и шприц боца

Хемикалије:

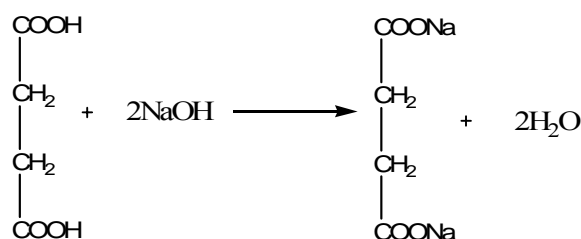
- а. Ћилибарна киселина
- б. Раствор NaOH ($c = 2 \cdot 10^{-2} \text{ mol/dm}^3$) за титрацију раствора ћилибарне киселине
- в. Фенолфталеин

Метода рада:

Потребно је одредити молалитет засићеног раствора ћилибарне киселине на три температуре: 293 К, 303 К и 313 К и израчунати енталпију растварања ћилибарне киселине. У Ерленмајер се улије 100 cm^3 дестиловане воде који се ставља у термостат и загрева, уз стално мешање, до задате температуре. У Ерленмајер у коме се налази 100 cm^3 дестиловане воде загрејане до задате температуре додаје се ћилибарна киселина. Кад је растварање ћилибарне киселине престало у систему је остао вишак нерастворених кристала ћилибарне киселине. Из тог раствора узимају се узорци засићеног раствора. Пипетом се узимају три узорка од 10 cm^3 који се сипају у одмерни суд од 100 cm^3 . Раствор у одмерном суду се разблажи дестилованом водом до 100 cm^3 . Из одмерног суда узимају се пипетом три узорка од 10 cm^3 и преносе у Ерленмајер са широким грлом. Молалитет узорка одређује се волуметријском титрацијом. Из одмерног суда запремине V_0 , у коме је разблажен узорак засићеног раствора, отпипетира се 20 cm^3 . Ова запремина се титрише раствором натријум-хидроксида моларитета $c = 2 \cdot 10^{-2} \text{ mol/dm}^3$ у присуству фенолфталеина као индикатора.

Одређује се молалитет за сваку задату температуру.

У еквивалентној тачци титрације количина двобазне ћилибарне киселине (n_z) одређена је половином количине једнобазног NaOH ($n_b = c_b \cdot V_b$)



На основу добијених података конструисати график $\ln m_z = f\left(\frac{1}{T}\right)$. На дијаграму прочитати податке неопходне за израчунавање моларне топлоте растварања ΔH_{sol}^0 .

Израчунавање и приказ резултата

На основу утрошене запремине титрационог средства и стехиометријске релације у реакцији титрације, одређује се количина растворене супстанце A у g/dm^3 у титрисаним растворима запремине V и топлота растварања Q [J/mol] по једначини:

$$Q = \frac{2,303 \cdot 1,99 \cdot T_1 \cdot T_2 (\log S_2 - \log S_1)}{T_2 - T_1}$$

Прорачун: Резултати

Температура [K]	V(NaOH) [cm^3]	$c_{\text{киселине}}$ [mol/dm^3]	$S_{\text{киселине}}$ [g/dm^3]	log S
293,15				
293,15				
293,15				
303,15				
303,15				
303,15				
313,15				
313,15				
313,15				

Табела 1. Резултати мерења растворљивости ђилибарне киселине на различитим температурама

T(K)	1/T (1/K)	ln m_z
293		
303		
313		

Табела 2. Вредности природног логаритма растворљивости изражене молалном концентрацијом у зависности од реципрочне вредности апсолутне температуре

$$\ln m_z = \left(-\frac{\Delta H}{R} \right) \cdot \frac{1}{T}$$

$$y = kx$$

$$x = \frac{1}{T}, \quad y = \ln m_z$$

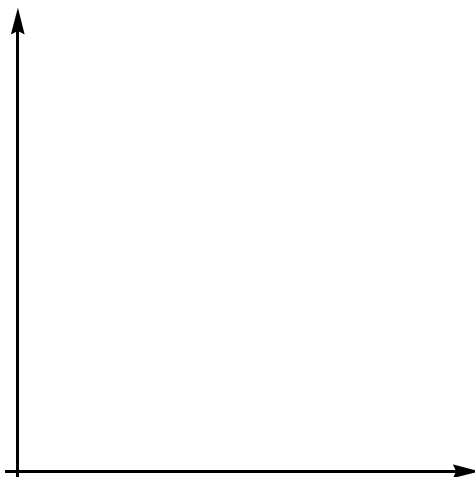
$$k = \text{tg} \alpha$$

$$\text{tg} \alpha = \frac{(y_2 - y_1)}{(x_2 - x_1)}$$

$$k = -\frac{\Delta H}{R}$$

$$\Delta H^0 = -R \cdot \text{tg} \alpha$$

$$\Delta H^0 =$$



Опажања:

Рачун:

Закључак:

Датум:

Овера:

ВЕЖБА БРОЈ 7.

