



REPUBLIKA SLOVENIJA
MINISTRSTVO ZA ŠOLSTVO IN ŠPORT



BIOTEHNIŠKI
IZOBRAŽEVALNI
CENTER LJUBLJANA



Naložba v vašo prihodnost
OPRAVČENI FINANCIJA Evropska Unija
Evropski socijalni fond

LABORATORIJSKE TEHNIKE ANALIZIRANJA IN ANALIZA ŽIVIL

Simona Škerlavaj – Golec



REPUBLIKA SLOVENIJA
MINISTRSTVO ZA ŠOLSTVO IN ŠPORT



BIOTEHNIŠKI
IZOBRAŽEVALNI
CENTER LJUBLJANA



Naložba v vašo prihodnost
OPERACIJO DELNO FINANCIRA EVROPSKA UNIJA
Evropski socialni sklad

Naslov: Laboratorijske tehnike analiziranja in analiza živil

Izobraževalni program: Živilsko prehranski tehnik in živilsko prehranski tehnik PTI

Modul: Tehnika analiziranja živil

Sklop: Laboratorijske vaje

Avtor: Simona Škerlavaj – Golec, inž. živilstva

Strokovni recenzent: Milena Hrovat, dipl. inž. živilstva

Lektorica: Darja Morelj, prof. slov. in nem.

Založnik: Biotehniški izobraževalni center Ljubljana

CIP - Kataložni zapis o publikaciji
Narodna in univerzitetna knjižnica, Ljubljana

663/664:543.06(075.3)(076.5)(0.034.2)

ŠKERLAVAJ-Golec, Simona

Laboratorijske tehnike analiziranja in analiza živil

[Elektronski vir] / Simona Škerlavaj-Golec. - El. knjiga. -

Ljubljana : Biotehniški izobraževalni center, 2011. -

(Izobraževalni program Živilsko prehranski tehnik in živilsko prehranski tehnik PTI. Modul Tehnika analiziranja živil)

Način dostopa (URL): <http://www.konzorcij-bss.bc-naklo.si/>

ISBN 978-961-93290-1-6 (pdf)

261152512

Ljubljana, 2011

© Avtorske pravice ima Ministrstvo za šolstvo in šport Republike Slovenije.

Gradivo je sofinancirano iz sredstev projekta Biotehniška področja, šole za življenje in razvoj (2008-2012). Operacijo delno financira Evropska unija iz Evropskega socialnega sklada ter Ministrstvo za šolstvo in šport. Operacija se izvaja v okviru operativnega programa razvoja človeških virov za obdobje 2007–2013, razvojne prioritete: Razvoj človeških virov in vseživljenjskega učenja, prednostna usmeritev Izboljšanje kakovosti in učinkovitosti sistemov izobraževanja in usposabljanja.

Vsebina tega dokumenta v nobenem primeru ne odraža mnenja Evropske unije. Odgovornost za vsebino dokumenta nosi avtor.

<i>Kazalo slik.....</i>	5
LABORATORIJSKA TEHNIKA ANALIZIRANJA	6
1. LABORATORIJ IN LABORATORIJSKO DELO.....	6
1.1 OSNOVNA OPREMA LABORATORIJA.....	6
1.2 LABORATORIJSKI RED.....	6
1.3 LABORATORIJSKI DNEVNIK.....	7
1.4 ZAŠČITNA OPREMA IN PRVA POMOČ V LABORATORIJU	8
1.5 LABORATORIJSKI INVENTAR	9
1.6 ČIŠČENJE IN SUŠENJE LABORATORIJSKEGA PRIBORA	14
1.7 LABORATORIJSKE KEMIKALIJE IN REAGENTI.....	15
1.7.1 Predpisani simboli nevarnosti za posamezno vrsto snovi.....	16
1.8 ZNAKI ZA NEVARNOST.....	16
2. ZMES, ZGRADBA SNOVI, KEMIJSKA REAKCIJA	18
2.1 ELEMENTI IN SPOJINE	19
2.2. ATOMI IN MOLEKULE	19
2.3. MOL IN MOLSKA MASA	20
3. TEHNIKE ANALIZIRANJA	21
3.1 KEMIJSKE ANALIZE.....	21
3.1.1. MERJENJE VOLUMNA TEKOČIN	22
1. vaja: PIPETIRANJE S POLNILNO IN MERILNO PIPETO	22
2. vaja: UMERJANJE MERILNIH BUČK	23
3.1.2. TEHTANJE	24
3. vaja: TEHTANJE	25
3.1.3. TEMPERATURA	26
3.1.4. FIZIKALNE ENOTE – PRETVORBE:	27
3.1.5. FILTRACIJA IN DOLOČANJE ZMESI	28
4. vaja: DOLOČITEV PROCENTNE SESTAVE ZMESI ali masnega deleža	30
3.1.6. MERJENJE GOSTOTE TEKOČIN	31
5. vaja: MERJENJE GOSTOTE RAZTOPIN	32
3.1.7. EKSTRAKCIJA TRDIH SNOVI IN TEKOČIN	34
3.1.8. RAZTOPINE - PRIPRAVA RAZTOPIN	35
3.1.9. PRIPRAVA RAZTOPIN Z MASnim DELEŽEM - w	35
6. vaja: PRIPRAVA RAZTOPINE CuSO ₄ Z MASnim DELEŽEM 0.02	37
3.1.10. MEŠANJE IN REDČENJE RAZTOPIN	38
3.1.11. PRIPRAVA RAZTOPIN Z MASNO IN MNOŽINSKO	41
KONCENTRACIJO	41
7. vaja: PRIPRAVA 0.1 MOLARNE RAZTOPINE HCl	43
4. VOLUMETRIČNE ANALIZE	47

4.1. TITRACIJA	49
4.1.1. NEVTRALIZACIJSKA TITRACIJA.....	50
8. vaja: PRIPRAVA IN STANDARDIZACIJA 0.1 MOLARNE HCl.....	51
9. vaja: PRIPRAVA IN STANDARDIZACIJA 0.1 MOLARNE RAZTOPINE NaOH	53
10. vaja: DOLOČITEV NaOH V ZMESI Na ₂ CO ₃	54
11. vaja: DOLOČITEV MASNE KONCENTRACIJE ŽVEPLOVE (VI) KISLINE.....	56
4.1.2. OBARJALNA TITRACIJA.....	58
12. vaja: PRIPRAVA STANDARDNE RAZTOPINE AgNO ₃	58
13. vaja: STANDARDIZACIJA RAZTOPINE AgNO ₃	59
14. vaja: DOLOČITEV KLORIDNIH IONOV PO MOHRU	60
4.1.3. REDOKS REAKCIJE.....	61
4.1.4. OKSIDACIJSKO – REDUKCIJSKA TITRACIJA.....	63
15. vaja: PRIPRAVA IN STANDARDIZACIJA RAZTOPINE KMnO ₄	64
16. vaja: DOLOČITEV MASNEGA DELEŽA VODIKOVEGA PEROKSIDA – H ₂ O ₂	65
17. vaja: PRIPRAVA IN STANDARDIZACIJA RAZTOPINE Na ₂ S ₂ O ₃	66
18. vaja: DOLOČITEV MASNE KONCENTRACIJE BAKRA (Cu)	68
4.1.5. KOMPLEKSOMETRIČNA TITRACIJA	69
19. vaja: DOLOČITEV MASNE KONCENTRACIJE Zn ²⁺ V VZORCU.....	70
20. vaja: DOLOČITEV KOBALTOVIH IONOV Z NEPOSREDNO TITRACIJO	71
21. vaja: PRIPRAVA RAZTOPIN ZA DOLOČITEV SLADKORJA PO FEHLINGU	72
5. GRAVIMETRIJA.....	73
22. vaja: GRAVIMETRIČNA DOLOČITEV ALUMINIJA.....	73
ANALIZA ŽIVIL	75
1. vaja: EKSTRAKCIIJA TRDNIH SNOVI.....	75
2. vaja: EKSTRAKCIIJA TEKOČIN – PRAVI ČAJ	76
3. vaja: DOLOČITEV MASNEGA DELEŽA OCETNE KISLINE V KISU	77
4. vaja: DOLOČITEV KLORIDNIH IONOV V VZORCU PO MOHRU	78
5. vaja: DOLOČANJE SLADKORJA V VZORCU SOKA PO FEHLINGU	79
6. vaja: DOLOČANJE TRDOTE VODE	80
7. vaja: ADSORPCIJA OCETNE KISLINE Z AKTIVNIM OGLJEM	82
8. vaja: DOLOČITEV KLORIDNIH IONOV PO MOHRU V VZORCU MARGARINE	83
9. vaja: ŠTEVILO UMILJENJA ALI SAPONIFIKACIJSKO ŠTEVILo	84
10. vaja: KISLINSKO ALI NEVTRALIZACIJSKO ŠTEVILo	85
11. vaja: JODOVO ŠTEVILo	86
VIRI:	87

Kazalo slik

slika 1:čaša.....	9
slika 2:erlenmajerica.....	9
slika 3: steklena palčka	9
slika 4: merilni valj	9
slika 5: lij za filtracijo	9
slika 6: lij.....	9
slika 7: bučka	10
slika 8: merilna bučka.....	10
slika 9: urno steklo	10
slika 10: kapalka.....	10
slika 11: izparilnica	10
slika 12: kristalizirka	10
slika 13: bireta	11
slika 14: vodni hladilnik.....	11
slika 15: merilna pipeta	11
slika 16: polnilna pipeta.....	11
slika 17: lij ločnik	11
slika 18: destilacijska bučka.....	12
slika 19: piknometer.....	12
slika 20: puhalka	12
slika 21: žarilni trikotnik	12
slika 22: žarilni lonček	12
slika 23: eksikator	12
slika 24: kleše	12
slika 25: filtrirni obroč	12
slika 26: areometer	12
slika 27: plinski gorilnik	13
slika 28: keramična mrežica.....	13
slika 29: trinožno stojalo.....	13
slika 30: tarilnica s pestilom	13
slika 31: žličke.....	13
slika 32: prijemalke	13
slika 33: čistilne ščetke	14
slika 34: precizna tehtnica	24
slika 35: analizna tehtnica	24
slika 36 : filtracija	29
slika 37: gladek filter papir	29
slika 38: naguban filter papir	29
slika 39: areometer.....	31
slika 40: piknometer.....	31
slika 41: Soxhletov aparat	34
slika 42: lij ločnik	34

LABORATORIJSKA TEHNIKA ANALIZIRANJA

1. LABORATORIJ IN LABORATORIJSKO DELO

1.1 OSNOVNA OPREMA LABORATORIJA

Osnovna oprema vsakega kemijskega laboratorija so:

- laboratorijska miza z vgrajeno napeljavo za vodo, plin in elektriko,
- skladišče z omarami za kemikalije, omare za steklovino in drobni inventar,
- digestorij za delo s strupenimi plini (parami),
- police, stoli, tabla ...,
- posoda za destilirano vodo,
- protipožarna oprema (gasilni aparat, protipožarna ponjava, vedro ...),
- omarica za prvo pomoč.

Digestorij je po posebnem načrtu izdelana zasteklena omara z dobro ventilacijo. Ima vgrajeno delovno mizo ter priključke za plin, vodo in elektriko.

Protipožarna oprema v laboratoriju so, gasilni aparat s prahom, protipožarna ponjava, ki se uporablja za gašenje goreče obleke, in vedro za vodo. Z vodo lahko gasimo trde snovi (les, papir, bombaž, guma, smole, voske) in vnetljive tekočine, ki se mešajo z vodo (alkohol, aceton, špirit ...). Ne smemo gasiti električnih vodov, kemijskih snovi, ki reagirajo z vodo, tudi ne snovi, ki vodo vpijajo (zaradi povečanja mase).

1.2 LABORATORIJSKI RED

Laboratorijsko delo mora potekati nemoteno, zato se dijaki pri uvodnih urah novega šolskega leta najprej seznanijo s pravilnikom, ki določa laboratorijski red. Kršenje pravilnika pomeni disciplinski prekršek in se kaznuje po pravilniku o šolskem redu.

V laboratoriju sta nujna red in mirno obnašanje udeleženih.

Dijak mora v laboratoriju nositi obvezno opremo - haljo, copate, zvezek.

Dijak ne sme zapustiti delovnega prostora brez dovoljenja učitelj.

V laboratoriju je prepovedano izvajati poizkuse, ki ne sodijo k vajam.

Dijak takoj javi škodo, če se kaj poškoduje, razbije, če opazi spremembo na inventarju ...

Dijak mora učitelju in laborantu takoj sporočiti, če se zgodi nesreča, da se lahko nudi ustrezno prvo pomoč.

V laboratoriju je prepovedano uživanje hrane in pijače.

Dijak po končanem delu opere steklovino in pribor, le-to pospravi v omare in napiše poročilo.

1.3 LABORATORIJSKI DNEVNIK

Laboratorijski dnevnik tako kot skripte in haljo vedno prinesemo na vaje.

Pri laboratorijskem delu je potrebno voditi laboratorijski dnevnik, v katerega zapišemo:

- navodila za delo, pribor in reagente,
- postopek analize,
- skice analitskih naprav,
- meritve, rezultati meritev,
- izračune in rezultate izračunov.

Celotno laboratorijsko delo mora biti zapisano v laboratorijski zvezek – dnevnik.

Vsako vajo začnemo zapisovati na novo stran. Pri vsaki mora biti napisan naslov in datum opravljanja vaje. Na levi strani dnevnika zapisujemo navodila, meritve, tabele, rezultate ... Na desni strani napišemo komentarje.

Navodila za izvedbo vaje imamo zapisano v skripti. V zvezek zapisujemo kratka navodila, po katerih lahko vajo samostojno izvedemo in jo ponovimo.

Če se pri vaji pojavljajo kemijske enačbe, jo zapišemo in uredimo.

Rezultate meritev zapišemo v tabelo.

Rezultate analize preverimo pri profesorju ali jih primerjamo s sošolci in zapišemo komentar.

Če smo dnevnik pozabili prinesti v šolo, moramo obravnavano snov napisati doma. Če smo odsotni od pouka in nismo opravili vaje, moramo v zvezek napisati navodila za vajo, ki smo jo zamudili.

Končna ocena je sestavljena iz uspešno opravljenih laboratorijskih vaj in pregledanega laboratorijskega dnevnika.

Dežurna dijaka sta zadolžena, da:

- skrbita za destilirano vodo,
- pomagata pri izdajanju skupnega inventarja,
- pomagata pri izdajanju dodatnih reagentov in vzorcev,
- po potrebi pomagata asistentu pri pripravi vaje in materiala za vaje,
- med vajami opozarjata preostale dijake na sprotno pomivanje inventarja,
- po končanih vajah pregledata laboratorij, ali je vse pospravljeno,
- zbereta dnevnike in poročila dijakov in jih oddata asistentu ali profesorju.

1.4 ZAŠČITNA OPREMA IN PRVA POMOČ V LABORATORIJU

V kemijskem laboratoriju moramo obvezno nositi delovno obleko (haljo) in uporabljati druga zaščitna sredstva (očala, rokavice ...).

V laboratoriju skrbimo za red in čistočo v prostoru, na delovni mizi, v omarah in na policah. Steklovino in pribor, ki ju ne potrebujemo več, pomijemo, posušimo (s papirnatimi brisačami) in pospravimo, prav tako pospravimo tudi reagenčne steklenice in druge reagente.

Večina kemikalij, s katerimi delamo, je strupenih, zato je dobro, da vemo nekaj o zastrupljanju.

Strupene snovi, ki pridejo v telo skozi usta, nos in želodec, povzročajo bruhanje, drisko, bolečine v požiralniku in trebuhu. So pa tudi take snovi, ki pridejo v organizem skozi rane ali nepoškodovano kožo in razapljujo maščobe.

V vsakem primeru nesreče moramo upoštevati navodila za prvo pomoč in takoj poklicati ali obiskati zdravnika.

Najpogosteje poškodbe v laboratoriju so ureznine s stekлом in rezili, opeklne z vročimi predmeti, poškodbe oči, poškodbe z električnim tokom ... Posebne poškodbe so opeklne s kislinami in bazami, zastrupitve s plini, tekočinami in trdimi snovmi. V laboratoriju obstaja tudi nevarnost požarov in eksplozij.

Pri manjših ali lažjih poškodbah, kot so ureznine, manjše opeklne z ognjem, kislinami ali bazami, lahko prvo pomoč nudi katera koli oseba.

Pri težjih poškodbah je potrebno takoj odpeljati poškodovanca k zdravniku.

Pri delu s kislinami moramo biti zelo previdni, ker lahko nastanejo hude poškodbe.

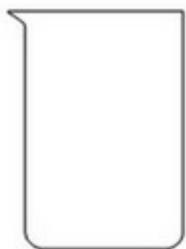
Kislina okvarijo tkivo, s katerimi pridejo v stik. Na koži povzročajo kemične opeklne. Pare kislin dražijo očesno sluznico. Če kislino popijemo, pokvari prebavni trakt in lahko povzroči splošno zastrupljanje organizma. Previdni moramo biti pri mešanju kislin z vodo. Kislino vedno postopoma dolivamo v vodo, raztopino stalno mešamo in jo po potrebi hladimo. Pri opeklinah s kislino poškodovano mesto spiramo z veliko vode.

Baze, če pridejo na kožo, povzročajo močno nabrekanje kože in sluznice. Tkivo še bolj poškodujejo kot kisline, ker prodirajo v kožo. Koncentrirane baze povzročajo nabrekanje kože in sluznice. Posebno močno delujejo v stiku z očmi in s kožo pod nohti. Tudi poškodbe z bazo spiramo z veliko vode.

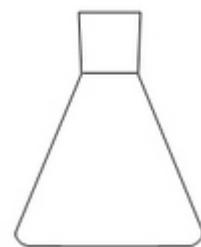
Plini dražijo očesno sluznico (obvezna uporaba digestorija). Če kislino popijemo, razžre prebavni trakt in pride do zastrupitve organizma. Če pride kislina v oko, ga spiramo z veliko vode (z izpiralko) vsaj 10 minut in gremo takoj k zdravniku.

Organska topila so hitro hlapljiva, zato moramo prostore dobro prezračiti, povzročajo slabost in omotico, nekatera so eksplozivna (npr. eter).

1.5 LABORATORIJSKI INVENTAR



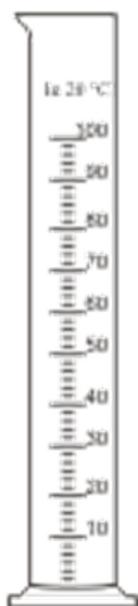
slika 1:čaša



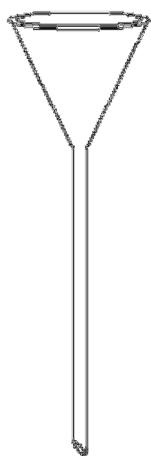
slika 2:erlenmajerica



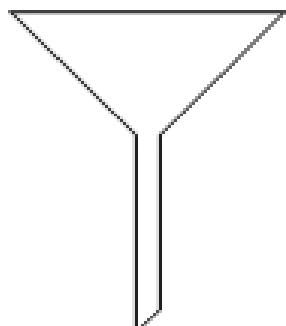
slika 3: steklena palčka



slika 4: merilni valj



slika 5: lij za filtracijo



slika 6: lij



slika 7: bučka



slika 8: merilna bučka



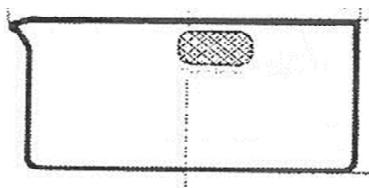
slika 9: urno steklo



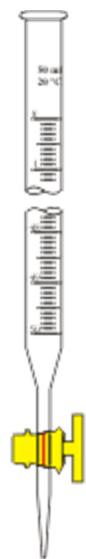
slika 10: kapalka



slika 11: izparilnica



slika 12: kristalizirka



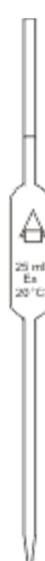
slika 13: bireta



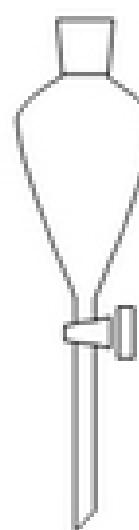
slika 14: vodni hladilnik



slika 15: merilna pipeta



slika 16: polnilna pipeta



slika 17: lij ločnik



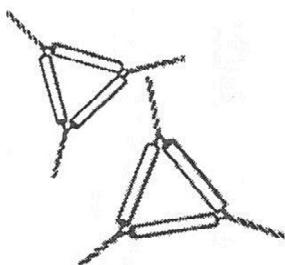
slika 18: destilacijska bučka



slika 19: piknometer



slika 20: puhalka



slika 21: žarilni trikotnik



slika 22: žarilni lonček



slika 23: eksikator



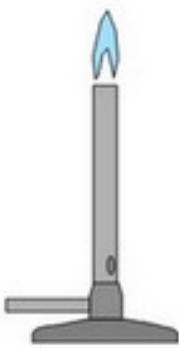
slika 24: klešče



slika 25: filtrirni obroč



slika 26: areometer



slika 27: plinski gorilnik



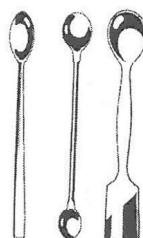
slika 28: keramična mrežica



slika 29: trinožno stojalo



slika 30: tarilnica s pestilom



slika 31: žličke

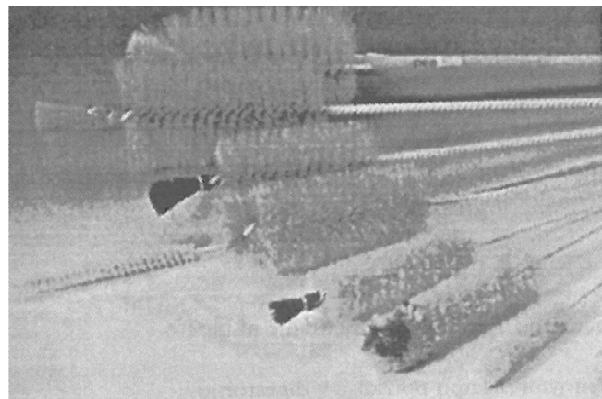


slika 32: prijemalke

1.6 ČIŠČENJE IN SUŠENJE LABORATORIJSKEGA PRIBORA

Posoda za laboratorijsko delo mora biti popolnoma čista. Po uporabi jo takoj očistimo, posušimo in pospravimo. Čistimo jo najprej mehansko in nato kemično. Kadar mehansko čiščenje uspe le delno, uporabimo take reagente, ki bodo razkrojili oziroma raztopili trde delce.