Одређивање константе адсорпције

Адсорпција је промена концентрације једне од компонената на граничној површини фаза хетерогеног система. Адсорпција се одвија спонтано тако да ће на граници фаза бити адсорбоване компоненте система чијим присуством се смањује специфична површинска енергија система. Површина на којој долази до повећања концентрације једне компоненте је фаза која се назива адсорбент, док је компонента која се адсорбује адсорбат. Адсорбенти су: активни угаљ, силика-гел, алуминијум оксид и други. Физичка адсорпција настаје образовањем ван дер Валс-ових (van der Waals) сила између адсорбента и адсорбата и настаје вишемолекулски слој адсорбата на површини адсорбента. Код хемијске адсорпције стварају се хемијске везе услед чега на површини адсорбента настаје мономолекулски слој адсорбата. Адсорпција је сложена појава и не постоји математички израз који описује јединствену адсорпциону изотерму. Код енергетски нехомогене површине адсорбента, топлота адсорпције зависи од степена покривености површине адсорбента адсорбатом и тада се примењује Фројндлихова адсорпциона изотерма:

$$c_a = k \cdot c^n$$

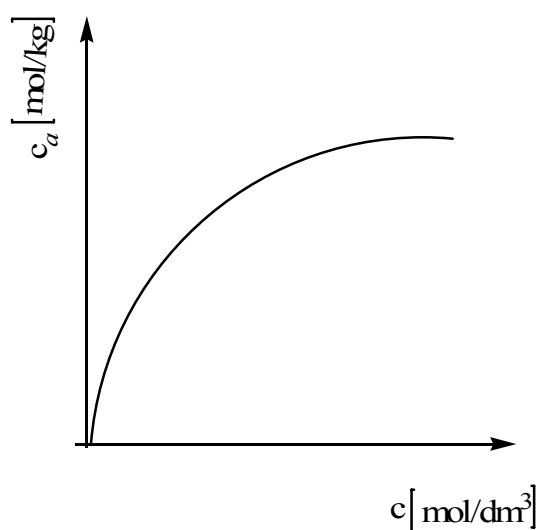
где је:

c_a – адсорбована количина адсорбата по јединици масе адсорбента [mol/kg]

c – равнотежни моларитет адсорбата у раствору [mol/dm³]

k и n – константе карактеристичне за посматрани систем

Вредност константе n је већа од један и Фројндлихова адсорпциона изотерма $c_a = f(c)$ је грана параболе (Слика 1.). Експерименти су показали да адсорбована количина адсорбата расте ограничено са порастом моларитета адсорбата у раствору и при одређеном моларитету достиже граничну вредност када је површина адсорбента засићена адсорбатом.



Слика 1. Фројндлихова адсорпциона изотерма

Експериментални резултати потребни за конструкцију адсорпционе изотерма добијају се на два начина:

1. одређивањем равнотежног моларитета адсорбата након адсорпције из неколико раствора различитих почетних моларитета адсорбата или
2. одређивањем равнотежног моларитета адсорбата након адсорпције из неколико раствора истих почетних моларитета, на различитим масама испитиваног адсорбента.

Вредности c_a и c се добијају експериментално, док се константе k и n одређују графички. Логаритмовањем једначине $c_a = k \cdot c^n$ добија се једначина погодна за графичко одређивање константи k и n :

$$\ln a = \ln k + \frac{1}{n} \ln c$$

У координатном систему $\ln a = f(\ln c)$ једначина $c_a = k \cdot c^n$ је линеаризована.

Вредност нагиба праве је $\frac{1}{n}$, тако да је: $n = 1/(\text{вредност нагиба})$

Вредност одсечка на координатној оси за вредност $\ln c = 0$ једнака је $\ln k$:

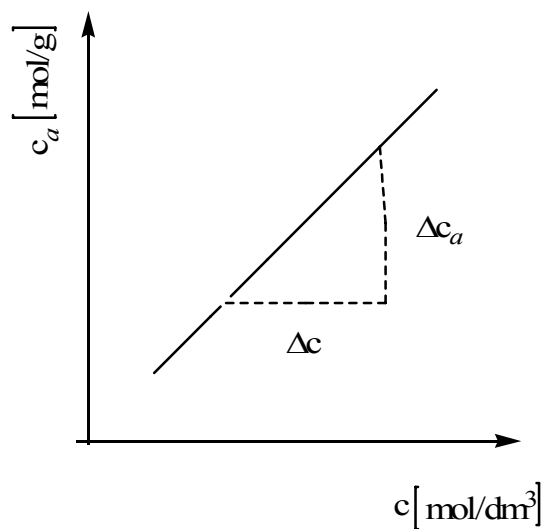
$k = \exp(\text{вредност одсечка на ординати})$

Експериментални део

Потребан прибор:

1. активни угаљ
2. раствор сирћетне киселине $0,01 \text{ mol/dm}^3$
3. три Ерленмајера са шлифованим запушачима од 250 cm^3
4. три Ерленмајера са широким грлом запремине 100 cm^3
5. бирета од 50 cm^3
6. раствор NaOH концентрације $0,005 \text{ mol/dm}^3$
7. пропипета
8. раствор индикатора фенолфталеина

Разблаживањем основног раствора сирћетне киселине направити три узорка по 100 cm^3 концентрације $0,005$; $0,002$ и $0,001 \text{ mol/dm}^3$ и сваки сипати у Ерленмајере са шлифованим запушачима. У сваки додати по 2 g активног угља. Пола сата мућкати садржину Ерленмајера и потом оставити да се активни угаљ слегне. Из сваког Ерленмајера узети узорак од 20 cm^3 бистрог раствора и пренети у Ерленмајере са широким грлом. Додати кап индикатора и титрацијом раствором NaOH одредити моларитет сваког раствора. Ови моларитети су равнотежне концентрације сирћетне киселине. Из разлике концентрација пре и после адсорпције израчунати за сваки раствор број молова киселине који се адсорбовао и из тога израчунати број адсорбованих молова по граму адсорбенса. Из добијених података нацртати график где су на апсциси вредности равнотежне концентрације сирћетне киселине, док су на ординати вредности броја адсорбованих молова по граму активног угља. Нагиб праве је константа адсорпције.



Слика. Одређивање константе адсорпције графичким путем: $K = \frac{\Delta c_a}{\Delta c}$

Опажања:

Рачун:

Закључак:

Датум:

Овера:

ВЕЖБА БРОЈ 8.

Раздвајање биљних пигмената хроматографијом на хартији

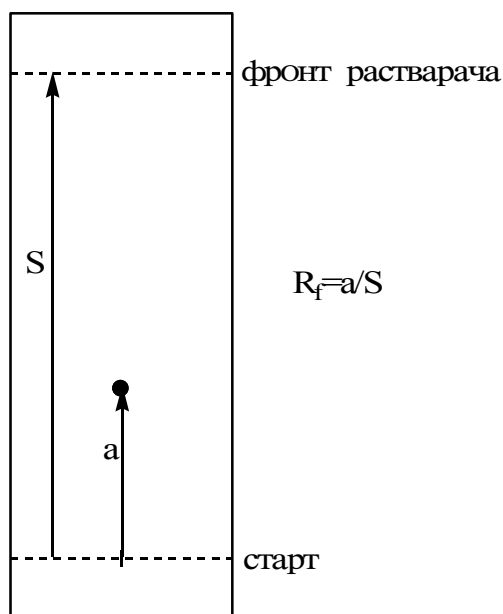
Хроматографија је метода раздвајања супстанци заснована на различитом афинитету супстанци које се раздвајају према покретној фази (растварачу) и стационарној фази (папир, силика-гел). То је метода раздвајања супстанци из смеша. Заснована је на различитој брзини путовања супстанци ношених растварачем по непокретној фази. Поједини састојци смеше услед различитих физичких процеса путују различитом брзином по непокретној (стационарној) фази и тако се раздвајају. Супстанце које најдаље путују по стационарној фази су супстанце које су најбрже ношене растварачем, односно својом масом, различитом поларношћу и физичко-хемијским особинама прилагођене „брзом“ проласку по стационарној фази.

Хроматографију је увео руски ботаничар Михаил Семјонович Цвет почетком 20. века. Применио је хроматографију за раздвајање раствора смеше биљних пигмената хлорофила и ксантофила проласком кроз стаклену колону напуњену уситњеним калцијум карбонатом (CaCO_3). Раздвојени биљни пигменти видели су се на колони у облику обојених трака.

Биљни пигменти су супстанце различитог хемијског састава који поседују различиту боју услед апсорбовања сунчевих зрака и одбијањем светлости рефлектује се део спектра који се опажа визуелно. Састав биљака је сложен и оглед који следи показује како се могу раздвојити биљни пигменти присутни у лишћу биљака.

Основни параметар хроматографије на папиру је R_f вредност која је релација између пута који је прешла супстанца и пута који је прешла мобилна фаза. Уколико се пређени пут мобилне фазе означи са S и пређени пут супстанце A са a , добија се релација:

$$R_f(A) = \frac{a}{S}$$



Експериментални део

Принцип рада:

Из лишћа спанаћа (лишћа различитих биљака) користећи ацетон екстраховати пигменте из биљног материјала. Добијени екстракт се затим раздваја хроматографијом на хартији, узлазном техником.

Прибор:

Порцелански аван са тучком
Хроматографски папир
Стаклени левак
Када за хроматографију
Филтер хартија
Пипета
Ерленмајер
Маказе
Лењир
Микропипета или капилара

Биљни материјал: Листови спанаћа, лишће различитих биљака

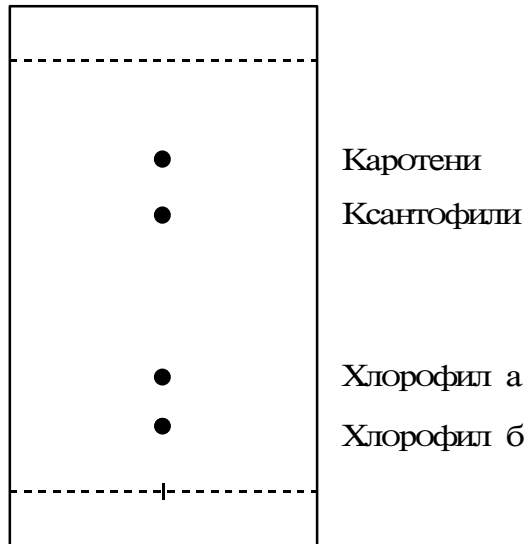
Хемикалије:

Петролетар (фракција 40 – 70° C)
Петролетар (фракција 80 – 110° C)
Ацетон
Кварцни песак

Поступак:

У порцеланском авану 5 g биљног материјала се гњечи у присуству 25 cm³ ацетона и кварцног песка (0,5 g). Добијена каша се филтрира преко филтер хартије. Након филтрирања, добијени ацетонски екстракт који садржи биљне пигменте се раздваја на филтер хартији и потребно је исећи траке филтер хартије димензија 20 x 5 cm. На 1,0 cm од врха и дна траке повуку се линије. На доњој линији, на средини оловком се обележи стартна мрља на коју се нанесе микропипетом или капиларом кап профилтрираног ацетонског екстракта лишћа спанаћа. Направљен узорак се унесе у посуду за хроматографију тако да доњи крај хартије буде уроњен у растварач тако да се стартна мрља налази изнад нивоа растварача. Развијач, који се налази у посуди за хроматографију, је смеша: петролетар (фракција 80 – 110°C):петролетар (фракција 40 – 70°C):ацетон = 4:1:1. Сачека се да се фронт растварача попне до горње линије узорка. Пигменти који се раздвајају су различитих боја, уочљиви визуелно и распознају се јасно раздвојене зоне које су распоређене сагласно њиховој покретљивости:

Каротени-наранџаста зона
Ксантофили- жута боја
Хлорофил *a*-тамно-зелена боја
Хлорофил *b*- светло-зелена боја



Раздвајање биљних пигмената хроматографијом на хартији

Одредити R_f вредности за сваки биљни пигмент.