Z dobro očiščenega stekla voda gladko odteka in se ne nabira na stenah. Posodo splahnemo z destilirano vodo, posušimo na odcejalnem koritu ali v sušilniku in pospravimo. Za lažje čiščenje uporabljam različno oblikovane ščetke in gobice.



slika 33: čistilne ščetke

	<u>nečistoče</u>	<u>pomivamo z</u>
1.	anorganske soli, topne v vodi, in organska topila, ki se mešajo z vodo	vodo
2.	anorganske spojine, netopne v vodi	s koncentrirano solno kislino (HCl)
3.	organske snovi, maščobe, olja	s soda ali NaOH
4.	katran, smole ali težka olja	z organskimi topili
5.	najtežje topne snovi in organske spojine	s kromžvepleno kislino (CrSO_4)

1.7 LABORATORIJSKE KEMIKALIJE IN REAGENTI

V laboratoriju se uporabljo različne vrste kemikalij, ki so lahko v trdem, tekočem ali plinastem stanju. Trde kemikalije shranjujemo v prahovkah, tekočine v reagenčnih steklenicah in pline v jeklenkah. Kemikalije, ki jih uporabljamo, morajo biti označene z etiketo, na kateri so navedeni latinsko ime, kemijska formula, čistost kemikalije, agregatno stanje, gostota, predpisani simboli za nevarnost snovi in ime proizvajalca.

Raztopine, ki jih sami pripravimo, shranjujemo v reagenčni steklenici, ki jo opremimo z etiketo, na katero napišemo ime raztopine, kemijsko formulo, koncentracijo in datum priprave. V primeru, da so reagenti občutljivi na svetlobo, jih shranjujemo v rjavih steklenicah in v zaprti omari, stran od vira svetlobe. Kemikalije shranjujemo v posebnih omarah, narejenih iz negorljivega materiala in opremljenih z ventilacijo, povezano preko zračnega filtra z zračnikom.

Pred uporabo se vedno pogovorimo z učiteljem ali laborantom o pravilnem ravnanju s kemikalijami.

Destilirana voda: - je voda, ki ne vsebuje mineralnih snovi,
- pridobiva se z destilacijo vode (enojno ali dvojno) ali z demineralizacijo vode (ionskimi izmenjevalci – dvema katodama: anionsko in kationsko),
- uporablja se za pripravo raztopin, razredčevanje,
- za spiranje oprane steklovine.

Kisline: a) anorganske kisline so v tekočem agregatnem stanju:
- so nevarne, dražijo oči in dihala,
- HCl (w = 37 %) je zelo jedka kislina, iz nje izhaja plin HCl,
- H₂SO₄ (w = 98 %) zelo gosta kislina, ki razjeda vse razen stekla,
- HNO₃ – kislina hitro razpade na dušikove okside, koagulira beljakovine.

b) organske kisline so v trdem agregatnem stanju, to so:
- citronska kislina,
- vinska kislina,
- jabolčna kislina,
- askorbinska kislina,
- mlečna kislina.

Baze: a) močne baze:
- so v trdem agregatnem stanju,
- so zelo jedke, povzročajo hude opekline kože in oči,
- takšni sta NaOH, KOH.

B) šibke baze:
- so lahko v trdem ali tekočem agregatnem stanju,
- takšni sta Ca(OH)₂, Mg(OH)₂ ,
- NH₃ (amoniak) delamo v digestoriju.

Organska topila: - se lahko mešajo z vodo (alkohol, aceton),
- se ne mešajo z vodo (kloroform),
- so hitro vnetljiva (eter),
- so hitro hlapljiva.

1.7.1 Predpisani simboli nevarnosti za posamezno vrsto snovi

Pred začetkom poizkusa ugotovimo, ali so kemikalije, ki jih bomo uporabljali, vnetljive, strupene ali eksplozivne.

Med poizkusom nosimo obvezno zapeto haljo, pri delu s strupenimi in jedkimi snovmi pa tudi zaščitna očala in rokavice.

V laboratoriju nikoli ne jemo in ne pijemo.

Tekočine obvezno pipetiramo z žogico za pipetiranje in pipeto.

S hlapnimi in jedkimi snovmi delamo poizkuse v digestoriju.

V laboratoriju morajo biti na vidnem mestu gasilni aparat, pesek in odeja za gašenje ter omarica za prvo pomoč.

Po končanem poizkusu laboratorijsko posodo pomijemo s čistilom, speremo z vodo, nato z destilirano vodo in nazadnje z alkoholom.

Po končanem delu v laboratoriju si dobro operemo roke in nato zapremo glavni plinski in vodovodni ventil ter glavno električno stikalo.

1.8 ZNAKI ZA NEVARNOST



**nevarnost
C
JEDKO**

Kako ukrepamo?

Posebno poskrbimo za zaščito oči, kože in obleke. Ne vdihavamo hlapov.

Corrosive



E EKSPLOZIVNO

S kemikalijami se izogibamo udarcem, trkom, trenju, iskram, ognju in segrevanju

Explosive



**F+
ZELO LAHKO
VNETLJIVO
F
LAHKO VNETLJIVO
Highly flammable**

Izogibamo se odprtemu plamenu, iskram in topotnim izvorom.



**T+ ZELO STRUPENO
T STRUPENO**

Very toxic

Kemikalije nikakor ne smejo priti v stik s človeškim organizmom. Pozorni moramo biti na nevarnost kancerogenih, teratogenih in mutagenih učinkov.



**X_n ZDRAVJU
ŠKODLJIVO
Harmful
X_i DRAŽILNO
Irritant**

Izogibamo se stiku teh kemikalij s človeškim telesom, ne vdihavamo hlapov. Pri nepravilni uporabi so kemikalije lahko zdravju škodljive, ne smejo priti v stik z očmi in kožo.



O OKSIDATIVNO

Oxidizing agent

Kemikalije ne smejo priti v stik z vnetljivimi snovmi. Nevarne so za samovžig.



OKOLJU NEVARNO

Dangerous for the environment

Snovi lahko povzročijo takojšnjo ali trajno škodo v okolju (voda, tla, zrak) in organizmom, ki v njem živijo.

slike 32

znaki za nevarnost

http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/6/6a/Hazard_N.svg

Novo označevanje: GHS (Globally Harmonized System of Classification and Labeling of Chemicals).

Piktogram Razred in kategorija nevarnosti

- | | |
|-------|---|
| GHS01 | – Nestabilni eksplozivi, kategorija nevarnosti 1.1, 2.1, 3.1, 4.1 |
| GHS02 | – Vnetljivi plini, kategorija nevarnosti 1, 2, 3 |
| GHS03 | – Oksidativni plini, kategorija nevarnosti 1, 2, 3, 4 |
| GHS04 | – Plini pod tlakom |
| GHS05 | – Jedko za kovine, kategorija nevarnosti 1 |
| GHS06 | – Akutna strupenost, kategorija nevarnosti 1, 2, 3 |
| GHS05 | – Jedko za kožo, kategorija nevarnosti 1A, 1B, 1C |
| GHS07 | – Akutna strupenost, kategorija nevarnosti 1, 2, 3, 4 |
| GHS08 | – Preobčutljivost dihal, kategorija nevarnosti 1A, 1B, 2 |
| GHS09 | – Nevarno za vodno okolje, kategorija nevarnosti 1, 2 |

2. ZMES, ZGRADBA SNOVI, KEMIJSKA REAKCIJA

Kemija preučuje snov in snovne spremembe s stališča gradnikov snovi, atomov in molekul. Snov ima maso in zavzema prostor.

Maso snovi lahko določamo s tehtanjem.

Masa – oznaka **m** – je fizikalna veličina za enoto **1 kg**.

Prostornina ali volumen – oznaka **V** – je fizikalna veličina, osnovna enota je **1 m³**.

Snovi lahko preučujemo kot homogene in heterogene.

Homogena snov je lahko čista snov ali mešanica, ki je navzven videti enotna, medtem ko je heterogena snov mešanica, pri kateri opazimo mejno površino.

Homogena snov je: sladkor, sol, etanol ... ali raztopine snovi in vode oziroma drugega topila, v katerem se snov razaplja.

Heterogena snov je: mešanica olja in vode, mešanica vode in apnenca ... imenujemo jo tudi suspenzija ali oborina.

Zmes je mešanica posameznih čistih snovi, ki jo sestavlja.

V kemiji je znanih mnogo postopkov ločevanja zmesi na posamezne snovi, sestavine zmesi, ki jih imenujemo čiste snovi. Le-te ločujemo iz zmesi na osnovi značilnih lastnosti teh snovi.

Postopki so:

- **sejanje** – ločevanje trdih delcev iz zmesi na osnovi različne velikosti,
- **filtracija** – ločevanje trdih delcev iz raztopine s pomočjo filtrirnega papirja,
- **kristalizacija** – odvzem vode (izparevanje) iz raztopine, pri čemer se tvorijo kristali (slatkorna raztopina, slana voda ...),
- **sublimacija** – pri ločevanju trdih zmesi lahko včasih izkoristimo lastnost nekaterih snovi, da izparijo pri razmeroma nizki temperaturi (zmes soli NaCl in joda – pri segrevanju se na stene epruvete presublimira jod, natrijev klorid ostane na dnu epruvete),
- **destilacija** – pri ločevanju raztopine (mešanice etanola in vode), je vrelišče etanola nižje (78 °C) od vrelišča vode (100 °C). Pri segrevanju etanol hlapi hitreje in ga (hlape - pare) s pomočjo hladilnika utekočinimo.

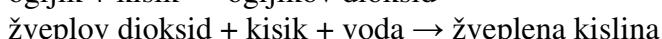
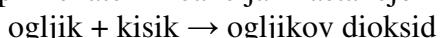
Najbolj značilni fizikalni lastnosti čiste snovi sta tališče in vrelišče, lahko ju tudi l natančno izmerimo.

Pri nastanku zmesi in pri ločevanju zmesi se čiste snovi ne spreminja.

Spreminjanje snovi – kemijska reakcija

Kemijska reakcija je snovna sprememba.

Sinteza – pri nekaterih reakcijah nastanejo iz preprostih snovi bolj zapletene snovi.



Razpad ali razkroj – pri reakcijah nastajajo preprostejše snovi iz bolj zapletenih snovi.



Analiza – je kemijski postopek, s katerim ugotavljamo sestavo zmesi in spojin.

2.1 ELEMENTI IN SPOJINE

Element je čista snov, ki jo s kemijsko reakcijo ne moremo razgraditi v enostavnejše snovi. Vsak element ima ime in ga označujemo s kemijskimi simboli.

Spojine tvorijo elementi s kemijsko reakcijo. Imena spojin v kemiji tvorimo iz imen elementov, formule pa iz simbolov. V imenu spojine zapišemo kovinski element na prvem mestu, ime nekovinskega elementa napišemo na drugem mestu.

Snovi, ki v reakcijo vstopajo, se imenujejo **reaktanti**, snovi, ki pri reakciji nastanejo, pa **produkti**.

Pri kemijskih reakcijah se masa ne spreminja. Vsota mas reaktantov je enaka vsoti mas produktov.

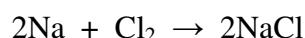
2.2 ATOMI IN MOLEKULE

Atom je najmanjši del snovi, ki ga kemijsko ne moremo več razstaviti. Atom sestavlja atomsko jedro in elektroni, ki se gibljejo okoli jedra in tvorijo elektronsko ovojnico. Jedro je sestavljeno iz protonov in nevronov. Atomi istega elementa imajo enako število protonov in nevronov. Vsota števila protonov in nevronov v jedru atoma je enaka masnemu številu. Atomi različnih elementov imajo različno masno število.

Atomi so gradniki molekule in snovi, pri kemijskih reakcijah se ohranjajo.

Molekula je osnovna gradbena enota snovi, ki vstopa v kemijsko reakcijo ali pri njej nastane. Molekulo sestavlja dva ali več atomov, povezanih s kemijsko vezjo. V molekulo elementov so povezani enaki atomi, v molekulo spojine pa različni atomi. Pri kemijski reakciji se molekule reaktantov razdružijo in sestavijo v molekulo produktov.

Enačba kemijske reakcije je urejena, ko je število istovrstnih atomov reaktanta enako številu istovrstnih atomov produkta.



Relativna atomska masa elementa (A_r), je razmerje med maso atoma tega elementa in 1/12 mase atoma ogljikovega izotopa ^{12}C .

Relativno molekulsko maso (M_r) izračunamo tako, da seštejemo relativne atomske mase vseh atomov, ki molekulo sestavljajo.

Primer:

Izračunajmo molekulsko maso raztopine H_2SO_4 .

Atomska masa:	vodika je 1 žvepla je 32 kisika je 16	$2 \times 1 + 32 + 4 \times 16 = 98$
---------------	---	--------------------------------------

Molekulska masa H_2SO_4 je 98 g/mol

2.3. MOL IN MOLSKA MASA

Mol je množina snovi, ki vsebuje toliko delcev (atomov, molekul, elektronov, ionov), kolikor je atomov ^{12}C v 12 g ogljika ^{12}C .

Enota množine snovi je mol in ustreza Avogadrovu številu $6.02 \cdot 10^{23}$.

$$N_A = 6.02 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$$

Primer:

V neki količini snovi je $4.76 \cdot 10^{24}$ molekul. Kolikšna je množina snovi?

$$n = \frac{4.76 \cdot 10^{23} \text{ mol}}{6.02 \cdot 10^{23}} = 7,91 \text{ mol}$$

Molska masa (M) je masa množine 1 mola. Enota molske mase je g/mol, kg/mol.

Molska masa vodika (H) = 1g/mol

Molska masa kisika (O) = 16 g/mol

Molska masa klora (Cl) = 35,5 g/mol

Molska masa natrija (Na) = 23 g/mol

Zveza med množino in maso:

$$n = \frac{m}{M}$$

n =

Primer:

Določi množino 28.3 g vode!

$$n(\text{H}_2\text{O}) = \frac{m(\text{H}_2\text{O})}{M(\text{H}_2\text{O})} = \frac{28.3 \text{ g mol}}{18.0 \text{ g}} = 1.57 \text{ mol}$$

Vaja:

Določimo molsko maso spojinam.

$$M(\text{H}_2\text{O}) =$$

$$M(\text{Na}_2\text{CO}_3) =$$

$$M(\text{CuSO}_4) =$$

$$M(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) =$$

$$M(\text{H}_2\text{SO}_4) =$$

$$M(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) =$$

3. TEHNIKE ANALIZIRANJA

3.1 KEMIJSKE ANALIZE

S kemijskimi analizami ugotavljamo:

- kemijsko sestavo snovi,
- prisotnost določenih snovi,
- koncentracijo snovi v vzorcu.

Kemijske analize so kvalitativne in kvantitativne.

Kvalitativne analize so tiste, s katerimi v spojini dokažemo prisotnost posameznih elementov ali spojin (voda, antibiotiki, pesticidi ...).

Kvantitativne analize so tiste, s katerimi natančno določimo količino elementa ali spojine v preiskovani snovi (NaCl, alkohol, sladkor ...).

Rezultati kemijskih analiz morajo biti natančni in zanesljivi, preverjamo jih lahko s pravilniki ali so podlaga za najrazličnejše določitve pri raziskavah v tehnologiji.

Rezultat analize je aritmetična sredina rezultatov vseh ponovitev merjenja.

Izračunamo ga:

$$\frac{\sum x_i}{N} - \text{vsota rezultatov vseh posamičnih ponovitev merjenja}$$

N - število meritev

Natančnost postopka opisuje ponovljivost rezultatov, ki nam povedo, kako se medsebojno ujemajo rezultati, ki smo jih dobili na enak način.

Pravilnost postopka pokaže, kako blizu je rezultat resnični vrednosti.

Meja zaznavnosti pove, kakšna je najnižja koncentracija nekega elementa, ki jo še lahko določimo z analiznim postopkom.

Kemijske analize delimo v dve skupini:

- volumetrične analize,
- gravimetrične analize.

3.1.1. MERJENJE VOLUMNA TEKOČIN

Volumen tekočin je odvisen od temperature. Pri višjih temperaturah se tekočina razteza, pri nižjih temperaturah pa krči. Zato merimo in primerjamo volumne tekočin pri konstantni temperaturi 20 °C. Na to temperaturo so umerjene vse merilne posode in aparature.

Za merjenje volumna tekočin uporabljamo merilne valje, merilne in polnilne pipete. Nivo tekočine v posodi ima določeno obliko. Pravimo ji miniskus. Če tekočina omoči stene posode, tedaj je miniskus obrnjen navzgor (konkaven). Če tekočina ne omoči stene posode, je obrnjen navzdol (konveksen).

Če želimo natančno odmeriti želeni volumen, tekočino natočimo v merilno posodo in pri odčitavanju volumna opazujemo miniskus. Natančno odmerjanje miniskusa je, kadar gledamo nivo miniskusa pravokotno v višini oči. Odčitanje volumna bo napačno, če gledamo od zgoraj navzdol ali od spodaj navzgor.

Najnatančnejše merjenje volumna poteka s polnilno pipeto, ker ima oznako za odčitanje volumna na najožjem delu.

Z merilnim valjem odmerimo volumen zelo enostavno, vendar ne natančno, ker je valj preširok in odčitavanje miniskusa ni natančno.

1. vaja: PIPETIRANJE S POLNILNO IN MERILNO PIPETO

OSNOVA VAJE:

Z merilno in polnilno pipeto natančno izmerimo volumne tekočin. Za varno delo obvezno uporabljamo balonček za pipetiranje. Natančnost merilnih oznak na merilnem valju in čaši primerjamo z natančno odmerjenim volumnom na merilni pipeti. Zapišemo ugotovitev in narišemo odčitavanje miniskusa (spodnjega in zgornjega).

PRIBOR:

- polnilna pipeta 25 ml in 50 ml
- merilna pipeta 5 ml, 10 ml
- merilni valj 10 ml, 50 ml in 100 ml
- balonček za pipetiranje
- čaša 250 ml

REAGENTI:

- destilirana voda

DELO:

S polnilno pipeto odmerimo 4-krat po 25 ml destilirane vode in z njo napolnimo 100 ml-ski merilni valj, nato odmerimo 2-krat po 50 ml destilirane vode in z njo napolnimo 100 ml-ski merilni valj. Zapišemo ugotovitev.

Z merilno pipeto odmerimo 2-krat po 10 ml destilirane vode in z njo napolnimo 50 ml-ski merilni valj, nato odmerimo 5-krat po 10 ml destilirane vode in z njo napolnimo 50 ml-ski merilni valj. Zapišemo ugotovitev.

Pri delu s pipetami obvezno uporabljamo balonček za pipetiranje

UGOTOVITVE IN SLIKA (pravilno odčitavanje miniskusa):

2. vaja: UMERJANJE MERILNIH BUČK**OSNOVA VAJE:**

Pri natančnem delu razredčujemo raztopine v merilnih bučkah. V čaši pripravljeno raztopino prelijemo v merilno bučko, čašo oplaknemo z destilirano vodo in jo zlijemo v bučko ter s kapalko vsebino bučke dopolnimo do oznake. Ker se volumna merilne bučke in polnilne pipete, s katero jemljemo enake dele raztopine, skoraj nikoli popolnoma ne ujemata, moramo merilno bučko umeriti s polnilno pipeto. Merilno bučko bomo vedno uporabljali pri pripravi raztopin.

PRIBOR:

- 50 ml polnilna pipeta
- 250 ml merilna bučka
- čaša
- kapalka
- destilirana voda

DELO:

Najprej bučko dobro operemo, oplaknemo z alkoholom in posušimo. 250 ml-sko merilno bučko napolnimo z destilirano vodo (20°C) s 50 ml-sko polnilno pipeto. Označimo spodnji miniskus in umerjanje ponovimo še dvakrat, zaradi natančnosti meritve.

Ko merilno bučko napolnimo, z nalepko označimo spodnji rob miniskusa. Na nalepko napišemo ime dijaka/kratice in razred.

UGOTOVITEV:

3.1.2. TEHTANJE

V laboratoriju uporabljamo več vrst tehtnic. Za tehtanje večjih količin snovi uporabljamo precizne tehnice, s katerimi tehtamo mase do 2000 g, uporabljamo različne vrste tehtnic (elektronska precizna tehnica). Natančnost teh tehtnic je od 0.02 g do 0.2 g.

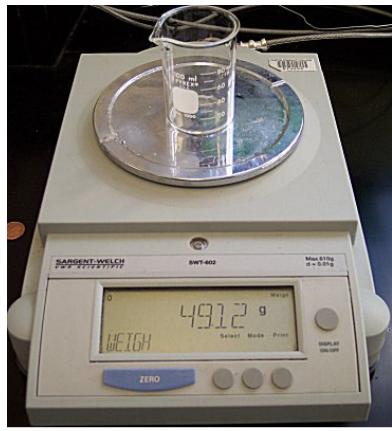
Za tehtanje reagentov, namenjenih pripravi standardnih raztopin, pufernih raztopin in umeritev volumetričnih naprav, uporabljamo analizne tehtnice. Na analiznih tehtnicah lahko tehtamo maso do 500 g. Njihova natančnost je od 1 mg do 0.1 mg.

Enota za merjenje mase snovi je 1 kilogram.

1 kilogram	kg	1000 g
1 dekagram	dag	10 g
1 gram	g	0.001 kg
1 miligram	mg	0.001 g

Pri tehtanju moramo upoštevati:

- da ravnamo s tehtnico po navodilih,
- da je tehtnica na stabilnem podstavku,
- da pred tehtanjem preverimo vodoravno lego tehtnice – libelo,
- da praškaste ali kristalne snovi tehtamo v tehtalnih posodicah (tehtiču, ladjici, žarilnem lončku),
- da ogrete posode in snovi moramo pred tehtanjem ohladiti na sobno temperaturo v eksikatorju, ki je napolnjen s sušilnim sredstvom (silikagel),
- da higroskopne in lahko hlapljive snovi tehtamo v zaprtih posodah,
- da po vsakem tehtanju očistimo tehtnico s čistim, mehkim čopičem.



slika 34: precizna tehnica



slika 35: analizna tehnica

3. vaja: TEHTANJE**OSNOVA VAJE:**

V laboratoriju uporabljamo precizne in analizne tehtnice.

Na precizni tehtnici stehtamo več poljubnih predmetov, čašo in vanjo damo 5 g soli in vodo.

Primerjamo rezultate tehtanja na precizni tehtnici z rezultati tehtanja na analizni tehtnici in preverimo natančnost rezultatov.

Mase označimo z indeksi ($m_1, m_2, m_3 \dots$).

Indeksi:

- m_1 - masa poljubnega predmeta
- m_2 - masa 250 ml čaše
- m_3 - masa čaše + 5 g soli
- m_4 - masa čaše + 5 g soli + 95 ml vode (Iz meritev izračunamo maso 95 ml vode.)

Na analizni tehtnici stehtamo naslednje predmete in mase označimo z indeksi.

Indeksi:

- m_5 - masa poljubnega predmeta
- m_6 - masa žarilnega lončka
- m_7 - masa tehtiča
- m_8 - masa tehtiča + 5 g soli

PRIBOR:

- precizna tehtnica
- analizna tehtnica
- predmeti za tehtanje (tehtič, žarilni lonček ...)
- merilni valj 100 ml
- čaša
- kapalka

REAGENTI:

- sol
- voda

TEHNIKA DELA:

Pripravimo tehtnice in predmete za tehtanje. Pri tehtanju upoštevamo navodila tehtanja.

Meritve sproti zapisujemo v zvezek.

Rezultate meritev zapišimo na dve oziroma štiri decimalna mesta natančno.

MERITVE :

3.1.3. TEMPERATURA

Temperatura je ena izmed osnovnih termodinamičnih spremenljivk, ki določa stanje telesa. Merimo jo s termometrom. Izražamo jo v Celzijevi lestvici, oznaka je $^{\circ}\text{C}$. V Celzijevi lestvici ustreza $0\ ^{\circ}\text{C}$ tališču ledu, $100\ ^{\circ}\text{C}$ pa vrelišču vode pri standardnem atmosferskem tlaku.

Pribor so termometri: tekočinski (živosrebrni, alkoholni ...), z elektrodo (vbodni) ...

Absolutna temperaturna lestvica (Kelvinova) je ponazorjena s kemijsko formulo:
 $T(\text{K}) = T(^{\circ}\text{C}) + 273,15 \text{ K}$.

Vaja:

T(K)	T($^{\circ}\text{C}$)
312	
	- 15
0	
	+ 25
350	

Nariši termometer in merilno skalo na termometru:

3.1.4. FIZIKALNE ENOTE – PRETVORBE:

Mere za maso

	oznaka			
1 tona	t	kg	dag	g
1 kilogram	kg	dag	g	mg
1 dekagram	dag	g	kg	mg
1 gram	g	mg	kg	dag
1 miligram	mg	g	kg	dag

Mere za volumen

	oznaka			
1 hektoliter	hl	l	cl	ml
1 liter	l	ml	dl	cl
1 deciliter	dl	ml	l	cl
1 centiliter	cl	ml	dl	l
1 mililiter	ml	l	cl	dl
1 mikroliter	μl	ml	cl	l

	oznaka			
1 kubični meter	m ³	dm ³	cm ³	mm ³
1 kubični decimeter	dm ³	cm ³	m ³	mm ³
1 kubični centimeter	cm ³	mm ³	dm ³	m ³
1 kubični mililiter	mm ³	cm ³	dm ³	m ³

Vaja:

0,432 kg	g	dag
88,65 ml	dm ³	cl
0,53 l	cm ³	dl
0,025 g	mg	dag
0,613 10 ³ ml	l	cm ³
3,37 kg	dag	t
219,5 ml	cl	l
9,85 10 ³ ml	l	dm ³
6,41 10 ⁻⁴ kg	g	dag
97,0 10 ⁻⁴ kg	g	mg

3.1.5. FILTRACIJA IN DOLOČANJE ZMESI

Filtracija je postopek, pri katerem ločimo trde delce od tekočine. V laboratoriju uporabljamo različne vrste filtracij in različna filtrirna sredstva.

Naravni postopek, pri katerem se usedajo trdi delci zaradi večje gostote na dno, imenujemo sedimentacija. Pri tem se raztopina zbistri.

Zmes sestavlja najmanj dve, lahko tudi več snovi. Snovi iz zmesi lahko med seboj ločimo na različne načine: s filtriranjem, dekantiranjem, destilacijo, prekristaliziranjem, izparevanjem ...

Pri filtraciji nalivamo raztopino s trdimi delci (suspenzijo) na filtrirno sredstvo, ki trde delce zadrži (oborino), prepušča pa tekočino (filtrat).

Filtrirna sredstva

- filtrirni papir
- vata
- steklena volna
- filtrirni lončki (guč lončki)
- gaza ali krpa

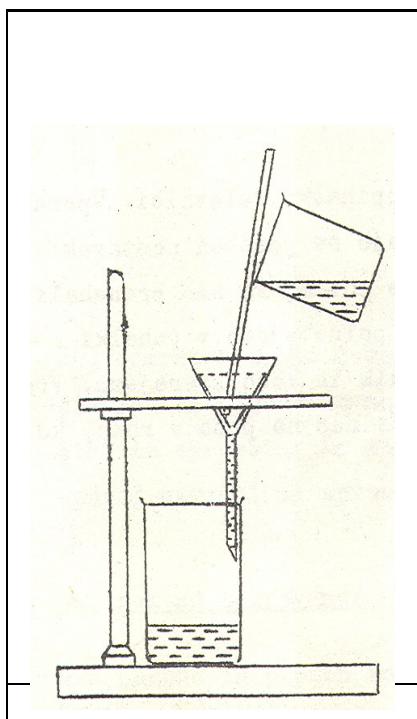
Filtrirni papir

Filtrirni papir izdelujejo iz staničevine (celuloze) ali bombaža tako, da jih predelajo v skoraj čisto celulozo. Izdelujejo različne vrste filtrirnega papirja, ki mora hitro prepuščati filtrat in zadržati vse trde delce. Za različne velikosti trdnih delcev uporabljamo različne vrste filtrirnega papirja.

Pri navadnem filtriranju, kjer želimo ločiti trde delce iz raztopine (suspenzije), uporabljamo navaden ali kvalitativni filtrirni papir. Izdelan je v polah in največkrat le ene gostote. Polo narežemo na manjše kvadrate, iz katerih oblikujemo filtrirni papir želene velikosti (gladkega ali nagubanega).

Pri filtraciji, kjer bomo oborino žarili in tehtali na avtomatski analizni tehnicni, uporabljamo kvantitativni filtrirni papir, ker je odstotek pepela po sežigu tega papirja nizek. Hitrost filtracije je odvisna od gostote papirja, zato je izdelan za hitro, srednje hitro in počasno filtriranje. Gostota je označena z barvnim trakom na škatli oziroma s številko (odvisno od proizvajalca).

Pribor za filtracijo



slika 36 : filtracija

- stojalo
- filtrirni obroč
- filtrirni papir, izbran glede na velikost delcev za filtriranje, velikost lija in uporabnost oborine ali filtrata
- čaša za filtrat
- steklena paličica
- urno steklo

Postopek filtracije

Na stojalo vpmemo filtrirni obroč, vanj postavimo lij, pod njega čašo za filtrat, tako da se konica cevi naslanja na steno čaše.

Pripravimo gladek ali naguban filtrirni papir, ga omočimo z destilirano vodo in vstavimo v lij.

Raztopino nalivamo na filtrirni papir ob paličici v sredino do 1 cm pod rob filtrirnega papirja.

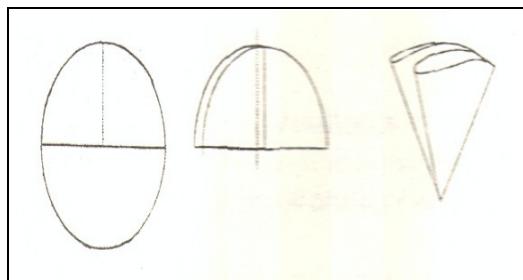
Če je filtrat moten, ga ponovno prefiltriramo skozi isti filtrirni papir.

Pazimo, da tekočina iz filtrirnega papirja ne odteče preko roba.

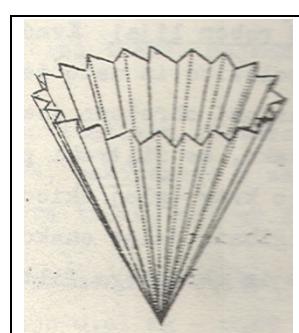
Raztopino dolivamo do končane filtracije.

slika 34

Čašo splahnemo z destilirano vodo, ki jo zlijemo na oborino.



slika 37: gladek filter papir



slika 38: naguban filter papir

4. vaja: DOLOČITEV PROCENTNE SESTAVE ZMESI ali masnega deleža**OSNOVA VAJE:**

Pri ločevanju zmesi soli in oglja bomo stehtali zmes in jo raztopili v vodi. Pri tem se bo sol raztopila, oglje pa bo kot trdi delci (oborina) ostalo na filtrirnem papirju. Filtrat –slano vodo – bomo izparili do suhega, tako da bomo dobili čisto sol.

Ločimo zmes soli in oglja, izračunamo odstotno sestavo zmesi in narišemo sliko filtracije.

PRIBOR:

- precizna tehnica
- urno steklo
- čaša
- steklena palčka
- pribor za filtracijo
- izparilnica
- gorilnik, trinožno stojalo, keramična mrežica
- zmes sol in oglje

DELO:

Na precizni tehnici stehtamo urno steklo (m_1) in na njem stehtamo 3-5 g zmesi (m_2). Zmes pretresemo v čašo in dolijemo 50 ml vode. Urno steklo splahnemo s 25 ml vode v čašo, kjer sta zmes in voda. Sestavine dobro premešamo s stekleno paličico in malo segrejemo.

Na precizni tehnici stehtamo izparilnico (m_3), v katero bomo pri filtraciji lovili filtrat (slano vodo). Pripravimo pribor za filtracijo, nagubamo navaden kvalitativni filtrirni papir in raztopino filtriramo v stehtano izparilnico.

Po končani filtraciji filtrat v izparilnici izparevamo nad gorilnikom. Ko se pričnejo izločati kristali soli, zmanjšamo plamen gorilnika, ga pokrijemo z urnim steklom ali izparilnico ter postavimo na peščeno kopel. Izparilnico s posušeno soljo ohladimo, stehtamo (m_4) na precizni tehnici in iz meritev izračunamo odstotno sestavo. Če se bo sol nabrala tudi na urnem steklu, ga stehtamo in upoštevamo tudi to maso soli (m_5).

MERITVE IN RAČUN :

$$m_1 =$$

$$m_2 =$$

$$m_3 =$$

$$m_4 =$$

$$m_5 =$$

REZULTAT:

3.1.6. MERJENJE GOSTOTE TEKOČIN

Gostota je masa enote volumna tekočine. Izračunamo jo z razmerjem:

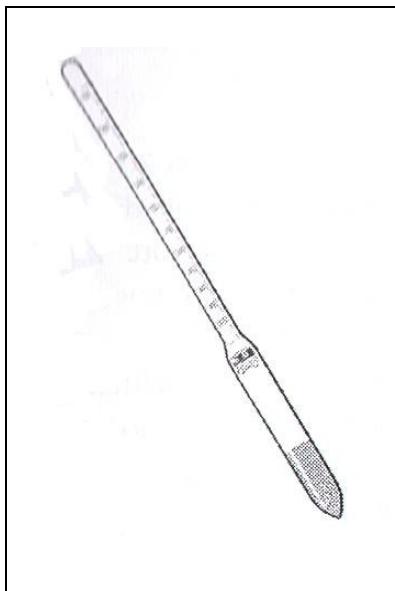
$$\rho = \frac{m}{V} \quad (\frac{g}{ml})$$

Gostota raztopin se s spreminjanjem temperature spreminja, zato je potrebno pri računanju gostote navesti tudi temperaturo, pri kateri je bila izmerjena.

Gostoto raztopin merimo pri 20 °C s piknometrom in areometrom.

Areometer je steklena zaprta cevka, ki je opremljena s skalo za odčitavanje gostote, živosrebrnim termometrom in spodnjim trebušastim delom, napolnjenim s šibrami, da areometer stabilno plava v raztopini. Gostoto tekočin merimo tako, da v meritni valj primerne velikosti natočimo raztopino, ki ji želimo izmeriti gostoto, in vanjo vstavimo areometer. Areometer se ne sme dotikati sten meritnega valja, prosto mora plavati v raztopini. Gostoto odmerimo s skale v višini oči. Zraven navedemo temperaturo.

Piknometer je običajno 25 ml-ska bučka z obrušenim vratom, v katerega vstavimo zamašek s kapilaro v sredini. Uporabljamo ga za določevanje gostote tekočin s tehtanjem. Tehtamo popolnoma čist in suh piknometer, nato piknometer, napolnjen z destilirano vodo, ki ima 20 °C, in nazadnje še piknometer, napolnjen z vzorcem temperature 20 °C.



slika 39: areometer



slika 40: piknometer

5. vaja: MERJENJE GOSTOTE RAZTOPIN**OSNOVA VAJE:**

Raztopine imajo različen obseg gostote. Nekatere so lažje od vode (organska topila, olje ...), druge so težje (raztopine kislin in baz). Na podlagi izmerjene gostote raztopine lahko pri dani temperaturi v priročniku poiščemo sestavo raztopine.

Za merjenje gostote raztopin si moramo izbrati areometer s primerno skalo.

Izmerimo gostoto vode, etanola in raztopin s piknometrom in areometrom pri 20 °C.

PRIBOR:

- merilni valj 250 ml, 500 ml
- areometer za območje od 0.850-1.100 g/ml in za območje od 1.000-1.500 g/ml
- čaše
- termometer
- piknometer 25 ml
- analizna tehnicka

REAGENTI:

- vodna kopel
- raztopina etanola, W (C_2H_5OH) = 0.67
- raztopina $CuSO_4$, W ($CuSO_4$) = 0.04
- destilirana voda

DELO:

V merilni valj nalijemo vodo in z areometrom izmerimo gostoto pri 20 °C. Če temperatura vode ni 20 °C, jo segrevamo oziroma ohladimo do ustrezone temperature. Enako naredimo tudi z merjenjem gostote z areometrom v etanolu in pripravljenih raztopinah. Kontroliramo temperaturo. Izmerjene gostote zapišemo v tabelo.

Piknometer, opran in posušen v sušilniku ter ohlajen v eksikatorju, stehtamo na analizni tehnicki (m_1). Piknometer nato napolnimo z destilirano vodo, ki ima 20 °C, pazimo, da se na stenah ne pojavijo majhni zračni mehurčki in da piknometra z roko ne segregemo. Vstavimo zamašek, v katerem se napolni kapilara z raztopino, tako da na vrhu nastane kapljica, ki jo obrišemo s filtrirnim papirjem.

Piknometer postavimo v termostatsko kopel. Običajno je to vodna kopel ustrezne temperature (20 °C). Počakamo 20 minut, medtem kontroliramo temperaturo in volumen vzorca v piknometru. Piknometer vzamemo iz kopeli, obrišemo stene in preverimo nivo vzorca v kapilari. Piknometer stehtamo na analizni tehnicki (m_2).

Piknometer izpraznimo, splahnemo z raztopino, ki ji želimo izmeriti gostoto, in ga napolnimo. Termostatiramo ga v vodni kopeli pri 20 °C 20 minut. Dobro obrišemo stene piknometra in preverimo nivo v kapilari. Piknometer z vzorcem nato stehtamo (m_3). Iz meritev izračunamo gostoto raztopin pri 20 °C.

MERITVE IN RAČUN :

m₁ =

m₂ =

m₃ =

T = 20 °C

ρ_{dest. vode (20 °C)} = 0.9982 g/mL

$$\rho_{razt.} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \rho_{dest.vode} \left(\frac{g}{ml} \right)$$

REZULTAT:

raztopina	areometer	piknometer	temperatura

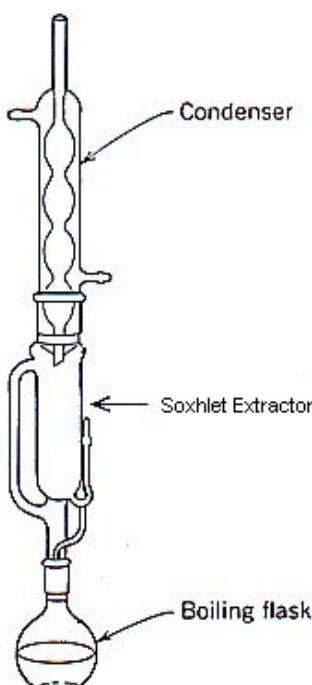
3.1.7. EKSTRAKCIJA TRDIH SNOVI IN TEKOČIN

Ekstrakcija je postopek, pri katerem iz trdih ali tekočih zmesi s topilom odstranjujemo – ekstrahiramo topne snovi, ki so v izbranem topilu topne. Kot topilo največkrat uporabljamo organska topila: kloroform, eter, trikloreten.