Опажања:

Рачун:

Закључак:

Датум:

Овера:

ВЕЖБА БРОЈ 9.

Одређивање састава паре двокомпонентног течног раствора

Термодинамичке величине су уведене у сврху дефинисања особина двокомпонентних и вишекомпонентних течних смеша и раствора. Једна уведена величина је парцијална моларна запремина компоненте В система, V_B у mol по m³. Парцијална моларна запремина компоненте система је промена запремине система при промени количине те компоненте за 1 mol, при условима константне температуре, притиска и састава система. Парцијална моларна запремина сваке компоненте система дата је једначином:

$$V_A = \left(\frac{\partial V}{\partial n_A} \right)_{n_B, T, p} \quad (1)$$

$$V_B = \left(\frac{\partial V}{\partial n_B} \right)_{n_A, T, p} \quad (2)$$

Код чистих супстанци ова величина је једнака моларној запремини. Код свих осталих случајева парцијална моларна запремина компоненте има различиту вредност од моларне запремине те супстанце.

Преко термодинамичке величине парцијалне моларне запремине компонената система може се запремина система дефинисати преко једначине која важи за идеалне и реалне системе:

$$V = n_A \left(\frac{\partial V}{\partial n_A} \right)_{n_B, T, p} + n_B \left(\frac{\partial V}{\partial n_B} \right)_{n_A, T, p} \quad (3)$$

$$V = n_A V_A + n_B V_B \quad (4)$$

Промена запремине двокомпонентних система може бити линеарна и то је када нагиб функције у свакој тачки има исту вредност $\left(\frac{\partial V}{\partial n_B} \right) = const.$. Када је промена

запремине двокомпонентних система нелинеарна функција, тада је садржај компоненте В нагиб функције дефинисан једначинама (1) и (2) и има при сваком од датих састава система другу вредност, што условљава да се вредност парцијалне моларне запремине сваке компоненте система дефинише при строго одређеним условима састава система. Вредности парцијалних моларних запремина компонената двокомпонентних течних смеша при сваком саставу, које су у опсегу $0 < x_B < 1$, дата је једначином:

$$V_A = V_m(A, B) - x_B \frac{dV_m(A, B)}{dx_B} \quad (5)$$

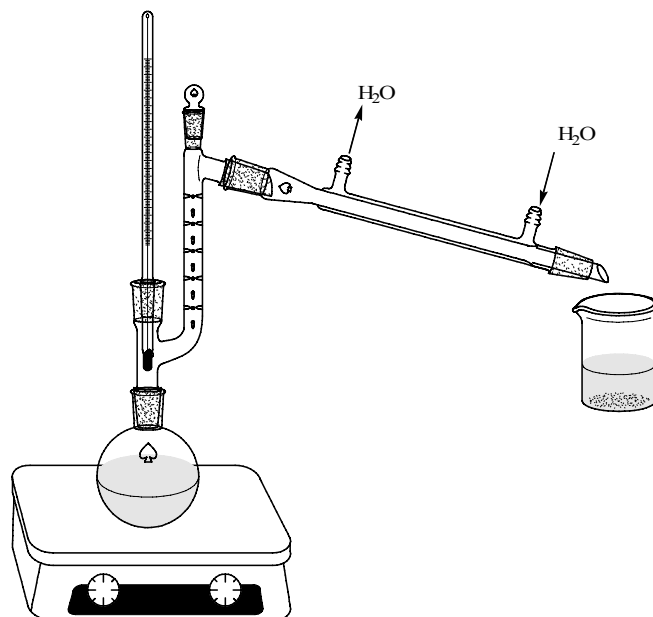
Из дијаграма $V_m(A, B) = f(x_B)$ добија се да је $\frac{dV_m(A, B)}{dx_B}$ нагиб функције у било којој дефинисаној вредности x_B . Одсечак који даје тангента на криву при датој вредности x_B на ординати при вредности $x_B = 0$ је парцијална моларна запремина компоненте А, V_A . При вредности $x_B = 1$ вредност парцијалне моларне запремине компоненте В је V_B .

Експериментални део

Потребан прибор:

1. апаратура за дестилацију са термометром $0^{\circ} - 150^{\circ}\text{C}$
2. извор топлоте (решо или Бунзенов пламеник)
3. бирета од 50 cm^3
4. одмерна пипета од 2 cm^3
5. мензура од 100 cm^3
6. два Ерленмајера са широким грлом од 250 cm^3
7. концентрована HCl
8. стандардни раствор NaOH , $0,2\text{ mol/dm}^3$
9. раствор индикатора (фенолфталеин или метил-оранж)

Саставити апаратуру за дестилацију која се састоји од балона запремине 250 cm^3 или 500 cm^3 , термометра и косог кондензатора. Кондензатор се гуменим или пластичним цревима повезује се са чесмом и кроз њега у току дестилације тече вода.