Ekstrakcija lahko poteka pri sobni temperaturi, pri čemer trdno snov dobro zdrobimo, dodamo topilo, pokrijemo, večkrat premešamo in pustimo določen čas stati. Po določenem času topilo prefiltriramo.

Kadar ekstrahiramo pri višji temperaturi, snov in topilo dalj časa segrevamo v bučki s povratnim hladilnikom (v Soxhletovem aparatu). Izberemo topilo, v katerem druge snovi niso ali pa so zelo malo topne. Po ekstrakciji topilo odparimo ali predestiliramo in preostanek stehiamo.

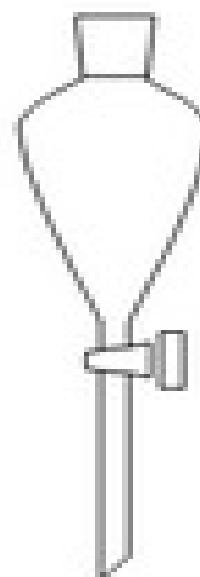
Če želimo iz tekočine izločiti določeno snov, izberemo topilo, ki ne topi drugih snovi in se s prvotno tekočino ne sme mešati. Ločimo ju tako, da izpustimo težjo tekočino. Tako ekstrakcijo delamo v liju ločniku.



slika 41: Soxhletov aparat

Sestava Soxhletovega aparata:

- bučke ekstrahirke
- ekstraktor, v katerem poteka ekstrakcija
- vodni hladilnik za kondenzacijo hlapov



slika 42: lij ločnik

Sestava lija ločnika:

- hruškast lj
- obrušen zamašek
- steklen ventilček

3.1.8. RAZTOPINE - PRIPRAVA RAZTOPIN

Raztopina je homogena mešanica, ki jo sestavlja dve ali več snovi - topilo in topljenec. Snov, ki se topi v topilu, imenujemo topljenec, snov v prebitku, v katerem se topi topljenec, pa je topilo.

Kot topilo za pripravo raztopin velikokrat uporabljamo vodo – tako dobimo vodne raztopine. V vodi kot topilu lahko raztapljamо trdne snovi, tekočine ali pline.

Za pripravo raztopin je pomembna tudi lastnost topljenca, to je topnost. Topnost je sposobnost neke snovi (topljenca), da se topi v določenem topilu. Odvisna je od vrste topila in temperature. Topljenec se razaplja v topilu, dokler ne nastane nasičena raztopina pri določeni temperaturi.

Nasičena raztopina vsebuje pri določeni temperaturi največjo možno količino topljenca v določeni količini topila.

3.1.9. PRIPRAVA RAZTOPIN Z MASNIM DELEŽEM - w

Raztopino sestavlja topilo (m_1) in topljenec (m_2).

Masni delež topljenca (W) izrazimo z naslednjo enačbo:

$$w = \frac{m_2}{m_2 + m_1}$$

w - masni delež topljenca (m_2) v raztopini

$(m_1 + m_2) = m$ (raztopine)

m_1 = masa topila

m_2 = masa topljenca

Masni delež topljenca (W) lahko izrazimo tudi v odstotkih z naslednjo enačbo:

$$w\% = \frac{m_2}{m_2 + m_1} 100\%$$

Primer:

Pripravimo 0.2 kg raztopine NaOH z masnim deležem 0.05. Izračunamo, koliko topljena in koliko topila moramo stehtati. Izračunamo tudi masni delež NaOH v odstotkih.

$$w_{(NaOH)} = 0.05$$

$$m_{(raztopine)} = 0.2 \text{ kg}$$

$$m_{(NaOH)} =$$

$$m_{(vode)} =$$

$$w\%_{(NaOH)} =$$

$$w_{(NaOH)} = \frac{m_{(NaOH)}}{m_{(razt.)}}$$

$$m(NaOH) = w(NaOH) m(razt.)$$

$$m(NaOH) = 0.05 * 0.2 \text{ kg}$$

$$m(NaOH) = 0.01 \text{ kg}$$

$$m(vode) = m(raztopine) - m(NaOH)$$

$$m(vode) = 0.2 \text{ kg} - 0.01 \text{ kg} = 0.19 \text{ kg}$$

$$w\%(NaOH) = w(NaOH) * 100\%$$

$$w\%(NaOH) = 0.05 * 100\% = 5\%$$

6. vaja: PRIPRAVA RAZTOPINE CuSO₄ Z MASNIM DELEŽEM 0.02

OSNOVA VAJE:

Izračunamo maso topljenca, ki ga stehtamo in damo v čašo, ter do mase 80 g raztopine stehtamo destilirano vodo.

PRIBOR:

- precizna tehnicna
- čaša 250 ml
- CuSO₄* 5H₂O
- destilirana voda

DELO:

Prpravimo 80 g raztopine CuSO₄ z masnim deležem w = 0.02. Najprej izračunamo, koliko CuSO₄* 5H₂O potrebujemo za pripravo raztopine, nato izračunamo maso, jo stehtamo ter damo v čašo. Izračunamo, koliko vode moramo dodati, da bo masa raztopine 80 g.

MERITVE IN RAČUN:

$$m(\text{raztop.}) = 80 \text{ g}$$

$$M(\text{Cu}) = 63.5 \text{ g/mol}$$

$$\underline{w(\text{CuSO}_4) = 0.02 = (2\%)}$$

$$M(\text{S}) = 32 \text{ g/mol}$$

$$m(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) =$$

$$\underline{M(\text{O}) = 16 \text{ g/mol}}$$

$$m(\text{H}_2\text{O}) =$$

$$M(\text{CuSO}_4) = 159.5 \text{ g/mol}$$

$$M(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 249 \text{ g/mol}$$

REZULTAT:

Masa CuSO₄* 5H₂O je _____.

Masa H₂O je _____.

3.1.10. MEŠANJE IN REDČENJE RAZTOPIN

Primer:

Zmešamo 200 g 5 %-ne raztopine in 350 g 8 %-ne raztopine NaCl.
Koliko %-na je nova raztopina?

$$\boxed{200 \text{ g}} \quad + \quad \boxed{350 \text{ g}} \quad = \quad \boxed{550 \text{ g}} \\ w \quad 5 \% \qquad \qquad w \quad 8 \% \qquad \qquad w \quad ?$$

$$m_1 + m_2 = m_3$$

$$m_1 w_1 + m_2 w_2 = m_3 w_3$$

$$w_3 = \frac{m_1 w_1 + m_2 w_2}{m_3} = \frac{200 \text{ g } 5 \% + 350 \text{ g } 8 \%}{550 \text{ g}} = \frac{3800 \text{ g \%}}{550 \text{ g}} = 6.9 \%$$

V posodi imamo 150 g 10 %-ne raztopine NaCl. Dodamo 15 g čistega NaCl in izračunamo masni delež NaCl v novo nastali raztopini.

$$\boxed{150 \text{ g}} \quad \rightarrow \quad \boxed{15 \text{ g}} \quad = \quad \boxed{165 \text{ g}} \\ 10 \% \quad \leftarrow \quad \text{NaCl} \qquad \qquad \qquad w \quad ?$$

$$m_1 w_1 + m_2 = m_3 w_3$$

$$w_3 = \frac{m_1 w_1 + m_2}{m_3} = \frac{150 \text{ g } 10 \% + 15 \text{ g}}{165 \text{ g}} = 9.18 \%$$

V posodi imamo 300 g raztopine z masnim deležem 10 % NaCl. Raztopini dodamo 100 g topila H₂O.

Izračunamo, za koliko se je zmanjšal masni delež nove raztopine.

$$\boxed{300 \text{ g}} \quad \rightarrow \quad \boxed{100 \text{ g}} \quad = \quad \boxed{400 \text{ g}} \\ 10 \% \quad \leftarrow \quad \text{H}_2\text{O} \qquad \qquad \qquad w \quad ?$$

$$m_1 w_1 = m_2 w_2$$

$$w_2 = \frac{m_1 w_1}{m_2} = \frac{300 \text{ g } 10 \%}{400 \text{ g}} = 7.5 \%$$

Napravimo naloge

- 1. naloga:** Pripravimo 0.2 kg raztopine KCl z masnim deležem 0.04.
Izračunajmo, koliko g topljenca in koliko g topila moramo stehtati.
- 2. naloga:** V 3000 g raztopine imamo 60 g topljenca CaCO₃.
Izračunajmo masni delež topljenca CaCO₃.
- 3. naloga:** 18 g natrijevega klorida (NaCl) raztopimo v 170 g vode.
Izračunamo maso raztopine in masni delež NaCl v raztopini.
- 4. naloga:** Kolikšno maso 8.00 %-ne raztopine sladkorja lahko dobimo, če 120 g sladkorja ustrezno razredčimo z vodo? Koliko vode moramo dodati?
- 5. naloga:** Koliko gramov sladkorja in koliko gramov vode potrebujemo za pripravo 500 g 6.00 %-ne raztopine sladkorja?
- 6. naloga:** Kolikšno maso vode moramo doliti 11.8 g natrijevega hidroksida (NaOH), da bi dobili 12.7 %-no raztopino NaOH?
Kolikšna je masa nastale raztopine?
- 7. naloga:** Koliko gramov soli moramo raztopiti v 230 g vode, da bi dobili 8.00 %-ne raztopino te soli? Kolikšna je masa nastale raztopine?
- 8. naloga:** Dopolnimo preglednico z manjkajočimi podatki za navedenih dvanajst raztopin.

Oznaka raztopine	Masa topljenca	Masa topila	Masa raztopine	Masni delež topljenca
A	20 g	80 g		
B	12 g	63 g		
C	10 g		50 g	
Č	20 g		80 g	
D		60 g	100 g	
E		45 g	60 g	
F	30 g			0.20
G	11 g			0.22
H			40 g	0.30
I			20 g	0.40
J		37 g		0.26
K		16 g		0.36

- 9. naloga:** Topnost kalijevega nitrata (KNO₃) pri 40 °C je 64 g v 100 g vode.
Kolikšen je masni delež topljenca, če raztopimo 128 g KNO₃ v 200 g vode?
- 10. naloga:** Kolikšno maso raztopine z masnim deležem 3.0 % lahko pripravimo iz 45.0 g KNO₃?

11. naloga: Kolikšno maso amonijevega klorida in koliko vode potrebujemo za 2.83 l raztopine z masnim deležem 14.0 %-ov? Gostota raztopine je 1.04 g/ml.

12. naloga: Kolikšno maso raztopine kalijevega hidroksida (KOH) z masnim deležem 8.5 % lahko pripravimo iz 125 g kalijevega hidroksida?

13. naloga: Kolikšno maso natrijevega hidroksida (NaOH) in kolikšen volumen vode potrebujemo za 350 ml raztopine z masnim deležem NaOH 40.0 %. Gostota raztopine je 1.43 g/ml.

14. naloga: Kolikšno maso barijevega klorida dihidrata ($\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$) moramo stehtati za 0.500 kg raztopine z masnim deležem BaCl_2 10.0 %?

15. naloga: Kolikšno maso natrijevega tetraborata dekahidrata ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$) potrebujemo za 2.0 kg raztopine z masnim deležem $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 5.0 %?

16. naloga: Kolikšno maso bakrovega sulfata pentahidrata ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) in koliko litrov vode potrebujemo za 5.0 l raztopine CuSO_4 z masnim deležem 10.0 %? Gostota raztopine je 1.10 g/ml.

17. naloga: Kolikšno maso nikljevega sulfata heptahidrata ($\text{NiSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$) in kolikšno maso vode potrebujemo za 8.23 m^3 raztopine z masnim deležem NiSO_4 16.8 %? Gostota raztopine je 1.19 g/ml.

18. naloga: Kolikšno maso železovega sulfata heptahidrata ($\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$) z masnim deležem primesi 25 % in kolikšno maso vode potrebujemo za pripravo 1.50 l raztopine z masnim deležem FeSO_4 20.0 %? Gostota raztopine je 1.48 kg/l.

19. naloga: Kolikšno maso raztopine z masnim deležem MnSO_4 30.0 % dobimo iz 200 kg $\text{MnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$?

20. naloga: 10 g bakrovega sulfata pentahidrata ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) raztopimo v 100 g vode. Kolikšen je masni delež CuSO_4 v raztopini?

21. naloga: Kolikšen volumen raztopine amoniaka z masnim deležem NH_3 25.0 % in z gostoto 0.91 g/ml moramo odmeriti za 250 g raztopine z masnim deležem 5.0 %?

3.1.11. PRIPRAVA RAZTOPIN Z MASNO IN MNOŽINSKO KONCENTRACIJO

Koncentracija je fizikalna količina, s katero izražamo maso ali množino topljenca v celotni prostornini raztopine.

Koncentracije so veličine, ki prikazujejo količino (maso, množino, volumen) ene komponente v razmerju z volumnom zmesi oziroma raztopine.

Masna koncentracija (g/l) je masa topljenca (m₂) na enoto prostornine raztopine. Je razmerje med maso topljenca (m₂) in volumnom raztopine (zmesi).

Masno koncentracijo (g) izrazimo z enačbo:

$$\gamma_2 = \frac{m_2}{V}$$

m₂ - masa topljenca (g)
 γ_2 - masna koncentracija (g/l)
V - volumen raztopine ali zmesi (l)

Masna koncentracija pomeni maso topljenca v določeni enoti volumna raztopine.

Enote: g/l, mg/l, kg/m³

Masna koncentracija in gostota raztopine sta povezani z masnim deležem:

$$\gamma = w \cdot \rho$$

γ = masna koncentracija topljenca (g/l)
w = masni delež topljenca
 ρ = gostota raztopine (g/ml)

Primer:

1. Kolikšno maso NaNO₃ moramo stehtati za pripravo 50,0 ml raztopine z masno koncentracijo NaNO₃ je 34 mg/ml?

$$V(\text{razt.}) = 50,0 \text{ ml}$$

$$\gamma(\text{razt.}) = 34,0 \text{ mg/ml} = 0,034 \text{ g/ml}$$

$$m \text{ NaNO}_3 =$$

$$\gamma(\text{razt.}) = \frac{m \text{ NaNO}_3}{V_{\text{razt.}}}$$

$$m(\text{NaNO}_3) = \gamma(\text{razt.}) V(\text{razt.})$$

$$m(\text{NaNO}_3) = 50,0 \text{ ml} \cdot 0,034 \text{ g/ml} = 1,7 \text{ g}$$

$$\gamma (\text{razt.}) = \frac{m \text{ NaNO}_3}{V_{\text{razt}}}$$

Množinska koncentracija (mol/l) ali molarnost je razmerje med množino topljenca in volumnom raztopine. Pove nam, kakšna je množina topljenca v določeni volumski enoti vzorca.

Množinsko koncentracijo (c) izrazimo z enačbo:

$$c = \frac{n_2}{V}$$

n₂ – množina topljenca (mol)
c - množinska koncentracija (mol/l)
V – volumen raztopine (l)

Število molov topljenca (n₂) izrazimo z enačbo:

$$n_2 = \frac{m_2}{M_2}$$

m₂ – masa topljenca (g)
n₂ – množina topljenca (mol)
M₂ – molska masa topljenca (g/mol)

$$c (\text{topljenca}) = \frac{w (\text{topljenca}) \rho (\text{raztopine})}{M (\text{topljenca})} = \frac{\gamma (\text{topljenca})}{M (\text{topljenca})}$$

Primer:

Pripravimo 250 ml raztopine NaOH z množinsko koncentracijo 0.5 mol/l.

M (NaOH) = 40 g/mol

V (NaOH,aq) = 250 ml = 0.250 l

c (NaOH) = 0.5 mol/l

M (NaOH) = 40 g/mol

$$\begin{aligned} n (\text{NaOH}) &= V (\text{NaOH}, \text{aq}) \cdot c (\text{NaOH}) \\ n (\text{NaOH}) &= 0.25 \text{ L} \cdot 0.5 \text{ mol/L} = 0.125 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$n (\text{NaOH}) = \frac{m (\text{NaOH})}{M (\text{NaOH})}$$

$$m (\text{NaOH}) = n (\text{NaOH}) \cdot M (\text{NaOH})$$

$$m (\text{NaOH}) = 0.125 \text{ mol} \cdot 40 \text{ g/mol} = 5 \text{ g}$$

REZULTAT:

Za pripravo 250 ml raztopine NaOH z množinsko koncentracijo 0.5 mol/l stehtamo 5 g NaOH.

7. vaja: PRIPRAVA 0.1 MOLARNE RAZTOPINE HCl

OSNOVA VAJE:

Molarne raztopine pripravljamo v merilnih bučkah. Opozorilo: vode nikoli ne dodajamo v kislino, temveč kislino previdno dodajamo vodi. Po potrebi lahko pri pripravi raztopin (H_2SO_4) hladimo merilno bučko.

NALOGA:

Pripravimo 250 ml raztopine HCl z množinsko koncentracijo 0.10 mol/l.

Izračunamo množino topljenca in volumen koncentrirane HCl, ki ga potrebujemo za pripravo raztopine.

PRIBOR:

- 250 ml merilna bučka
- merilna pipeta
- konc. HCl
- destilirana voda

DELO:

Izračunamo volumen koncentrirane HCl, ki ga potrebujemo za pripravo raztopine. 250 ml-sko merilno bučko dopolnimo do 1/3 z destilirano vodo. Z merilno pipeto odmerimo izračunan volumen koncentrirane HCl in jo prelijemo v bučko. Slednjo dopolnimo z destilirano vodo do oznake. Dobro pretesemo in prelijemo pripravljeno raztopino v reagenčno steklenico.

MERITVE IN RAČUN:

$$M(HCl) = 36.5 \text{ g/mol} \quad 1) \quad c(HCl) = \frac{n(HCl)}{V(HCl)} \quad n_{(HCl)} = V_{(HCl)} \cdot c_{(HCl)}$$

$$c(HCl) = 0.10 \text{ mol/l}$$

$$V(HCl) = 250 \text{ ml}$$

$$\rho(HCl) = 1.18 \text{ g/ml} \quad 2) \quad n(HCl) = \frac{m(HCl)}{M(HCl)} \quad m_{(HCl)} = n_{(HCl)} \cdot M_{(HCl)}$$

$$w(HCl) = 36\% = 0.36$$

$$3) \quad w(HCl) = \frac{m(HCl)}{m(\text{razt.})} \quad m(\text{razt.}) \frac{m(HCl)}{w(HCl)}$$

$$\frac{m(HCl)}{m(\text{razt.})}$$

$$4) \quad \rho(HCl) \quad V(\text{razt.}) = \frac{m(\text{razt.})}{\rho(HCl)}$$

REZULTAT:

Za pripravo 250 ml 0.1 molarne raztopine HCl potrebujemo _____ ml koncentrirane kisline.

Primer:

Pripravimo 1.0 l raztopine H_2SO_4 z množinsko koncentracijo 0.10 mol/l
 $(M(\text{H}_2\text{SO}_4) = 98.08 \text{ g/mol}, W(\text{H}_2\text{SO}_4) = 96\%, r = 1.84 \text{ kg/l})$.
Izračunamo množino H_2SO_4 in volumen H_2SO_4 .

$$V(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1.0 \text{ l}$$

$$M(\text{H}_2\text{SO}_4) = 98.08 \text{ g/mol}$$

$$w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 96\% = 0.96$$

$$\rho(\text{H}_2\text{SO}_4, \text{konc.}) = 1.84 \text{ g/ml}$$

$$\underline{c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.10 \text{ mol/l}}$$

$$n(\text{H}_2\text{SO}_4) = ?$$

$$V(\text{H}_2\text{SO}_4, \text{aq}) = ?$$

$$n(\text{H}_2\text{SO}_4) = V(\text{H}_2\text{SO}_4) \cdot c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1.0 \text{ L} \cdot 0.10 \text{ mol/L} = 0.10 \text{ mol}$$

$$n(\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{m(\text{H}_2\text{SO}_4)}{M(\text{H}_2\text{SO}_4)}$$

$$m(\text{H}_2\text{SO}_4) = n(\text{H}_2\text{SO}_4) \cdot M(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.10 \text{ mol} \cdot 98.08 \text{ g/mol} = 9.8 \text{ g}$$

$$W(\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{m(\text{H}_2\text{SO}_4)}{m(\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ aq})}$$

$$m(\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ aq}) = \frac{m(\text{H}_2\text{SO}_4)}{w(\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ aq})} = \frac{9,8 \text{ g}}{0,96} = 10.2 \text{ g}$$

$$\rho(\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ aq}) = \frac{m(\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ aq})}{V(\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ aq})}$$

$$V(\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ aq}) = \frac{m(\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ aq})}{\rho(\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ aq})} = \frac{10,2 \text{ g}}{1,84 \text{ g}} = 5.5 \text{ mL}$$

REZULTAT:

Za pripravo 1.0 l raztopine H_2SO_4 z množinsko koncentracijo 0.10 mol/l odmerimo 5.5 ml raztopine H_2SO_4 .

Napravimo naloge

1. naloga: V 750 ml raztopine je raztopljeno 30.3 g kalijevega klorida (KCl).

Izračunajmo množinsko in masno koncentracijo KCl.

2. naloga: Izračunajmo maso raztopine kalijevega nitrata (V) (KNO_3) v 500 ml raztopine s koncentracijo KNO_3 0.150 mol/l.

Izračunajmo tudi masno koncentracijo KNO_3 v tej raztopini.

3. naloga: V 200 ml raztopine je 0.0500 mol natrijevega hidroksida (NaOH).

Izračunajmo maso raztopljenega NaOH ter množinsko in masno koncentracijo NaOH v raztopini.

4. naloga: V 0.50 dm^3 0.20 M raztopine neke snovi je raztopljeno 4.0 g te snovi (topljenca). Kolikšna je molska masa te snovi? Izračunajmo tudi masno koncentracijo te snovi.

5. naloga: Fiziološka raztopina, ki se uporablja v medicini, vsebuje natrijev klorid (NaCl) z množinsko koncentracijo 0.154 mol/l. Koliko gramov NaCl se nahaja v 500 ml take raztopine? Kolikšna je masna koncentracija NaCl?

6. naloga: Masno razmerje srebra in zlata v zlitini je 4 : 1
Kolikšna masa zlata je v 1.000 g zlitine?

7. naloga: Koliko litrov koncentrirane dušikove kisline in koliko litrov vode moramo zmešati, da pripravimo 1.00 l raztopine v volumskem razmerju
 $\psi(\text{HNO}_3)/\text{H}_2\text{O} = 1 : 3$

8. naloga: Dopolnimo preglednico z ustreznimi vrednostmi različnih raztopin.
(N/P) = ni podatka

Formula topljenca	Masa topljenca	Molska masa topljenca	Množina topljenca	Prostornina raztopine	Množinska koncentracija topljenca	Masna koncentracija topljenca
NaCl	1.50 g			100 ml		
KCl			0.12 mol	500 ml		
NaOH	10.0 g				0.55 mol/l	
KOH			0.11 mol		0.13 mol/l	
KNO_3	15.0 g					45.0 g/l
NaNO_3			0.15 mol			50.0 g/l
NaBr				200 ml	0.12 mol/l	
KBr				250 ml		60.0 g/l
N/P	1.53 g			300 ml	0.15 mol/l	
N/P				400 ml	0.25 mol/l	45.0 g/l
N/P				450 ml	0.231 mol/l	30.0 g/l

9. naloga: Raztopina glukoze, ki jo v medicini uporabljajo za infuzijo, vsebuje glukozo ($C_6H_{12}O_6$) z masno koncentracijo 50.0 g/l. Koliko gramov glukoze je raztopljeno v 500 ml raztopine? Kakšna je množinska koncentracija glukoze?

10. primer: Kolikšno maso natrijevega sulfata (Na_2SO_4) moramo stehtati za 500 ml raztopine z masno koncentracijo 10.0 mg SO_4^{2-} /ml?

11. primer: Kolikšno maso amonijevega klorida (NH_4Cl) potrebujemo za pripravo 185 ml raztopine s koncentracijo 0.045 mol/l NH_4Cl ?

12. primer: Kolikšno maso $NaOH$ potrebujemo za 250 ml raztopine s koncentracijo 0.1 mol/l? $M(NaOH) = 40 \text{ g/mol}$

13. primer: Kakšna bo koncentracija raztopine $KMnO_4$, če smo za 500 ml raztopine stehtali 3.16 g $KMnO_4$? $M(KMnO_4) = 158 \text{ g/mol}$

14. primer: Kolikšen volumen raztopine $NaOH$ s koncentracijo 0.1 mol/l lahko pripravimo iz 50 g $NaOH$? $M(NaOH) = 40 \text{ g/mol}$

15. primer: Kolikšen volumen raztopine $KMnO_4$ s koncentracijo 0.02 mol/l potrebujemo, če stehtamo 790 mg $KMnO_4$? $M(KMnO_4) = 158 \text{ g/mol}$

16. primer: Kolikšen volumen HCl z masnim deležem 34% in gostoto 1.17 g/ml moramo odmeriti za 5 L raztopine s koncentracijo 0.1 mol/L?
 $M(HCl) = 36.5 \text{ g/mol}$

17. primer: Kolikšen volumen H_2SO_4 z masnim deležem 93 % in gostoto 1.84 g/ml potrebujemo za 500 ml raztopine s koncentracijo 0.1 mol/L?
 $M(H_2SO_4) = 98 \text{ g/mol}$

4. VOLUMETRIČNE ANALIZE

Obstajajo 4 vrste volumetričnih analiz:

- nevtralizacijska titracija
- obarjalna titracija
- oksidacijsko-reduksijska titracija
- kompleksometrična titracija

Nevtralizacijska titracija se imenuje zato, ker pride do nevtralizacije med sestavino vzorca, ki jo določamo, in reagentom, s katerim vzorec titriramo. Z nevtralizacijsko titracijo določamo količino kislino ali baze v vzorcu. Med vzorcem (kislino ali bazo) in reagentom (bazo ali kislino) bo potekla nevtralizacija, nastala bo sol.

Obarjalna titracija je dobila ime po oborini, ki nastane, ko reagirata sestavina vzorca, ki ji določamo količino, in reagent, s katerim vzorec titriramo. Oborina se izloči kot produkt reakcije med vzorcem in reagentom.

Oksidacijsko-reduksijska titracija je dobila ime, ker med titracijo potekata oksidacija in redukcija. Če je sestavina vzorca, ki jo določamo, oksidant, bo med titracijo potekala reakcija, v kateri bo sprejela elektron in reducirala. Elektron, ki ga je sprejel oksidant (v našem primeru sestavina vzorca), je morala oddati neka druga snov, ki je reducent. V našem primeru mora biti raztopina, s katero titriramo, reducent, da lahko oddaja elektrone, ki jih bo spremljala sestavina vzorca- oksidant. Če je sestavina vzorca, ki ji določamo količino, reducent, mora biti reagent, s katerim titriramo, oksidant, da lahko potekata oksidacija in redukcija.

Kompleksometrična titracija se imenujejo zato, ker je produkt reakcije, ki poteka med sestavo vzorca in reagentom, kompleksna spojina ali barvni kompleks.

STANDARDNE RAZTOPINE

To so raztopine reagentov. So raztopine, pri katerih poznamo natančno koncentracijo. Pripravljamo jih iz čistih spojin (NaOH , KOH , KMnO_4) in iz spojin, ki niso popolnoma čiste (36 % HCl , 98 % H_2SO_4). Lahko jih pripravimo z razredčevanjem koncentriranih raztopin, pri katerih koncentracija ni natančno znana.

Standardizacija je določevanje natančne koncentracije raztopine s pomočjo titracije. Standardiziramo v več ponovitvah in izračunamo aritmetično sredino porabe reagenta ali aritmetično sredino izračunanih koncentracij več ponovitev. Rezultat standardne raztopine zapišemo s štirimi decimalkami.

INDIKATORJI

Končno ali ekvivalentno točko titracije ugotavljamo z indikatorji.

Indikatorji pri nevtralizacijskih titracijah

Uporabljamo indikatorje, ki v končni ali akvivalentni točki spremenijo barvo celotne raztopine. Končna točka titracije na pH skali je odvisna od vrste, lastnosti in koncentracije titrnega vzorca, ki ga določamo.

Če titriramo močno kislino z močno bazo, je ekvivalentna točka v nevtralnem pH območju.

Če titriramo šibko kislino z močno bazo, je ekvivalentna točka v alkalnem mediju.

Če titriramo šibko bazo z močno kislino, je ekvivalentna točka v kislem mediju.

Indikatorji pri obarjalnih titracijah

Končna točka titracije priobarjalnih titracijah ni odvisna od pH vrednosti raztopine – nastanek druge oborine pri titraciji kloridnih ionov, kjer za indikator uporabljamo K_2CrO_4 . Do ekvivalentne točke se obarjajo tako srebrovi kot kloridni ioni in bela sirasta oborina ($AgCl$). Ko v raztopini ni več kloridnih ionov, reagirajo kromatni ioni s srebrovimi ioni v pribitku in nastane oborina srebovega kromata (Ag_2CrO_4) kot rdeče rjava oborina.

Indikatorji pri oksidacijsko-reduksijskih titracijah

Uporabljamo raztopine in indikatorje, ki imajo eno barvo v oksidativni obliki in drugo barvo v reducirni obliki.

$KMnO_4$ je raztopina, ki je močen oksidant, zato za določitev končne točke titracije ne dodamo indikatorja. Ko reagirajo vsi moli reducenta v vzorcu, pribitek $KMnO_4$ obarva raztopino rožnato.

Škrob kot indikator uporabljamo pri titraciji raztopin joda, kjer nastane modro obarvana raztopina. Za določanje količin oksidativnih sestavin vzorca uporabljamo za titracijo natrijev tiosulfat (Na_2SO_4), ki je reducent.

Indikatorji pri kompleksometričnih titracijah

Končno točko titracije določamo z indikatorji, ki so organske spojine in reagirajo s kovinskimi ioni v obarvane raztopine (kelate). Kelati so obstojne kompleksne spojine, ki nastanejo pri reakciji kovinskih ionov in organskih spojin. Indikatorji so slabo obstojni v raztopini, zato jih uporabljamo v trdni obliki kot zmes z $NaCl$.

Eriokrom črno T je indikator, ki pri določitvi trdote vode obarva kovinske ione Ca in Mg v bazičnem mediju in tvori barvni kompleks v končni točki titracije.

Mureksid je indikator, ki v vzorcu vode reagira s kalcijivimi ioni in tvori barvni kompleks v končni točki titracije.

4.1. TITRACIJA

Titracija je postopek, pri katerem znani prostornini vzorca, katerega koncentracije ne poznamo, po kapljicah dodajamo reagent znane koncentracije (standardno raztopino) toliko časa, dokler ne dosežemo ekvivalentne točke ali končne točke titracije. To je točka, v kateri je množina dodane standardne raztopine ekvivalentna množini snovi v vzorcu, s katero reagira. Konec reakcije zaznamo z indikatorji ali s spremembo barve raztopine - motnostjo, kosmičavostjo ...

Bireta je graduirana steklena cev z izlivom, na kateri so označeni volumni v ml in desetinkah ml. Bireto vpnemo na stojalo navpično (vzporedno s stojalom). Višina izliva birete naj bo 2 cm nad erlenmajerico. Na delovno površino pod bireto položimo bel papir zaradi lažjega določanja spremembe barve v končni točki titracije.

Ravnanje z bireto in titracija:

- čisto bireto vpnemo s prižemami vzporedno na stojalo,
- bireto speremo s standardno raztopino, s katero bomo titrirali,
- raztopino za izpiranje (odpadno raztopino) izpustimo iz birete v čašo tako, da v izlivnem delu birete ostane malo raztopine,
- bireto napolnimo s standardno raztopino in nastavimo ničišče,
- na delovno površino pod bireto položimo bel list papirja, da se vidi preskok indikatorja v ekvivalentni točki,
- erlenmajerico med titracijo držimo za vrat in jo rahlo vrtimo (raztopino mešamo),
- raztopino iz birete počasi po kapljicah dodajamo v erlenmajerico med stalnim vrtenjem in mešanjem raztopine v erlenmajerici,
- s titracijo prenehamo, ko nam prva pribitna kapljica standardne raztopine spremeni barvo indikatorja v raztopini (končna ali ekvivalentna točka),
- odčitamo volumen porabljene standardne raztopine,
- zaradi natančnosti analize naredimo vsaj dva vzporedna poizkusa in izračunamo srednjo vrednost porabe,
- po končani titraciji raztopino iz birete spustimo v reagenčno steklenico, bireto dobro speremo z vodo, nato z destilirano vodo in jo pospravimo,
- pri obarjalnih titracijah bireto najprej speremo z vodo, nato z raztopino NaCl in na koncu še dobro z destilirano vodo,
- pri oksidacijsko-reduksijskih titracijah, ko imamo standardno raztopino KMnO₄, bireto speremo z vodo, nato z oksalno raztopino in na koncu še dobro z destilirano vodo.

4.1.1. NEVTRALIZACIJSKA TITRACIJA

Je volumetrična analiza, ki jo pogosto uporabljamo pri analizni kemiji in analizi živil. Osnova nevtralizacijske titracije je reakcija, ki poteka med kislino in bazo. Reakcija poteka med sestavino vzorca, ki ji določamo količino, in reagentom.

Množino kisle ali bazične sestavine vzorca določamo tako, da vzorec titriramo s standardno raztopino točno določene koncentracije (standardna raztopina).

Med titracijo reagent in sestavina vzorca reagirata in se nevtralizirata. pH-vrednost vzorca se tako med titracijo spreminja. Ekvivalentna točka titracije je odvisna od moči kisline in baze, med katerimi poteka nevtralizacija.

Nevtralizacijska titracija poteka toliko časa, dokler niso vse molekule sestavine vzorca reagirale z vsemi molekulami reagenta (standardne raztopine), ki smo ga z bireto dodali v vzorec. V končni ali ekvivalentni točki titracije v vzorcu ni nobene molekule sestavine, ki ji določamo količino, ki ne bi reagirala in se nevtralizirala. Sestavine vzorca so tako nevtralne. Za lažjo določitev končne ali ekvivalentne točke titracije si pomagamo z indikatorji.

Ker poznamo natančno koncentracijo raztopine reagenta (standardna raztopina) in iz birete odčitamo volumen porabljene standardne raztopine za nevtralizacijo vzorca, lahko izračunamo število molov, ki so sodelovali v reakciji.

$$n(\text{stand.razt.}) = V(\text{stand.razt.}) \cdot c(\text{stand.razt.})$$

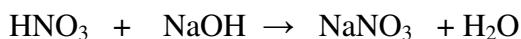
Poznamo tudi kemijsko reakcijo, ki je potekala med sestavino vzorca in reagentom (standardno raztopino). Iz te kemijske reakcije lahko določimo množinsko razmerje med reagentom in sestavino vzorca. Iz množinskega razmerja, sodelujočega v nevtralizaciji, lahko določimo število molov sestavine vzorca.

Ker poznamo volumen vzorca in množino sestave vzorca, lahko izračunamo množinsko ali masno koncentracijo sestavine vzorca.

Primer:

Odpipetiramo 25 ml vzorca HNO_3 v erlenmajerico in ga titriramo z 0.25 mol/l raztopine NaOH . Volumen porabe NaOH za nevtralizacijo vzorca je 26.7 ml.

Izračunamo množinsko koncentracijo HNO_3 v vzorcu.



$$\begin{array}{rcl} V(\text{vzorca NaNO}_3) & = & 25 \text{ ml} = 0.025 \text{ l} \\ V(\text{NaOH}) & = & 26.7 \text{ ml} = 0.0267 \text{ l} \\ \underline{c(\text{NaOH})} & = & \underline{0.25 \text{ mol/l}} \\ c(\text{HNO}_3) & = & 0.1335 \text{ mol/l} \end{array}$$

Množinsko razmerje: $n(\text{NaOH}) : n(\text{HNO}_3) = 1 : 1$ $n(\text{NaOH}) = n(\text{HNO}_3)$

$$n(\text{NaOH}) = c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH})$$

$$n(\text{NaOH}) = 0.25 \text{ mol/l} \cdot 0.0267 \text{ l} = 0.006675 \text{ mol}$$

$$c(\text{HNO}_3) = \frac{n(\text{HNO}_3)}{V(\text{vzorca(HNO}_3))} = \frac{0.006675 \text{ mol}}{0.05 \text{ l}} = 0.1335 \text{ mol/l}$$

8. vaja: PRIPRAVA IN STANDARDIZACIJA 0.1 MOLARNE HCl

OSNOVA VAJE:

Natančno molarno koncentracijo določimo s standardizacijo. Standardizacija je postopek, s katerim določimo natančno koncentracijo standardne raztopine.

HCl standardiziramo z Na_2CO_3 , ki smo ga predhodno sušili pri $270 - 300^\circ \text{C}$.

Za standardizacijo kisline HCl stehtamo točno določeno maso Na_2CO_3 , ga raztopimo v vodi in raztopino titriramo s HCl in indikatorjem metil oranž. Iz podatkov o masi Na_2CO_3 in porabi HCl za nevtralizacijo izračunamo natančno koncentracijo kisline v mol/l s 4 decimalkami natančno.

REAKCIJA:



$$\frac{n(\text{HCl})}{n(\text{Na}_2\text{CO}_3)} = \frac{2}{1} \text{ molsko razmerje}$$

PRIBOR:

- pipeta
- 250 ml merilna bučka
- tehtič
- analizna tehnica
- erlenmajerica
- bireta, stojalo in prižeme
- lij za bireto
- čaša

REAGENTI:

- 0.1 mol/l razt. HCl
- Na_2CO_3
- indikator metil oranž

DELO:

Izračunamo volumen koncentracije HCl, ki jo potrebujemo za pripravo raztopine HCl 0.1 mol/l. Merilno bučko dopolnimo do 1/3 z destilirano vodo. V digestoriju z merilno pipeto odpipetiramo izračunan volumen, prenesemo v merilno bučko in jo dopolnimo z destilirano vodo do oznake.

V tehtiču na analizni tehnici stehtamo 80–100 mg Na_2CO_3 in ga kvantitativno prenesemo v erlenmajerico. Dodamo do ozname 100 ml destilirane vode in 2–3 kapljice indikatorja metil oranž. Titriramo z raztopino HCl do preskoka barve iz rumene v roza oranžno (čebulno) barvo. Odčitamo porabo raztopine HCl v ml in izračunamo natančno koncentracijo. Iz meritev izračunamo aritmetično sredino (povprečno vrednost) in jo napišemo na etiketo, ki jo nalepimo na reagenčno steklenico.

MERITVE IN RAČUN:

$$\begin{aligned}c(\text{HCl}) &= 0.1 \text{ mol/l} \\M(\text{HCl}) &= 36.5 \text{ g/mol} \\\rho(\text{HCl}) &= 1.18 \text{ g/ml} \\w(\text{HCl}) &= 37\% \\V(\text{razt.}) &= 2.07 \text{ ml}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}c(\text{HCl}) &= \frac{n(\text{HCl})}{V(\text{HCl})} & n_{(\text{HCl})} &= V_{(\text{HCl})} \cdot c_{(\text{HCl})} \\n(\text{HCl}) &= \frac{m(\text{HCl})}{M(\text{HCl})} & m_{(\text{HCl})} &= n_{(\text{HCl})} \cdot M_{(\text{HCl})} \\w(\text{HCl}) &= \frac{m(\text{HCl})}{m(\text{razt.})} & m(\text{razt.}) &= \frac{m(\text{HCl})}{w(\text{HCl})}\end{aligned}$$

$$V(\text{razt.}) = \frac{m(\text{razt.})}{\rho(\text{HCl})} \frac{m(\text{razt.})}{\rho(\text{HCl})}$$

$$\begin{aligned}M(\text{Na}_2\text{CO}_3) &= 106 \text{ g/mol} \\m(\text{Na}_2\text{CO}_3) &= \underline{\hspace{2cm}} \text{ g} \\V(\text{HCl}) &= \underline{\hspace{2cm}} \text{ ml} \\c(\text{HCl}) &= \underline{\hspace{2cm}}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}n(\text{Na}_2\text{CO}_3) &= \frac{m(\text{Na}_2\text{CO}_3)}{M(\text{Na}_2\text{CO}_3)} \\n(\text{HCl}) &= V(\text{HCl}) \cdot c(\text{HCl})\end{aligned}$$

$$n(\text{HCl}) = 2 \cdot n(\text{Na}_2\text{CO}_3)$$

$$c(\text{HCl}) = 2 \frac{m(\text{Na}_2\text{CO}_3)}{M(\text{Na}_2\text{CO}_3)V(\text{HCl})}$$

REZULTAT:

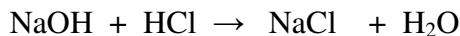
Natančna koncentracija standardne raztopine HCl je _____.