Помоћу мензуре у балон за дестилацију сипати прво 100 cm^3 дестиловане воде и 40 cm^3 концентроване HCl . Од овог раствора одмерном пипетом одпипетирати 2 cm^3 узорка и унети у један од Ерленмајера са широким грлом. Затим зачепити балон, укључити решо или бутанску грејалицу да загрева раствор у балону. Када течност прокључа забележити температуру која остаје константна. Када се у чаши на крају кондензатора накупи 10 cm^3 дестилата прекинути загревање балона у коме се налази двокомпонентни течни раствор. Одмерном пипетом узети 2 cm^3 узорка дестилата и пренети у други Ерленмајер са широким грлом. Квантитативна анализа узорка полазног раствора и дестилата се ради титрацијом раствором NaOH . У оба Ерленмајера са узорцима се додаје по 100 cm^3 дестиловане воде и по 2-3 капи раствора индикатора и титрише стандардним раствором NaOH до промене боје индикатора. Утрошен број cm^3

0,2 mol/dm³ NaOH служи за израчунавање броја молова HCl присутних у 2 cm³ узорка полазног раствора и дестилата:

$$n_{HCl} = \frac{0,2}{1000} \cdot V(NaOH)$$

Користе се релативно разблажени раствори и може се сматрати да је густина раствора приближно једнака густини воде која је 1 g/cm³ тако да се број молова воде у оба узорка узета за анализу налази по формули:

$$n_{H_2O} = \frac{m_{H_2O}}{M_{H_2O}} = \frac{(2 - m_{HCl})}{M_{H_2O}} \quad \text{где је } m_{HCl} = n_{HCl} \cdot M_{HCl}$$

Бројеве молова компонената употребити за израчунавање молског удела једне од компонената у полазном раствору и у дестилату према описаним једначинама. Уверити се да састав полазног раствора и састав дестилата нису исти.

Састав дестилата одговара саставу паре у равнотежи са течномшћу.

Опажања:

Рачун:

Закључак:

Датум:

Овера:

ВЕЖБА БРОЈ 10.

Одређивање вискозности Стокс-овом методом

Џорџ Габријел Стокс извео је једначину за силу трења F_t којом вискозне течности делују на сферна тела која падају кроз течност:

$$F_t = 6\pi\eta r v \quad (1)$$

где је r полупречник сферног тела, v брзина кретања сферног тела кроз течност и η је динамичка вискозност флуида која је квантитативна мера вискозности течности. Када се сферно тело пусти да пада кроз течност тада ће сила потиска која делује на сферно тело бити уравнотежена силом Земљине теже и силом трења (Слика 1) које су супротног смера деловања. Изједначавањем ових сила добија се једначина:

$$F_t + F_p = F_g \quad (2)$$

$$6\pi\eta r v + m' g = mg \quad (3)$$

$$6\pi\eta r v + \frac{4}{3}r^3\rho' g = \frac{4}{3}r^3\rho g \quad (4)$$

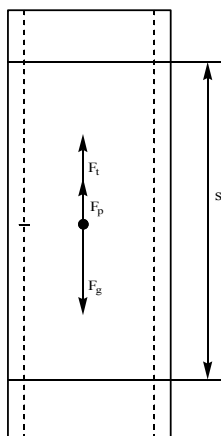
Где су ρ и ρ' густине течности и густина куглица ($\rho = \frac{m}{V}$) која је количник масе сферног тела (m) и запремине сферног тела ($V = \frac{4}{3}r^3\pi$). На основу једначине (4) израчунава се динамичка вискозност течности. Брзина v је количник пређеног пута између две мерне црте s и протеклог времена t . Коначна једначина је:

$$\eta = \frac{2r^2(\rho - \rho')}{9V} \quad (5)$$

Експериментални део

Материјал и прибор:

1. уље
2. сферно тело (стаклена куглица)
3. стаклена цев са мерним цртама и сталком (градуисана мензура од 500 cm^3)
4. штоперица
5. нонијус



Слика 1. Илустрација Стоксове методе за мерење вискозности флуида

Поступак:

Мензуру од 500 cm^3 напунити уљем чија вискозност се жели измерити.

Измерити масу стаклене куглице (сферног тела) на аналитичкој ваги. Пречник стаклене куглице измерити нонијусом. Израчунати густину стаклене куглице.

Стаклену куглицу пустити да пада кроз уље у мензури. Када куглица прође поред горње мерне црте укључити штоперицу и када стаклена куглица прође у нивоу доње мерне црте искључити штоперицу. Из количника: растојања између две мерне црте и протеклог времена, одредити брзину падања стаклене куглице кроз уље.

Густину уља одредити мерењем масе одређене запремине уља.

Помоћу једначине (5) израчунати вискозност уља.

Опажања:

Рачун:

Закључак:

Датум:

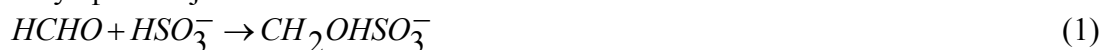
Овера:

ВЕЖБА БРОЈ 11.

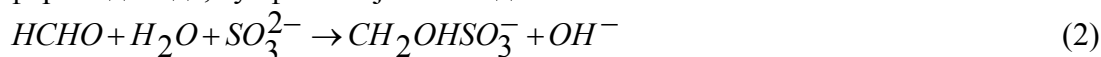
Брзина хемијске реакције – „формалдехидни сат“

У реакцији формалдехида са смешом сулфита и бисулфита долази до промене рН раствора у току реакције. Кад се раствору дода погодан индикатор може се одредити крај реакције. Променом концентрације реактаната мења се брзина реакције и време потребно за њен крај.

Реакција између формалдехида и раствора сулфита и бисулфита је сложена – састоји се из више простих реакција. Главна реакција је између формалдехида и бисулфитног јона:



Друга реакција која условно служи као сат је спора реакција између формалдехида, сулфитних јона и воде:



У овој реакцији расте концентрација OH^- јона, повећава се рН вредност раствора. Повећање рН вредности је контролисано брзом реакцијом која елиминише OH^- јоне:



Док су присутни HSO_3^- јони нема промене рН раствора. Кад се у главној реакцији (1) потроши бисулфитни јон долази до повећања концентрације OH^- јона што се може опазити променом боје индикатора који мења боју на одређеној рН вредности. Погодни индикатори су фенолфталеин или тимолфталеин.