9. vaja: PRIPRAVA IN STANDARDIZACIJA 0.1 MOLARNE RAZTOPINE NaOH

OSNOVA VAJE:

Raztopini NaOH določimo natančno koncentracijo s standardno raztopino HCl natančno znane koncentracije. Pripravi 0.250 l raztopine NaOH z množinsko koncentracijo 0.10 mol/l. Izračunamo maso topljenca in natančno koncentracijo raztopine NaOH z aritmetično sredino meritev.

REAKCIJA:



PRIBOR:

- analizna tehtnica
- tehtič
- 250 ml-ska meritna bučka
- bireta, stojalo in prižeme
- lij za bireto
- čaša

REAGENTI:

- NaOH
- 0.1 molarna raztopine HCl
- destilirana voda
- indikator metil oranž

DELO:

V tehtiču na analizni tehtnici stehtamo izračunano maso NaOH, dodamo malo vode in kvantitativno prenesemo v meritno bučko. Bučko dopolnimo do oznake, dobro premešamo, da se NaOH raztopi in prelijemo v reagenčno steklenico.

V erlenmajerico odpipetiramo 25 ml pripravljene raztopine NaOH in dodamo 2–3 kapljici indikatorja metil oranž. Raztopino titriramo s standardno raztopino HCl do preskoka barve iz rumene v roza oranžno (čebulno) barvo. Odčitamo porabo HCl raztopine v ml in izračunamo natančno koncentracijo raztopine NaOH.

MERITVE IN RAČUN:

$$M_{(\text{NaOH})} = 40.00 \text{ g/mol}$$

$$c_{(\text{NaOH})} = 0.10 \text{ mol/l}$$

$$\underline{V_{(\text{NaOH},)} = 0.250 \text{ L}}$$

$$m_{(\text{NaOH})} =$$

$$c_{(\text{NaOH})} =$$

REZULTAT:

Masa NaOH za pripravo 250 ml 0.1 molarne raztopine je _____ g.

Natančna koncentracija raztopine NaOH je _____ mol/l.

10. vaja: DOLOČITEV NaOH V ZMESI Na₂CO₃**OSNOVA VAJE:**

V vzorcu NaOH, ki je neočiščen z Na₂CO₃, določimo vrednost obeh sestavin titrimetrično z uporabo obeh indikatorjev. Indikatorja sta izbrana tako, da spremeni barvo v različnih pH-območjih pH-skale. V navzočnosti indikatorja, ki spremeni barvo v alkalnem – bazičnem delu pH-lestvice (fenolftalein), titriramo NaOH, karbonat pa le do hidrogenkarbonata. Z drugim indikatorjem, ki spremeni barvo v kislem območju pH-lestvice (metil oranž), pa titriramo NaOH in Na₂CO₃ v celoti. Iz porabe kisline pri prvi in drugi titraciji izračunamo masne deleže obeh sestavin.

PRIBOR:

- 250 ml-ska bučka
- analizna tehntica
- pribor za titracijo (bireta, stojalo, prižeme, čaša, lij)
- 50 ml-ska pipeta
- 0,1 M HCl
- indikatorja metil loranž in fenol ftalein
- zmes NaOH in Na₂CO₃

DELO:

Na analizni tehntici v tehtihu stehtamo 5 g pripravljene zmesi in kvantitativno prenesemo v 250 ml-sko merilno bučko in jo dopolnimo z destilirano vodo do oznake. V dve erlenmajerici odpipetiramo 50 ml raztopine. V prvo erlenmajerico dodamo 2–3 kapljice indikatorja fenol ftalein in titriramo s standardno raztopino HCl do spremembe barve iz ciklamne v brezbarvno. Porabo kisline označimo kot V(HCl)_{FF}. V drugo erlenmajerico dodamo 2–3 kapljice indikatorja metil oranž in titriramo do spremembe barve iz rumene v čebulno (roza oranžno). Porabo kisline označimo kot V(HCl)_{MO}.

Volumen kisline za nevtralizacijo NaOH izračunamo iz 1 in druge titracije:

$$1. \text{ titracija: } V(\text{HCl})_{\text{FF}} = V(\text{HCl})_{\text{NaOH}} + 1/2V(\text{HCl})_{\text{Na}_2\text{CO}_3} \text{ če jo pomnožimo z 2}$$

$$2V(\text{HCl})_{\text{FF}} = 2V(\text{HCl})_{\text{NaOH}} + V(\text{HCl})_{\text{Na}_2\text{CO}_3}$$

$$2. \text{ titracija: } V(\text{HCl})_{\text{MO}} = V(\text{HCl})_{\text{NaOH}} + V(\text{HCl})_{\text{Na}_2\text{CO}_3}$$

$$2V(\text{HCl})_{\text{FF}} - V(\text{HCl})_{\text{MO}} = V(\text{HCl})_{\text{NaOH}}$$

Volumen kisline za nevtralizacijo Na₂CO₃ izračunamo iz druge enačbe:

$$\begin{aligned} V(\text{HCl})_{\text{MO}} - V(\text{HCl})_{\text{NaOH}} &= V(\text{HCl})_{\text{Na}_2\text{CO}_3} \\ \underline{V(\text{HCl})_{\text{MO}} - [2V(\text{HCl})_{\text{FF}} - V(\text{HCl})_{\text{MO}}]} &= V(\text{HCl})_{\text{Na}_2\text{CO}_3} \\ 2[V(\text{HCl})_{\text{MO}} - V(\text{HCl})_{\text{FF}}] &= V(\text{HCl})_{\text{Na}_2\text{CO}_3} \end{aligned}$$

MERITVE IN RAČUN:

$$m \text{ zmesi} = w(\text{NaOH}) =$$

$$V(\text{HCl})_{\text{FF}} =$$

$$V(\text{HCl})_{\text{MO}} =$$

$$M \text{ Na}_2\text{CO}_3 =$$

$$\underline{M \text{ NaOH}} = w(\text{Na}_2\text{CO}_3) =$$

REZULTAT:

11. vaja: DOLOČITEV MASNE KONCENTRACIJE ŽVEPLOVE (VI) KISLINE

OSNOVA VAJE:

Masno koncentracijo žveplove VI kisline določimo tako, da raztopino kislino titriramo s standardno raztopino natrijevega hidroksida – to je direktna titracija, ali pa jo določimo tako, da raztopini kisline dodamo znano množino natrijevega hidroksida v pribitku in pribitno množino baze titriramo s standardno raztopino klorovodikove kisline – to je povratna ali indirektna titracija.

PRIBOR:

- analizna tehtnica
- 250 ml-ska merilna bučka
- bireta, stojalo in prižeme
- lij za bireto
- čaša

REAGENTI:

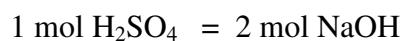
- NaOH
- 0.1 molarna raztopine HCl
- destilirana voda
- koncencija H_2SO_4
- indikator metil oranž

DELO:

Raztopino vzorca (50 ml) odpipetiramo in razredčimo z destilirano vodo v 250 ml-ski merilni bučki. Dobro premešamo in odpipetiramo 50 ml v erlenmajerico (2–3 ponovitve). Vsaki raztopini dodamo 2-3 kapljice indikatorja metilo ranž in s polnilno pipeto 50 ml 0.1 M NaOH. Po dodatku NaOH mora biti raztopina rumena, drugače dodamo še 50 ml NaOH. Pribitni NaOH titriramo s standardno raztopino 0.1 M HCl. Istočasno ugotovimo volumen, ki ga porabimo za titracijo 50 ml NaOH.

REAKCIJA:

Osnovna reakcija je nevtralizacija kisline in baze



Izračunamo masno koncentracijo H_2SO_4 .

MERITVE IN RAČUN:

$c(HCl)$ = koncentracija (HCl) (mol/l)

$M(H_2SO_4)$ = molska masa (g/mol)

V – poraba HCl za titracijo 50 ml NaOH (l)=

V_1 – poraba HCl za titracijo NaOH v presežku (l)=

X – število 50 ml pipet dodanega NaOH=

$\underline{V(\text{razt.})} = \underline{\text{volumen raztopine vzorca}}$

$\gamma (H_2SO_4) =$

$$\gamma (H_2SO_4) = \frac{(xV - V_1)c (HCl)M(H_2SO_4)}{V (\text{razt.}) 2}$$

Napravimo naloge

1. **primer:** Za standardizacijo HCl titriramo 200 mg Na₂CO₃. Porabimo 14.5 ml kisline. Kolikšna je množinska koncentracija kisline? M(Na₂CO₃) = 106 g/mol
2. **primer:** Izračunajmo množinsko koncentracijo H₂SO₄, če za 0.256 g Na₂CO₃ porabimo pri titraciji 20 ml kisline. M(Na₂CO₃) = 106 g/mol
3. **primer:** Kolikšno maso Na₂CO₃ moramo stehtati, da bomo porabili pri standardizaciji klorovodikove kisline 25 ml kisline s koncentracijo 0.0987 mol/l? M(Na₂CO₃) = 106 g/mol
4. **primer:** Kolikšna je koncentracija raztopine HCl ? Odmerimo 25 ml standardne raztopine Na₂CO₃ s koncentracijo 0.049 mol/l. Pri titraciji porabimo 24.5 ml HCl.
5. **primer:** Kolikšen volumen H₂SO₄ z množinsko koncentracijo 0.5 mol/l porabimo za nevtralizacijo 4 g NaOH z masnim deležem NaOH 20 %?
M(NaOH) = 40 g/mol
6. **primer:** Kolikšen je masni delež NaOH v tehnični zmesi produkta, če 18 g vzorca raztopimo v vodi in pri titraciji porabimo za nevtralizacijo 17,8 ml H₂SO₄ s koncentracijo 0,5 mol/l?

4.1.2. OBARJALNA TITRACIJA

Titracija, pri kateri poteče reakcija med ioni v zmesi in ioni reagenta ter pri tem nastanejo težko topne oborine, imenujemo obarjalna titracija.

Z obarjalno titracijo določamo ione, ki hitro in kvantitativno oborijo ter dajejo oborine z zelo majhno topnostjo.

Oborina nastane kot produkt kemijske reakcije med sestavino vzorca, ki ji določamo količino, in reagentom (standardno raztopino), ki ga dodajamo.

Z obarjalno titracijo določamo količino ene sestavine vzorca. Titriramo natančno določen volumen vzorca. Med titracijo vsi moli sestavine vzorca reagirajo z moli reagenta (standardne raztopine), ki ga dodamo.

Poznamo natančno koncentracijo standardne raztopine in volumen standardne raztopine, ki smo jo dodali v vzorec, do končne točke titracije lahko izračunamo število molov reagenta. Kemijska reakcija nam da množinsko razmerje med njima. Število molov sestavine lahko izračunamo iz množinskega razmerja, iz tega pa njeno koncentracijo v vzorcu.

Kot standardno raztopino uporabljamo srebrov nitrat točno določene koncentracije.

12. vaja: PRIPRAVA STANDARDNE RAZTOPINE AgNO₃

OSNOVA VAJE:

Za titracijo z AgNO₃ pripravimo standardno raztopino s koncentracijo 0.1 mol/l. Pripravljeno raztopino hranimo v temni reagenčni steklenici, ker se na svetlobi koncentracija AgNO₃ spreminja zaradi izločevanja elementarnega srebra.

PRIBOR IN REAGENTI:

- analizna tehntica
- tehtič
- 250 ml-ska merilna bučka
- AgNO₃

DELO:

Na analizni tehntici stehtamo izračunano količino AgNO₃ in ga kvantitativno prenesemo v merilno bučko ter razredči z destilirano vodo do oznake. Dobro premešamo in raztopino prelijemo v temno reagenčno steklenico.

MERITVE IN RAČUN:

$$c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/l}$$

$$V(\text{razt.}) = 250 \text{ ml}$$

$$\underline{M(\text{AgNO}_3) = 169.9 \text{ g/mol}}$$

$$n = V c$$

$$n = 0.250 \text{ l} \cdot 0.1 \text{ mol/l} = 0.025 \text{ mol}$$

$$m = n M$$

$$m = 0.025 \text{ mol} \cdot 169.9 \text{ g/mol} = 4.25 \text{ g}$$

13. vaja: STANDARDIZACIJA RAZTOPINE AgNO₃

OSNOVA VAJE:

Natančno koncentracijo AgNO₃ določimo z NaCl enake koncentracije. NaCl pred uporabo sušimo pri 500 °C, da izpari voda, nato pripravimo 0.1 molarno raztopino NaCl. Kot indikator uporabimo 10 %-no raztopino K₂CrO₄. Najprej se obarja AgCl kot bela oborina, ko dosežemo ekvivalentno točko, se z reagentom v presežku obarja AgCrO₄, ki obarva oborino rdeče rjavo.

PRIBOR:

- analizna tehntica
- tehtič
- sušilnik (žarilna peč)
- eksikator
- 250 ml-ska merilna bučka
- erlenmajerica
- bireta, prižeme in stojalo
- čaša

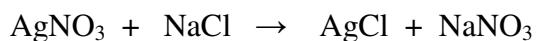
REAGENTI:

- AgNO₃ standardna raztopina
- NaCl
- indikator 10 % K₂CrO₄

DELO:

Najprej izračunamo maso NaCl za pripravo 0.1 molarne raztopine vzorca. Na analizni tehntici v tehtiju točno stehtamo maso predhodno posušenega in ohlajenega NaCl. Kvantitativno ga prenesemo v merilno bučko, ki jo dopolnimo z destilirano vodo do oznake. Vsebino pretresemo in v erlenmajerico odpipetiramo 25 ml pripravljeni raztopine vzorca. Dodamo 2 ml indikatorja 10 % K₂CrO₄ in titriramo s standardno raztopino AgNO₃ do nastanka prve obstojne rdeče rjave barve oborine. Odčitamo porabo AgNO₃ v ml in izračunamo točno koncentracijo standardne raztopine.

REAKCIJA:



MERITVE:

RAČUN:

REZULTAT:

Koncentracija standardne raztopine AgNO₃ je _____ mol/l.

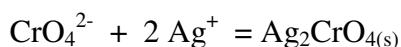
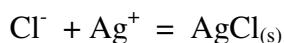
14. vaja: DOLOČITEV KLORIDNIH IONOV PO MOHRU

OSNOVA VAJE:

Cl⁻-ione v vzorcih določamo po Mohrovi metodi.

Za določevanje vsebnosti Cl⁻-ionov v vzorcu naredimo obarjalno titracijo.

Cl⁻-ione določamo s standardno raztopino AgNO₃ in indikatorjem K₂CrO₄, ki v ekvivalentni točki tvori novo oborino, ki se razlikuje po barvi in topnosti.



Neznanemu vzorcu določi vsebnost Cl⁻-ionov po Mohrovi metodi (masno koncentracijo). Izračunaj tudi masni delež Cl⁻-ionov.

PRIBOR:

- erlenmajerica
- bireta
- polnilna pipeta
- čaša
- gorilnik
- precizna tehtnica

REAGENTI:

- standardna raztopina AgNO₃, c_(AgNO₃) = 0.1 mol/L
- raztopina K₂CrO₄, w_(K₂CrO₄) = 10%

DELO:

Odpipetiramo 25 ml neznanega vzorca v erlenmajerico. Dodamo 2 ml indikatorja K₂CrO₄ in titriramo s standardno raztopino AgNO₃ z množinsko koncentracijo 0.1 mol/L do nastanka rdečerjave oborine. Odčitamo volumen porabljenega AgNO₃ in iz meritev izračunamo masno koncentracijo in masni delež Cl⁻-ionov.

MERITVE:

V_(AgNO₃) - volumen AgNO₃ za titracijo 25 mL vzorca (L)

V_(razt.) - volumen vzorca (L)

RAČUN:

$$\gamma (\text{Cl}^-) = \frac{V (\text{AgNO}_3) \cdot c (\text{AgNO}_3) \cdot M (\text{Cl}^-)}{V (\text{razt.})}$$

γ_(Cl⁻) - masna koncentracija Cl⁻ (g/L)

V_(AgNO₃) - poraba (L)

c_(AgNO₃) - koncentracija (mol/L)

M_(Cl⁻) - molska masa klorida (g/mol)

V_(razt.) - volumen vzorca (L)

REZULTAT:

4.1.3. REDOKS REAKCIJE

Reakcije oksidacije in redukcije so povezane s prenosom elektronov. Pri vsaki redoks reakciji reagirata oksidant in reducent. Oksidant se pri reakciji reducira, sprejme elektrone, preide v redcirano obliko, pri tem se njegovo oksidacijsko število zmanjša. Reducent se pri reakciji oksidira, odda elektrone, preide v oksidirano obliko, njegovo oksidacijsko število se poveča. Oksidacija je oddajanje elektronov, redukcija pa sprejemanje elektronov.

Pogoj za urejeno redoks reakcijo je, da je število elektronov, ki jih reducent odda, enako številu elektronov, ki jih oksidant sprejme. Za reševanje redoks reakcij so vpeljali oksidacijska števila elementov. V spojini je potrebno najprej poiskati elemente, pri katerih se spremeni oksidacijsko število. Določimo ga za vsak atom v spojini.

Pravila določanja oksidacijskega števila:

1. Fluor ima v spojinah oksidacijsko število -1.
2. Kovine imajo pozitivna oksidacijska števila (tudi B in Si).
3. Vodik ima oksidacijsko število +1.
4. Kisik ima oksidacijsko število -2.
5. Vsota vseh oksidacijskih števil v spojini je enaka nič ali pa naboju iona.

Splošni postopek urejanja enačb redoks reakcij

1. Napišemo vsa oksidacijska števila.
2. Ugotovimo, katerim elementom se spremeni oksidacijsko število.
3. Ugotovimo, za koliko in kolikim elementom se spremeni oksidacijsko število.
4. Križno množimo.
5. Uredimo samo tiste elemente, katerim se spremeni oksidacijsko število.
6. Uredimo druge elemente, najprej kovine, nato nekovine.
7. Uredimo vodikove in nato še kisikove atome.

Primer: Določimo oksidacijsko število klora v vodikovem kloratu (VII) HClO_4 .

$$\begin{array}{ll} \text{1. pravilo} & \text{H}^+ \\ \text{2. pravilo} & \text{O}^{2-} \\ \text{3. pravilo} & 4(-2) + 1(+1) + 1(+7) = 0 \end{array}$$

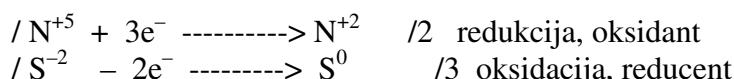
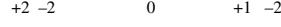
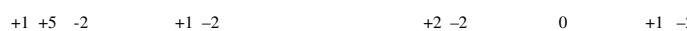
$$* \text{ torej} \quad \text{Cl}^{+7}$$

Primer: Uredi enačbo:

Enačbo redoks reakcij uredimo po korakih.

Primer: $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{S} \longrightarrow \text{NO} + \text{S} + \text{H}_2\text{O}$

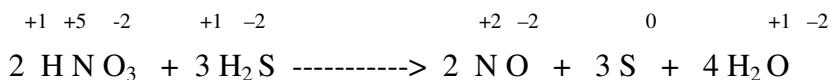
- Določimo oksidacijska števila vsem atomom in ugotovimo, katerim atomom se spremeni oksidacijsko število.



- Število oddanih elektronov mora biti enako številu sprejetih elektronov, zato križno pomnožimo.

$$\begin{array}{rcl} 3\text{e}^- & 2 = & + 6\text{e}^- \\ - 2\text{e}^- & 3 = & - 6\text{e}^- \end{array}$$

- Določimo koeficiente v redoks reakciji.



- Za preizkus preštejemo atome na levi in desni strani enačbe.