Концентрација реактаната је обрнуто пропорционална количини додате воде и време реакције је обрнуто пропорционално брзини реакције. Када се мери време реакције за једну одређену концентрацију реактаната на различитим температурама могуће је проучавати утицај температуре на брзину реакције и одредити енергију активације.

Проучавана реакција је пример сложене реакције која се састоји од три елементарне реакције (1), (2) и (3). Реакција (3) је тренутна и њен допринос укупном времену реакције је занемарљив. Када се однос реактаната држи константним и мења само количина воде тада израз за брзину реакције је:

$$v = k[HCHO] \cdot \left([SO_3^{2-}] + [HSO_3^-] \right)$$

Реакција је првог реда у односу на формалдехид и у односу на збир концентрација сулфита и бисулфита што је укупно другог реда. Време реакције је једнако релацији концентрације бисулфита и брзине којом се бисулфит троши, та релација је у овом примеру стална, разблажење утиче на време реакције онолико колико се мења концентрација формалдехида. Применом диференцијалног и интегралног рачуна изводи се једначина времена реакције и константе брзине k :

$$\log \frac{B_0(F_0 - B_0)}{F_0 S_0} = 0,434 \cdot k \cdot (F_0 - B_0) \cdot \tau$$

где су: B_0 почетна концентрација бисулфита, S_0 је почетна концентрација сулфита и F_0 је почетна концентрација формалдехида. Код израчунавања почетних концентрација узети у обзир запремину додате воде.

Експериментални део

Потребан материјал:

1. 6 чаша од 250 cm^3
2. 1 пипета од 50 cm^3
3. 1 пипета од 25 cm^3
4. хронометар
5. термостат или када са водом
6. HCHO , Na_2SO_3 , NaHSO_3 , фенолфталеин или тимолфталеин

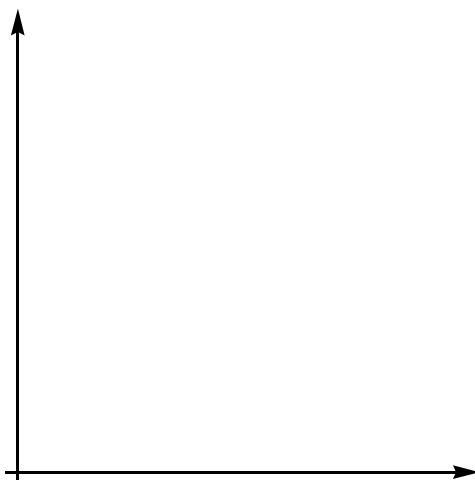
Поступак:

Направити два раствора А и Б. Раствор А садржи $0,3 \text{ mol/dm}^3$ HCHO , раствор Б: $0,2 \text{ mol/dm}^3$ NaHSO_3 и $0,05 \text{ mol/dm}^3$ Na_2SO_3 и неколико капи индикатора-раствор фенолфталеина. У шест чаша обележених бројевима од 1 до 6 додати пипетим по 50 cm^3 раствора А. У чашу број 2 додати 25 cm^3 дестиловане воде, у чашу број 3 додати 50 cm^3 дестиловане воде, у чашу број 4 додати 75 cm^3 дестиловане воде, у чашу број 5 додати 100 cm^3 дестиловане воде и у чашу број 6 додати 125 cm^3 дестиловане воде. Чаше ставити у термостат. У термостат ставити и суд са раствором Б. Сачекати 15 минута да се успостави температурна равнотежа. Након 15 минута у сваку чашу додати по 50 cm^3 раствора Б и мерити време реакције од тренутка додавања раствора Б до појаве боје индикатора.

Нацртати дијаграм: број cm^3 додате воде у функцији времена реакције τ .

Нацртати график: $\log \frac{B_0(F_0 - B_0)}{F_0 S_0}$ у функцији $0,434 \cdot k \cdot \tau$. Функција је једначина

праве чији је нагиб једнак константи брзине. Константа брзине је $\text{tg } \alpha = k$.



Опажања:

Рачун:

Закључак:

Датум:

Овера:

ВЕЖБА БРОЈ 12.

Брзина хемијске реакције и утицај катализатора

Реакција $KMnO_4$ са водоником у киселој средини протиче према једначини:



Водоник се производи у самом реакционом суду дејством сумпорне киселине на цинк. Реакција тече споро под нормалним условима. Убрзава се знатно нитратним јонима који су катализатор према реакцији:



Израз за брзину реакције (2) је :

$$v = k \cdot [MnO_4^-]^m \cdot [NO_3^-]^n \cdot [pH_2]^r \quad (3)$$

Где је концентрација водоника изражена преко притиска. Концентрација раствореног гаса према Хенријевом закону пропорционална је притиску гаса. Реакција се одвија у отвореном суду, притисак водоника је константан и једнак је атмосферском, тако да се трећи члан у једначини (3) може занемарити. Једначина добија облик:

$$v = k \cdot [MnO_4^-]^m \cdot [NO_3^-]^n \quad (4)$$

Збир експонената $m+n$ је укупни ред реакције. Када је концентрација једног реактанта константна, брзина зависи само од другог реактанта и ред реакције је дат експонентом који стоји изнад концентрације тог реактанта. То је појединачни ред реакције само у односу на одговарајући реактант.

У овом експерименту концентрација перманганата је стална и проучава се зависност брзине реакције од концентрације нитрата и одређује ред реакције (n) у односу на овај реактант.

Обезбојавање MnO_4^- јона служи као индикатор завршетка реакције.

Логаритмовањем израза (4) добија се:

$$\log v = \log k + m \cdot \log [MnO_4^-] + n \cdot \log [NO_3^-]$$

График $\log v$ у функцији $\log NO_3^-$ даје праву чији је коефицијент правца једнак n ($\text{tg } \alpha = n$). Одсечак на ординати је $\log k + m \log MnO_4^-$.

Експериментални део

Потребан материјал:

1. држач за епрувете
2. 6 епрувета
3. 2 пипете од 1 cm^3
4. хронометар

5. термостат
6. KMnO_4 , H_2SO_4 , KNO_3 , Zn у гранулама

Поступак: Шест епрувета поставити у држач за епрувете. У сваку епрувету додати по 1 cm^3 концентроване сумпорне киселине, $0,1 \text{ cm}^3$ раствора $0,05 \text{ mol/dm}^3$ KMnO_4 и 5 cm^3 дестиловане воде. Затим додавати различите концентрације раствора 1 mol/dm^3 KNO_3 према Табели 1. Епрувете се затим ставе у термостат да се успостави термичка равнотежа.

Грануле цинка се додају у раствор 3 mol/dm^3 HCl и оставе да стоје 2 минута. Након 2 минута се изваде, оперу дестилованом водом, ацетоном и осуше. Епрувете се поставе у држач за епрувете и у сваку се дода пар гранула цинка. Епрувете се мућкају и мери се време од тренутка додавања цинканих гранула до тренутка обезбојавања перманганата. Резултате уписати у Табелу 2. Нацртати дијаграм $\log v$ у функцији $\log \text{NO}_3^-$. Одредити ред реакције.

У једначинама од (1) до (5) v је тренутна брзина, која се мења током реакције како се мења концентрација. У овој вежби тај поступак је поједностављен увођењем средње брзине која је обрнуто пропорционална времену трајања реакције τ .

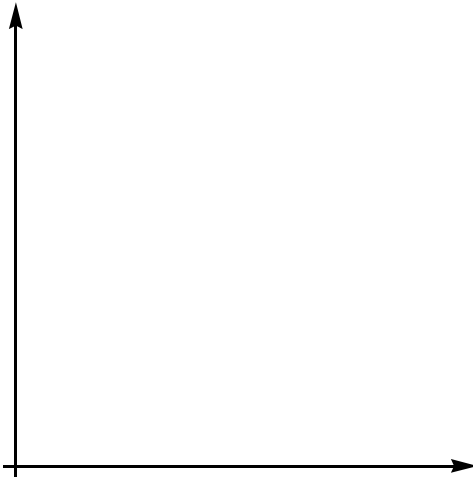
Ред реакције за ову реакцију је цео број. Због грешке мерења која прати сваки експеримент добија се обично број који нешто одступа од целог. Добијену вредност заокружити на цео број и израчунати грешку мерења. Када се ради са две или више серија мерења са различитим концентрацијама KMnO_4 , може се одредити константа брзине.

Број епрувете	$V(1 \text{ mol/dm}^3 \text{ KNO}_3) [\text{cm}^3]$	$V(\text{воде})[\text{cm}^3]$
1.	0,1	0,5
2.	0,2	0,4
3.	0,3	0,3
4.	0,4	0,2
5.	0,5	0,1
6.	0,6	0,0

Табела 1. Састав реакционе смеше

Број епрувете	$V(\text{NO}_3^-)[\text{cm}^3]$	$\tau [\text{NO}_3^-] [\text{s}]$	$-\log \tau = -\log v$	$\log [\text{NO}_3^-]$
1.				
2.				
3.				
4.				
5.				
6.				

Табела 2. Експериментални подаци



Опажања:

Рачун:

Закључак:

Датум:

Овера:

ВЕЖБА БРОЈ 13.

Одређивање изоелектричне тачке желатина

Поступак се заснива на одређивању обима бубрења желатина у функцији рН раствора. Минимум бубрења је у изоелектричној тачци.

Експериментални део

Потребан прибор и хемикалије:

1. сталак за епрувете
2. 7 епрувета, градуисаних у cm^3
3. 7 гумених запушача за епрувете
4. 2 бирете од 25 cm^3
5. 2 пипета од 2 до 5 cm^3
6. 2 мала левка
7. пропипета
8. 7 нормалних судова или Ерленмајера од 25 cm^3
9. шприц-боца са дестилованом водом
10. посуда за одмеравање
11. рН-метар
12. аналитичка вага
13. желатин
14. $0,2 \text{ mol/dm}^3$ раствор Na_2HPO_4
15. $0,1 \text{ mol/dm}^3$ раствор лимунске киселине
16. рН-метар

Поступак:

-Припремити 7 пуферских раствора по 20 cm^3 у нормалним судовима или Ерленмајерима од 25 cm^3 , обележених бројевима од 1 до 7. У сваки суд додати из бирете (мање запремине из пипете) одређену запремину $0,2 \text{ mol/dm}^3$ раствора Na_2HPO_4 и одређену запремину $0,1 \text{ mol/dm}^3$ лимунске киселине. Узети запремине наведене у Табели.

Број нормалног суда	1	2	3	4	5	6	7
$0,2 \text{ mol/dm}^3 \text{ Na}_2\text{HPO}_4 [\text{cm}^3]$	0,40	4,10	7,70	10,30	12,60	16,50	19,50
$0,1 \text{ mol/dm}^3$ раствор лимунске киселине $[\text{cm}^3]$	19,60	15,90	12,30	9,70	7,40	3,50	0,50

Табела 1.