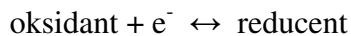
Reši naloge:

Uredi enačbe

- $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + \text{H}_2\text{S} + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 + \text{S} + \text{K}_2\text{SO}_4$
- $\text{KMnO}_4 + \text{H}_2\text{S} + \text{HNO}_3 = \text{S} + \text{H}_2\text{O} + \text{KNO}_3 + \text{Mn}(\text{NO}_3)_2$
- $\text{I}_2 + \text{HNO}_3 = \text{HIO}_3 + \text{NO} + \text{H}_2\text{O}$
- $\text{P} + \text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O} = \text{H}_3\text{PO}_4 + \text{NO}$
- $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + \text{KI} + \text{HCl} = \text{KCl} + \text{CrCl}_3 + \text{H}_2\text{O} + \text{I}_2$
- $\text{KMnO}_4 + \text{SO}_2 + \text{H}_2\text{O} = \text{K}_2\text{SO}_4 + \text{MnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$
- $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + \text{SO}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 + \text{K}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}$
- $\text{As}_2\text{S}_5 + \text{HNO}_3 = \text{H}_3\text{AsO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O} + \text{NO}_2$

4.1.4. OKSIDACIJSKO – REDUKCIJSKA TITRACIJA

Obstajajo titracije, pri katerih se med reaktanti izmenjujejo elektroni. Oksidanti sprejemajo elektrone, reducenti jih oddajajo:



Če je reagent, s katerim titriramo, oksidant, bo med titracijo sprejel elektrone (reduciral). Sestavina vzorca, ki jo določamo, mora biti v tem primeru reducent in bo med titracijo oddal elektrone (oksidiral).

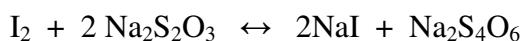
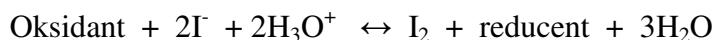
Primer za tak reagent je kalijev permanganat (KMnO_4), ki je močan oksidant. Med titracijo Mn^{7+} sprejme elektrone in reducira v Mn^{2+} .



Če je reagent, s katerim titriramo, reducent, bo med titracijo oddal elektrone (oksidiral). Sestavina vzorca, ki jo določamo, mora biti oksidant in bo med titracijo sprejel elektrone (reduciral).

Primer za tak reagent je natrijev tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), ki je močan reducent.

Posredno določamo tako, da v kislo raztopino vzorca dodamo presežek trdnega kalijevega jodida (KI). Prisotni oksidant (sestavina vzorca, ki jo določamo), oksidira ekvivalentno množino jodidnih ionov do molekul, ki jih nato reduciramo z natrijevim tiosulfatom.



Indikatorji: če je standardna raztopina obarvana (KMnO_4), določimo konec titracije z reagentom v majhnem presežku (pojav rožnate barve), pri titracijah z jodom ali titracijah joda uporabimo indikator škrobovico, ki se obarva modro in izgine, ko se ves jod reducira do jodida.

15. vaja: PRIPRAVA IN STANDARDIZACIJA RAZTOPINE KMnO₄

OSNOVA VAJE:

Pri oksidacijsko redukcijskih titracijah uporabljamo za titracijo v kislem mediju standardne raztopine KMnO₄ s koncentracijo 0.02 mol/l. KMnO₄ je reagent z oksidacijskimi lastnostmi, je močan oksidant. Uporabljamo ga za titracije številnih ionov ali spojin v kislem, alkalnem ali nevtralnem mediju. Pri titraciji s KMnO₄ ni potreben indikator, ker se raztopina po končani reakciji obarva s pribitnim reagentom.

Raztopini KMnO₄ določamo natančno koncentracijo z Na₂C₂O₄.

PRIBOR:

- tehtič
- analizna tehntica
- bireta, stojalo in prižeme
- erlenmajerica
- gorilnik, stojalo, keramična mrežica
- 250 ml-ska merilna bučka
- čaša

REAGENTI:

- KMnO₄
- raztopina KMnO₄ (c = 0.02 mol/l)
- raztopina H₂SO₄ (1:4)
- Na₂C₂O₄

DELO:

Izračunamo, kolikšno maso KMnO₄ moramo stehtati za pripravo 0.02 mol/l raztopine. V tehtiču stehtamo izračunano maso in jo kvantitativno prenesemo v 250 ml-sko čašo, dodamo 150 ml destilirane vode. Raztopino zavremo in pustimo 15 minut vreti. Počakamo, da se ohladi, in jo prelijemo v 250 ml-sko merilno bučko, nato jo z destilirano vodo dopolnimo do oznake. Pripravljeno raztopino shranimo v temno reagenčno steklenico. Po 4–5 dneh raztopini določimo točno koncentracijo.

Na analizni tehntici v tehtiču stehtamo 290–300 mg Na₂C₂O₄ in ga kvantitativno prenesemo v erlenmajerico z 100 ml destilirane vode. Z merilno pipeto dodamo 10 ml H₂SO₄ (1:4) in segrejemo do 70–80 °C in še vroče titriramo s raztopino KMnO₄ do prve obstojne rožnate barve.

Iz množinskega razmerja izračunamo natančno koncentracijo KMnO₄.

REAKCIJA:



MERITVE IN RAČUN:

$$c(\text{KMnO}_4) = \frac{m(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)2}{M(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) V (\text{KMnO}_4) 5}$$

REZULTAT:

16. vaja: DOLOČITEV MASNEGA DELEŽA VODIKOVEGA PEROKSIDA – H₂O₂

OSNOVA VAJE:

H₂O₂ titriramo s standardno raztopino KMnO₄. Pri reakciji z H₂O₂ se Mn⁺⁷ v navzočnosti žveplene (VI) kisline reducirajo do Mn⁺². Dokler poteka reakcija, dodani reagent izgublja barvo, v ekvivalentni točki se raztopina obarva rahlo vijolično.

PRIBOR:

- tehtič
- analizna tehntica
- bireta, stojalo in prižeme
- erlenmajerica
- 50 ml-ska pipeta
- 250 ml-ska merilna bučka

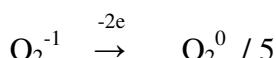
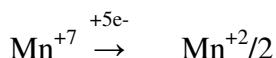
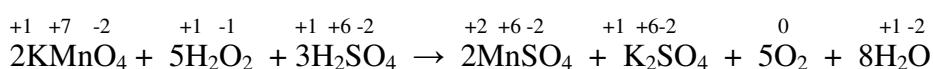
REAGENTI:

- raztopina KMnO₄ (c = 0.02 mol/l)
- raztopina H₂SO₄ (1:4)
- vzorec H₂O₂ (3%)

DELO:

Na analizni tehntici v tehtiju stehtamo 3–3.5 g vzorca H₂O₂, ga kvantitativno prenesemo v 250 ml-sko merilno bučko in razredčimo z destilirano vodo do oznake. Vsebino dobro premešamo in odpipetiramo v erlenmajerico 50 ml raztopine (2 paralelki), dodamo 10 ml raztopine H₂SO₄ (1:4) in titriramo s standardno raztopino 0.02 mol/l KMnO₄ do prve obstojne rahlo vijolične barve. Odčitamo porabo in izračunamo masni delež H₂O₂.

REAKCIJA:



$$\frac{n(\text{KMnO}_4)}{n(\text{H}_2\text{O}_2)} = \frac{2}{5}$$

MERITVE IN RAČUN:

$$5 n(\text{KMnO}_4) = 2 n(\text{H}_2\text{O}_2)$$

$$5 c(\text{KMnO}_4) V (\text{KMnO}_4) = \frac{2(\text{H}_2\text{O}_2)}{M(\text{H}_2\text{O}_2)}$$

$$w(\text{H}_2\text{O}_2) = \frac{m_{toplj.(\text{H}_2\text{O}_2)}}{m_{razt.}}$$

$$m(\text{H}_2\text{O}_2) = \frac{5 c V (\text{KMnO}_4) M(\text{H}_2\text{O}_2) 5}{2}$$

REZULTAT:

17. vaja: PRIPRAVA IN STANDARDIZACIJA RAZTOPINE $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

OSNOVA VAJE:

Standardno raztopino $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pripravimo 10–14 dni pred uporabo. Pripravljena raztopina ni dolgo obstojna, ker se zaradi delovanja MO počasi izloča žveplo. Raztopina postane motna. Da preprečimo ta pojav, destilirano vodo pred uporabo zavremo in dodamo Na_2CO_3 kot konzervirno sredstvo.

Natančno koncentracijo $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ določimo pri oksidaciji v kislem mediju, kjer se izloči ekvivalentna množina joda, ki jo titriramo z raztopino $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

PRIBOR:

- tehtič
- analizna tehntica
- bireta, stojalo in prižeme
- erlenmajerica
- 250 ml-ska merilna bučka

REAGENTI:

- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$
- $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$
- raztopina $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
- raztopina H_2SO_4 (1:4)
- KIO_3
- KI
- škrobovica

DELO:

Priprava raztopine

Na analizni tehntici v tehticu stehtamo izračunano maso $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ za pripravo 250 ml 0.1 mol/l raztopine. V čaši zavremo 300 ml destilirane vode, v katero dodamo 25 mg $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$. Stehtan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ kvantitativno prenesemo v 250 ml-sko merilno bučko in razredčimo z konzervirano destilirano vodo (kristalizirano sodo (25 – 100 mg Na_2CO_3 10 H_2O), boraksom) do oznake. Prelijemo v temno reagenčno steklenico in shranimo 10–14 dni v temnem prostoru.

MERITVE IN RAČUN:

$$V_{(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)} = 250 \text{ ml}$$

$$M_{(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O})} =$$

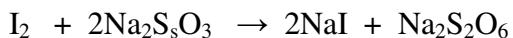
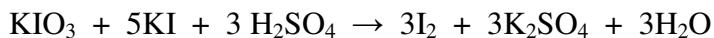
$$c_{(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)} = 0.1 \text{ mol/l}$$

$$m_{(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O})} =$$

$$m (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}) = c (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) M(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O})$$

DELO:**Standardizacija raztopine**

V tehtihu stehtamo 70–100 mg KIO₃ in ga kvantitativno prenesemo v erlenmajerico s 50 ml destilirane vode. Raztopini dodamo 5 ml H₂SO₄ (1:4) in 1 g trdnega KI. Zaradi izločenega joda se raztopina obarva rijavo, ko poteče oksidacija. Raztopino titriramo z raztopino Na₂S₂O₃ do svetlo rumene barve, nato dodamo 1 ml indikatorja škrobovice in nadaljujemo titracijo do spremembe barve iz modre v umazano belo. Odčitamo porabo raztopina Na₂S₂O₃ in izračunamo točno koncentracijo.

REAKCIJA:

$$\frac{n(\text{KIO}_3)}{n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)} = \frac{1}{2}$$

$$\frac{n(\text{KIO}_3)}{n(\text{I}_2)} = \frac{1}{3}$$

$$\frac{n(\text{I}_2)}{n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)} = \frac{1}{6}$$

MERITVE:**RAČUN:**

$$6 \frac{m(\text{KIO}_3)}{M(\text{KIO}_3)} = c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$$

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{6m(\text{KIO}_3)}{M(\text{KIO}_3)V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}$$

REZULTAT:

18. vaja: DOLOČITEV MASNE KONCENTRACIJE BAKRA (Cu)**OSNOVA VAJE:**

Raztopino Cu⁺² ionov titriramo v navzočnosti KI z raztopino Na₂S₂O₃. Pri reakciji Cu⁺² ionov z jodom v kisli raztopini nastane oborina CuI, ki ga titriramo z Na₂S₂O₃.

PRIBOR:

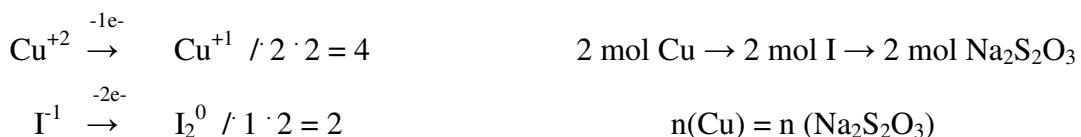
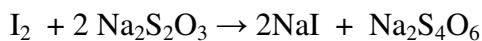
- tehtič
- analizna tehntica
- bireta, stojalo in prižeme
- erlenmajerica
- pipeta

REAGENTI:

- raztopina Na₂S₂O₃
- raztopina H₂SO₄ (1:4)
- KI
- vzorec Cu⁺² razredčitev vzorca: 50/250 = 1/5
(39,26 g/l CuSO₄ 5 H₂O)
- škrobovica

DELO:

Odpipetiramo 50 ml vzorca Cu⁺² v 250 ml-sko merilno bučko in dopolnimo z destilirano vodo do oznake. Iz bučke odpipetiramo 50 ml raztopine v erlenmajerico, dodamo 3 ml raztopine H₂SO₄ (1:4) in 1 g trdnega KI. Erlenmajerico pokrijemo in pustimo v temnem prostoru 15 minut, da poteče reakcija oksidacije jodida do joda (raztopina se obarva temnorjava). Izločeni jod titriramo z raztopino Na₂S₂O₃ do svetlo rumene barve, nato dodamo raztopino škroba in titriramo, dokler modra barva ne izgine.

REAKCIJA:**RAČUN:**

$$c(\text{Cu}) \cdot V(\text{razt. vzorca Cu}) = c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \quad \gamma = c \cdot M$$

$$\frac{\gamma(\text{Cu}) \cdot V(\text{razt. vzorce Cu})}{M(\text{Cu})} = c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$$

$$\gamma(\text{Cu}) = \frac{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) M(\text{Cu})}{V(\text{razt. vzorce Cu})}$$

REZULTAT:

4.1.5. KOMPLEKSOMETRIČNA TITRACIJA

Pri reakcijah med kovinskimi ioni, ki sprejemajo elektronske pare in spojinami, ki lahko oddajajo elektronske pare, nastanejo koordinacijske spojine ali kompleksi. Spojine, ki dajejo elektronske pare za nastanek vezi, imenujemo ligandi. Za kompleksometrične titracije so pomembne reakcije med ioni kovin in ioni tistih organskih spojin, ki v atomu kovine zasedejo več koordinativnih valenc. Med snovmi, ki jih določamo in reagenti (organske spojine) potekajo reakcije, pri katerih nastajajo obstojne kompleksne spojine – kelati.

Organska spojina EDTA (etilen diamino tetraacetna kislina) je šibka kislina. Pri reakcijah z EDTA se sproščajo vodikovi ioni, zato uravnavamo pH-raztopine s pufernimi zmesmi ali pufernimi raztopinami. Pri reakcijah med kovinskimi ioni in EDTA je množinsko razmerje med reaktantoma vedno 1 : 1 ne glede na valenco kationa.

Neposredna titracija je omejena le na tiste ione, za katere poznamo ustrezen indikator. Za magnezijeve in cinkove ione je to eriokromčrno – T. Za kobaltove in kalcijeve ione je ustrezen indikator mureksid.

Posredna titracija je metoda, pri kateri izvedemo dve ločeni titraciji na dveh alikvotnih delih raztopine z uporabo dveh različnih indikatorjev. Pri prvi titraciji uporabimo indikator, ki veže obe prisotni kationski zvrsti v kompleksno spojino. Pri drugi titraciji pa indikator, ki veže le eno vrsto kationov.

IS posredno titracijo lahko določamo v istem vzorcu kalcijeve in magnezijeve ione.

Pri neposredni titraciji lahko z ustreznim indikatorjem mureksid določamo kalcijeve ione v vzorcu.

Končno točko titracije ugotavljamo z indikatorji, ki so organske spojine, reagirajo s kovinskimi ioni in dajejo obarvane komplekse kelate. Ti morajo biti obstojni kot kelati kovine z EDTA. Do ekvivalentne točke ima raztopina barvo kelata kovine z indikatorjem. Po ekvivalentni točki, ko so vsi kovinski ioni vezani na EDTA, se pojavi barva prostega indikatorja.

Najbolj uporabna indikatorja sta:

- eriokromčrno – T (1-hidroksi-2-naftilazo-5-nitro-naftol-sulfonske kisline),
- mureksid (amonijev purpurat).

Indikatorji so kot raztopine slabo obstojni, zato jih uporabljam v trdni obliki kot zmes z NaCl (1 : 250).

Eriokromčrno – T se uporablja za titracijo Mg^{2+} , Zn^{2+} , Pb^{2+} , Hg^{2+} . Pri tem nastanejo rdeče obarvani kelati. Ko dodamo ekvivalentno količino EDTA, se raztopina obarva modro.

Zmes, ki v svoji sestavi vsebuje veliko zemeljsko alkalijskih kovin, je voda. Zato s titracijo z EDTA lahko določamo količino kalcijevih in magnezijevih ionov. Določamo trdoto vode.

ANALIZA VODE

Analiza vode: kationi in anioni	Vodovodna voda
KARBONATNA TRDOTA $^{\circ}Dh / ^{\circ}N$	12 – 13 $^{\circ}Dh / ^{\circ}N$
NEKARBONATNA TRDOTA	2 – 3 $^{\circ}Dh / ^{\circ}N$
CELOKUPNA TRDOTA	15 – 16 $^{\circ}Dh / ^{\circ}N$
KALCIJEVA TRDOTA	80 mg/l
MAGNEZIJEVA TRDOTA	18 – 20 mg/l

19. vaja: DOLOČITEV MASNE KONCENTRACIJE Zn²⁺ V VZORCU

OSNOVA VAJE:

Alkalno raztopino vzorca, ki vsebuje Zn²⁺ ione, titriramo z EDTA v navzočnosti indikatorja eriokromčrno – T.

PRIBOR:

- erlenmajerica
- bireta
- pipeta
- lij
- merilna bučka

REAGENTI:

- vzorec raztopine Zn²⁺
- Zn acetat  (10 g/l)
- eriokromčrno – T
- amoniakalni pufer
- EDTA (c = 0,1 mol/l)

DELO:

Vzorec razredčimo v 250 ml-ski merilni bučki in ga 50 ml odpipetiramo v erlenmajerico. Preverimo pH-raztopine; če je raztopina kisla, jo nevtraliziramo z NaOH (c=2 mol/l), dodamo 2 ml amoniakalnega pufra (pH = 10) in za noževko konico indikatorja eriokromčrno – T.

Titriramo s standardno raztopino EDTA do spremembe barve iz rdeče v modro.

Odčitamo porabo EDTA v ml in izračunamo masno koncentracijo Zn²⁺.

MERITVE:

RAČUN:

$$\gamma(\text{Zn}^{2+}) = \frac{V(\text{EDTA})c(\text{EDTA})M(\text{Zn}^{2+})}{V(\text{vzorca raztopine})}$$

REZULTAT:

20. vaja: DOLOČITEV KOBALTOVIH IONOV Z NEPOSREDNO TITRACIJO

OSNOVA VAJE:

Alkalno raztopino Co^{2+} ionov titriramo z raztopino EDTA v navzočnosti indikatorja mureksid.

PRIBOR:

- erlenmajerica
- bireta
- pipeta
- lij
- merilna bučka

REAGENTI:

- vzorec raztopine Co^{2+}
 Y (0,5 g/l)
- mureksid
- NaOH ($c=2 \text{ mol/l}$)
- EDTA ($c = 0,01 \text{ mol/l}$)

DELO:

Odpipetiramo 25 ml vzorca Co^{2+} in ga razredčimo v 250 ml-ski merilni bučki. V erlenmajerico odpipetiramo 50 ml razredčenega vzorca, dodamo 10 ml raztopine NaOH in za noževko konico indikatorja mureksid. Titriramo s standardno raztopino EDTA do spremembe barve indikatorja iz rdeče roza v vijolično. Odčitamo porabo EDTA v ml in izračunamo

masno koncentracijo Co^{2+} . Pri računu upoštevamo $\varphi(\text{vzorca}) = \frac{25\text{ml}}{250\text{ML}} = 0,1$ razredčitev.

MERITVE:

RAČUN:

REZULTAT:

21. vaja: PRIPRAVA RAZTOPIN ZA DOLOČITEV SLADKORJA PO FEHLINGU

OSNOVA VAJE:

Priprava raztopin za določitev sladkorja Fehling I, Fehling II,
0.1 molarna raztopina $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 30% KI, H_2SO_4 1:4, 1% škrobovica

PRIBOR:

- tehtič
- analizna tehtnica
- bireta, stojalo in prižeme
- erlenmajerica
- merilna bučka
- gorilnik

REAGENTI:

- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
- $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
- $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
- NaOH
- H_2SO_4
- KI

DELO:

- a) Na analizni tehtnici stehtamo 17,375 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, prenesemo v 250 ml-sko merilno bučko, dopolni do oznake in vsebino dobro premešamo.
- b) Stehtamo 86,5 g $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ in 25 g NaOH v 400 ml-sko čašo, dodamo 250 ml destilirane vode in vsebino dobro premešamo, da se reagenti raztopijo.
- c) Na analizni tehtnici v tehtiču stehtamo 24,80 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ in ga kvantitativno prenesemo v 1000 ml-sko merilno bučko. Z destilirano vodo jo dopolni do oznake.
- d) Na precizni tehtnici stehtamo 30 g KI in v čašo dodamo 70 g destilirane vode.
- e) V 1000 ml-sko čašo odmerimo 400 ml destilirane vode in s polnilno pipeto previdno dodamo 100 ml H_2SO_4 . Po potrebi čašo ohlajamo z mrzlo tekočo vodo.
- f) V čaši stehtamo 1 g škroba in dodaj 99 g destilirane vode. Vsebino segrejemo do vrenja in ohladimo pod mrzlo vodo.