-Нормални суд затворити и промућкати извртањем неколико пута. При мућкању се затварач придржава палцем како не би дошло до просипања при извртању.

- У епрувете, обележене бројевима од 1 до 7, сипати по $0,20 \text{ g}$ желатина одмереног на аналитичкој ваги. Пре мерења желатин је потребно просејати кроз сито умерене густоће, цедиљку за чај, како би зрнца била приближно исте величине.

- У сваку епрувету додати 10 cm^3 одговарајућег направљеног пуфера

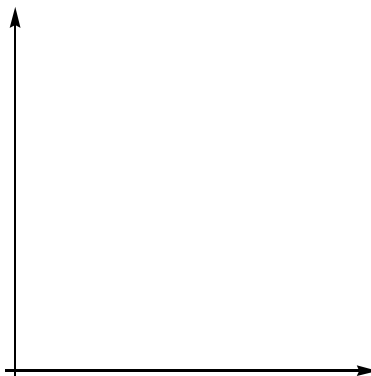
- Сваку епрувету затворити гуменим запушачем и мућкати 15 минута. После мућкања епрувете ставити у сталак да одстоје 90 минута.

- После 90 минута очитати запремину набубрелог желатина. Када се ради са градуисаним епруветама, запремина се очитава директно у cm^3 .
- Измерити рН сваке пуферске смеше помоћу рН-метра. Измерене вредности унети у Табелу 2.

Број градуисане епрувете	1	2	3	4	5	6	7
Запремина желатина [cm^3]							
рН вредност смеше							

Табела 2.

- Према добијеним резултатима унетим у Табелу 2, нацртати график зависности величине бубрења у зависности од рН раствора наносећи на ординату очитану запремину и на апсцису измерену рН вредност.
- Одредити рН у минимуму бубрења.



Опажања:

Рачун:

Закључак:

Датум:

Овера:

ВЕЖБА БРОЈ 14.

Осмоза у биљним ћелијама

Осмоза је када молекули воде дифундују кроз полупропустљиву ћелијску мембрану из раствора са мањом концентрацијом у раствор са већом концентрацијом растворених супстанци. Биљна ћелија има ћелијску мембрану и ћелијски зид. При уласку воде у биљну ћелију, ћелијски зид онемогућава ширење биљне ћелије услед чега расте притисак у биљној ћелији. Настали притисак је познат под појмом тургор. Тургор спречава даљи улазак воде у биљну ћелију и тиме спречава да биљна ћелија буде изотонична са својом околином. Биљна ћелија опстаје у хипертоничном окружењу.

Експериментални део

Материјал и прибор:

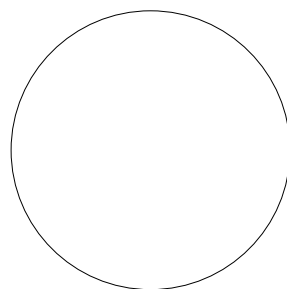
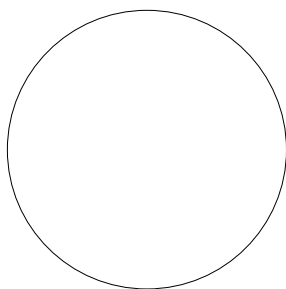
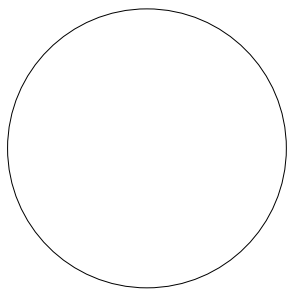
1. црни лук
2. 20% водени раствор NaCl
3. предметно и покровно стакло
4. микроскоп

Поступак: Ољуштити једну главицу црног лука и исецкати. Са исеченог парчета лука скинути опну. Припремити три предметна и покровна стакла. На прво предметно стакло ставити парче опне лука тако да лепљива страна опне лука буде окренута ка предметном стаклу, покрити покровним стаклом и посматрати под микроскопом са увечањем 10x. На друго предметно стакло ставити кап 20% воденог раствора натријум-хлорида и преко тога ставити опну од лука. Покрити покровним стаклом и посматрати под микроскопом. На треће предметно стакло ставити кап дестиловане воде и преко капи воде опну од лука. Покрити покровним стаклом и посматрати под микроскопом.

Записати опажања.

На узорку на који није ништа додато ћелије лука се налазе у изотоничном окружењу. На узорку на који је додат 20% раствор натријум-хлорида ћелије лука се налазе у хипертоничном окружењу. На узорку на који је додата дестилована вода ћелије лука се налазе у хипотоничном окружењу.

Опажања:



Закључак:

Датум:

Овера:

ЛИТЕРАТУРА

И. Аничин, Обрада резултата мерења, треће исправљено издање, Физички факултет, Београд, 2004.

А. Антић-Јовановић, С. Ментус, М. Јеремић, Одабрана поглавља хемије са практикумом, Научна књига, Београд, 1989.

Група аутора, Наука око нас, Универзитет у Београду – Факултет за физичку хемију, Београд, 2014.

С. Нешић, Ј. Вучетић, Неорганска препаративна хемија, Грађевинска књига, Београд, 1976.

Ј. Сливка, М. Терзић, Обрада резултата физичких експеримената, Стилос, Нови Сад, 1995.

А. Шућуровић, Д. Јашин, Физичка хемија – практикум са елементима теорије, Зрењанин, 2012.