5. GRAVIMETRIJA

Gravimetrija ali tehtalna analiza je področje kvantitativne analize, pri kateri določamo količinsko sestavo snovi s tehtanjem.

Analiziramo povprečni vzorec snovi. Vzorce v trdnem agregatnem stanju zdrobimo, stehtamo določeno maso na analizni tehtnici. S kemijskim postopkom ga prevedemo v topno obliko. Vzorcem v tekoči obliki odmerimo določen (alikvotni) del.

Iz raztopine vzorca obarjamo snov, ki jo določamo z ustreznim reagentom, ki daje z ioni določene snovi težko topno oborino.

Oborino odfiltriramo, posušimo ali žarimo in tehtamo.

Maso preračunamo s količino elementa, ki ga določamo.

22. vaja: GRAVIMETRIČNA DOLOČITEV ALUMINIJA

OSNOVA VAJE:

Aluminijeve ione oborimo z raztopino amoniaka kot aluminijevega hidroksida Al(OH)_3 . Obarjanje poteka v navzočnosti amonijevih soli (NH_4Cl), ki vpliva na pH-raztopine in deloma preprečuje nastanek koloidne oborine. Ker je obarjanje Al ionov kvantitativno v ozkem pH-območju pH-skale (5–7), kontroliramo pH-raztopine z indikatorjem metil rdeče (pH 4.2–6.3). Oborino Al(OH)_3 odfiltriramo, žarimo v žarilni peči pri temperaturi 1200°C , žarino ohladimo, stehtamo in iz mase žarine izračunamo masno koncentracijo Al ionov.

PRIBOR:

- gorilnik
- čaša
- pribor za titracijo
- pipeta
- pribor za filtracijo
- žarilni lonček
- žarilna peč
- analizna tehtnica

REAGENTI:

- NH_4Cl
- NH_3
- indikator metil oranž
- vzorec (razt. Aluminijevega sulfata $\gamma = 10 \text{ g Al}^{+3}/\text{l}$)

DELO:

Odpipetiramo 25 ml vzorca, ga kvantitativno prenesemo v merilno bučko, dopolnimo z destilirano vodo do oznake, zamašimo in vsebino dobro premešamo. Iz merilne bučke odpipetiramo 50 ml vzorca v čašo, dodamo 100 ml destilirane vode, 5 g trdnega NH_4Cl in kapljico indikatorja metil rdeče. Segrejemo do vrenja in nato po kapljicah dodajamo raztopino NH_3 toliko časa, da se barva raztopine spremeni iz rdeče v rumeno. Segrevamo še 1–2 minuti, nato oborino odfiltriramo skozi filtrirni papir za kosmičaste oborine (črni trak). Oborino na filtrirnem papirju in čašo spiramo s 50 ml 2 %-ne raztopine NH_4Cl . Stehtamo označen žarilni lonček. Filtrirni papir z oborino prenesemo v stehtan žarilni lonček. Filtrirni papir posušimo in sežgemo nad gorilnikom, nato damo vzorec v žarilno peč za 15–20 minut pri 1200°C . Lonček po žarenju ohladimo v eksikatorju. Ohlajen lonček z žarino stehtamo in iz razlike mas izračunamo maso Al-ionov.

2 MERITVE:**3 RAČUN:**

$$\frac{n(Al^{3+})}{n(Al_2O_3)} = \frac{2}{1}$$

$$n(Al^{3+}) = 2n(Al_2O_3)$$

$$c(Al^{3+}) V(Al^{3+}) = 2 \frac{m_{(Al_2O_3)}}{M_{(Al_2O_3)}}$$

$$c(Al^{3+}) = \frac{\gamma_{(Al^{3+})}}{M_{(Al^{3+})}}$$

$$\gamma_{(Al^{3+})} = \frac{2m_{(Al_2O_3)} M_{(Al^{3+})}}{M_{(Al_2O_3)} V(Al^{3+})} \quad 10 \text{ (razredčitev)}$$

4 REZULTAT:

ANALIZA ŽIVIL

1. vaja: EKSTRAKCIJA TRDNIH SNOVI

OSNOVA VAJE:

V Soxhletovem aparatu vroče topilo obliva snov, topi topno substanco in jo ekstrahira. Topilo v ekstrahirki segrevamo, hlapo kondenziramo z vodnim hladilnikom, tako da kondenzirano topilo kaplja na trdno snov. Čas ekstrakcije je odvisen od snovi in vrste topila. Določi vsebnost maščobe v vzorcu po Soxhletovi metodi (v bučnem semenu, arašidih, sončničnem semenu ...)

PRIBOR IN REAGENTI:

- Soxhletov aparat
- filtrirni papir
- vrelni kamenčki
- precizna tehtnica
- izparilnica
- terilnica
- topilo (kloroform ali trikloreten)

DELO:

Vzorec semena stremo v terilnici, v kateri imamo na dnu stehtan filtrirni papir, ki vpije maščobo. Strto seme skupaj s stehtanim filtrirnim papirjem stehtamo v tulec za ekstrakcijo (~5 g) in ga vstavimo v aparat. Ekstrahirko z vrelnimi kamenčki stehtamo in sestavimo aparaturo.

V ekstraktor nalijemo skozi lijak toliko topila, da je ekstraktor poln in se topilo prelije v bučko. Nato dodamo še toliko topila, da doseže 3/4 bučke. Pričnemo s počasnim segrevanjem na električnem kuhalniku. Nikoli ne segrevamo na plinskem gorilniku zaradi nevarnosti požara!

Vroče topilo se nabira v ekstraktorju in trdno snov ekstrahira. Topilo se nateče do natege in po njej pretoči v bučko ekstrahirko. Postopek traja 4-6 ur. Med ekstrakcijo opazujemo kroženje topila, si zapisujemo čas pretoka topila in izračunamo hitrost pretoka v eni uri.

Ekstrakcijo prekinemo v času, ko je ekstraktor poln topila. Topilo predestiliramo, če pa še ostanejo manjše količine topila, ga odparimo na vodni kopeli v digestoriju. Bučko z ekstrahirano maščobo nato sušimo 1 uro pri 105 °C, jo ohladimo in stehtamo.

Iz podatkov izračunamo masni delež ekstrakta.

MERITVE:

$m_{(vzorca)}$ =

$m_{(ekstrakta)}$ = masa bučke s posušenim ekstraktom - masa bučke =

RAČUN:

$$w(maščobe) = \frac{m_{(ekstrakta)}}{m_{(vzorca)}} \cdot 100\%$$

REZULTAT:

2. vaja: EKSTRAKCIJA TEKOČIN – PRAVI ČAJ

OSNOVA VAJE:

Za ekstrakcijo tekočine iz tekoče osnovne surovine izločamo eno sestavino. Izločamo tisto surovino, ki je topna v uporabljenem topilu.

Skuhan pravi čaj vsebuje poleg teina in tanina še beljakovine in maščobe. V liju ločniku s pomočjo topila ekstrahiramo maščobe in beljakovine, ki sta topni v organskem topilu, tein in tanin pa sta bolje topna v vodi. Dobljeni ekstrakt z organskim topilom izpustimo v čašo.

Preostanek v liju ločniku (vodni ekstrakt) iztočimo v stehtano izparilnico in previdno odparimo vodo, posušimo ter stehtamo.

Iz 2 g vzorca skuhamo čaj in določimo vsebnost vodnega ekstrakta in vsebnost ekstrakta v organskem topilu.

PRIBOR IN REAGENTI:

- lij ločnik
- izparilnice
- tehtnica
- aparatura za destilacijo
- destilacijska bučka
- vrelni kamenčki
- filtrirni papir
- lij
- topilo (kloroform)

DELO:

Stehtamo 2 g vzorca čaja in ga počasi kuhamo 30 minut v 200 ml vode. Po kuhanju čaj prefiltriramo skozi naguban filtrirni papir v lij ločnik. Dodamo še 50 ml topila in vodni ekstrakt stresamo 10-15 minut. Po stresanju počakamo, da se plasti med seboj ločita in spodnji sloj odlijemo v stehtano destilacijsko bučko z vrelnimi kamenčki. V lij ločnik dodamo 25 ml topila in ponovimo postopek. Še enkrat dodamo 25 ml topila in postopek ponovimo še enkrat.

Posebej pripravimo aparaturo za destilacijo, priklopimo destilacijsko bučko z vzorcem in topilom in topilo previdno predestiliramo. Destilacijsko bučko z ekstraktom posušimo v sušilniku pri 105 °C do konstantne mase in stehtamo. Izračunamo maso ekstrakta z organskim topilom.

Iz lija ločnika po končani ekstrakciji z organskim topilom odpipetiramo 50 ml vodnega ekstrakta v stehtano izparilnico in vsebino izparimo do suhega. Izparilnico z ekstraktom stehtamo. Maso vodnega ekstrakta preračunamo glede na celoten vzorec (200 ml čaja).

MERITVE:

RAČUN:

REZULTAT:

3. vaja: DOLOČITEV MASNEGA DELEŽA OCETNE KISLINE V KISU

OSNOVA VAJE:

Vzorci jedilnega kisa vsebujejo 4–5 % ocetne kisline.

NALOGA:

Vzorcu jedilnega kisa določimo masni delež ocetne kisline in jo izrazi v %.

PRIBOR:

- | | |
|--------------------------------|------------------------|
| - stojalo in prižeme za bireto | - merilna pipeta |
| - bireta | - čaša |
| - erlenmajerica | - standardna raztopina |
| - lij za bireto | - indikator |
| - precizna tehntica | |

DELO:

Na precizni tehntici stehtamo erlenmajerico in vanjo odmerimo 6 ml kisa izbranega vzorca. Zabeleži maso kisa. Pripravi tri vzporedne vzorce. V erlenmajerico z vzorcem dodamo 25 ml destilirane vode, 2–3 kapljice indikatorja fenolftalein. Bireto pripnemo na stojalu, jo pripravimo in napolnimo s standardno raztopino 0.1 mol/l NaOH. Vzorec titriramo do spremembe barve indikatorja v končni oziroma ekvivalentni točki v rožnato. Odčitamo porabo 0.1 mol/l NaOH in zapišemo meritve. Titracijo naredimo na treh vzporednih vzorcih in iz meritev izračunamo srednjo vrednost.

Nato izračunamo maso ocetne kisline v kisu in jo izrazimo kot % ocetne kisline. Rezultat preverimo na etiketi ozizoma v pravilniku.

MERITVE:

$$m_1(\text{vzorca}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{g} \qquad V_{1(\text{NaOH})} = \underline{\hspace{2cm}} \text{ml}$$

$$m_2(\text{vzorca}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{g} \qquad V_{2(\text{NaOH})} = \underline{\hspace{2cm}} \text{ml}$$

$$\underline{m_3(\text{vzorca}) = \underline{\hspace{2cm}}} \text{g} \qquad \underline{V_{3(\text{NaOH})} = \underline{\hspace{2cm}}} \text{ml}$$

RAČUN:

$$n(\text{NaOH}) = V \cdot c \qquad m(\text{CH}_3\text{COOH}) = M \cdot n$$

$$m(\text{CH}_3\text{COOH}) = M(\text{CH}_3\text{COOH}) \cdot V \cdot \text{NaOH} \cdot c \cdot \text{NaOH}$$

$$w(\text{CH}_3\text{COOH}) = \frac{m(\text{CH}_3\text{COOH})}{m(\text{vzorca})}$$

REZULTAT:

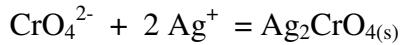
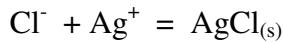
4. vaja: DOLOČITEV KLORIDNIH IONOV V VZORCU PO MOHRU

OSNOVA VAJE:

Cl⁻-ione v vzorcih določamo po Mohrovi metodi.

Za določevanje vsebnosti Cl⁻-ionov v vzorcu naredimo obarjalno titracijo.

Cl⁻-ione določamo s standardno raztopino AgNO₃ in indikatorjem K₂CrO₄, ki v ekvivalentni točki tvori novo oborino, ki se razlikuje po barvi in topnosti.



Neznanemu vzorcu določimo vsebnost Cl⁻-ionov po Mohrovi metodi (masno koncentracijo). Izračunamo tudi masni delež Cl⁻-ionov.

PRIBOR:

- erlenmajerica
- bireta
- polnilna pipeta
- čaša
- gorilnik
- precizna tehtnica

REAGENTI:

- standardna raztopina AgNO₃, c_(AgNO₃) = 0.1 mol/L
- raztopina K₂CrO₄, w_(K₂CrO₄) = 10%

DELO:

Odpipetiramo 25 ml neznanega vzorca v erlenmajerico. Dodamo 2 ml indikatorja K₂CrO₄ in titriramo s standardno raztopino AgNO₃ z množinsko koncentracijo 0.1 mol/l do nastanka rdečerjave oborine. Odčitamo volumen porabljenega AgNO₃ in iz meritev izračunamo masno koncentracijo in masni delež Cl⁻-ionov.

MERITVE:

V_(AgNO₃) - volumen AgNO₃ za titracijo 25 mL vzorca (L)

V_(razt.) - volumen vzorca (L)

RAČUN:

$$\gamma(Cl^-) = \frac{V(AgNO_3) \cdot c(AgNO_3) \cdot M(Cl^-)}{V(ratz.)}$$

$$\gamma(Cl^-) = \frac{V(AgNO_3) \cdot c(AgNO_3) \cdot M(Cl^-)}{V(ratz.)}$$

γ_(Cl⁻) - masna koncentracija Cl⁻ (g/l)

V_(AgNO₃) - poraba (l)

c_(AgNO₃) - koncentracija (mol/l)

M_(Cl⁻) - molska masa klorida (g/mol)

V_(razt.) - volumen vzorca (l)

REZULTAT:

5. vaja: DOLOČANJE SLADKORJA V VZORCU SOKA PO FEHLINGU

OSNOVA VAJE:

Organske spojine z aldehidno skupino (-C=O): sladkorji so reducenti in jih lahko H_2O kvantitativno določimo tako, da jih oksidiramo z bakrovimi II ioni. Pri tem se izloči ekvivalentna množina bakrovega I oksida, ki ga raztopimo z raztopino KI in H_2SO_4 . Titriramo ob dodatku indikatorja škrobovica s standardno raztopino $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

PRIBOR:

- gorilnik
- erlenmajerica
- pribor za titracijo
- pipeta
- čaša

REAGENTI:

- 0.1 molarna razt. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
- Fehling I
- Fehling II
- H_2SO_4 1 : 4
- KI
- indikator škrobovica

DELO:

V erlenmajerico odpipetiramo 10 ml Fehling I in 10 ml Fehling II raztopini in segrejemo do vrenja. Dodamo 1 ml vzorca in 50 ml destilirane vode in segrevamo 2 minuti, da se izloči rdeča oborina CuO. Hitro jo ohladimo pod tekočo vodo, nato dodamo 10 ml raztopine KI in 10 ml raztopine H_2SO_4 1 : 4 (rjava raztopina zaradi joda) ter 2 ml indikatorja škrobovica. Raztopino hitro titriramo z 0.1 molarno raztopino $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ iz modro rjave do umazano bele barve.

Vzporedno naredimo slep poizkus.

MERITVE:

$$V_{vzorec} =$$

$$V_{slepa\ proba} =$$

RAČUN:

$$V_{slepa\ proba} - V_{vzorec} =$$

REZULTAT:

Rezultat odčitamo v tabeli.

6. vaja: DOLOČANJE TRDOTE VODE

OSNOVA VAJE:

V vodi so raztopljene različne snovi, ki so odvisne od izvora v podzemnem vodnem viru (kemijska sestava tal, preko katerih teče in pronica v vodne bazene). Trdota vode je odvisna od količine mineralnih snovi, ki jih voda vsebuje.

Karbonatna trdota je količina CaO v vodi. Izražamo jo kot stopnjo trdote vode ${}^{\circ}\text{dH} / {}^{\circ}\text{N}$. Celokupna trdota je količina Ca^{2+} in Mg^{2+} -ionov v vzorcu vode. Izrazimo jo v nemških stopinjah ${}^{\circ}\text{dH} / {}^{\circ}\text{N}$.

Kalcijevo trdoto izrazimo z masno koncentracijo Ca^{2+} -ionov v vzorcu vode.

Magnezijev trdoto izračunamo: celokupna trdota – kalcijeva trdota.

Kalcijeve in magnezijeve ione določamo s kompleksometrično titracijo s standardno raztopino EDTA (etilen diamino tetraocetno kislino). Ti ioni reagirajo z EDTA v alkalnem mediju pri pH 9-11. V raztopinah z nižjim pH analize niso kvantitativne, v bolj alkalnih raztopinah pa se pojavljajo beli kosmiči (oborina $\text{Mg}(\text{OH})_2$).

Enota za trdoto vode je ${}^{\circ}\text{dH}$ (nemška stopinja). Pomeni 10 mg CaO/l.

Trdotni razredi vode

Trdota vode ${}^{\circ}\text{Dh} / {}^{\circ}\text{N}$	Razvrstitev vode
0 – 4	zelo mehka (destilirana)
5 – 8	mehka (deževnica)
9 – 18	srednje trda (vodovodna)
19 – 30	trda
nad 30	izredno trda

PRIBOR:

- erlenmajerica
- bireta, stojalo in prižeme
- polnilna pipeta 50 ml
- čaša
- merilna pipeta 5 ml

REAGENTI:

- standardna raztopina EDTA, $c_{(\text{EDTA})} = 0.01783 \text{ mol/l}$
- amoniakalni pufer
- standarnda raztopina HCl, $c_{(\text{HCl})} = 0.10 \text{ mol/l}$
- standardna raztopina NaOH, $c_{(\text{NaOH})} = 2.0 \text{ mol/l}$
- eriokromčrno T
- mureksid
- metil oranž

DELO:

Pripravimo 1.0 l raztopine EDTA z množinsko koncentracijo $c_{(\text{EDTA})} = 0.01783 \text{ mol/l}$. Če pripravimo raztopino take koncentracije, je $1 {}^{\circ}\text{dH}$ ekvivalentna 1 ml porabljenega EDTA. Tako lahko neposredno iz volumna EDTA sklepamo, kakšno trdoto ima voda.

a) Določitev karbonatne trdote vode

V erlenmajerico odpipetiramo 100 ml vzorca vode. Dodamo 2 kapljici indikatorja metil oranža in titriramo s standardno raztopino HCl s koncentracijo 0.10 mol/l do spremembe barve indikatorja v oranžno roza (čebulno). Odčitamo volumen kisline, ki smo jo potrebovali za nevtralizacijo vzorca.

b) Določitev kalcijeve in magnezijeve trdote – celokupna trdota vode

V erlenmajerico odpipetiramo 100 ml vzorca vode. Z merilno pipeto dodamo volumen HCl, ki smo ga porabili za nevtralizacijo vzorca. Nato dodamo v digestoriju s pipeto 2.0 ml amoniakalnega pufra in za nožev konico indikatorja eriokromčrno T. Titriramo z raztopino EDTA do spremembe barve od rdeče vijolične do modre. Odčitamo volumen EDTA in rezultat podamo v °dH.

c) Določitev kalcijeve trdote vode – množinska koncentracija Ca^+

V erlenmajerico odpipetiramo 100 ml vzorca vode. Z merilno pipeto dodamo volumen HCl, ki smo ga porabili za nevtralizacijo vzorca. Nato dodamo 10 ml NaOH 2mol/l in za nožev konico indikatorja mureksid. Titriramo z raztopino EDTA do spremembe barve iz rdeče v vijolično.

d) Določitev magnezijeve trdote vode

Izračunamo jo iz razlike med celokupno trdoto in kalcijevo trdoto.

MERITVE:

$$V_{(\text{HCl})} =$$

$$V_{(\text{EDTA})} =$$

$$V_{1(\text{EDTA})} =$$

RAČUN:

$$\text{Karbonatna trdota: } {}^{\circ}\text{Dh} = V_{(\text{HCl})} \cdot c_{(\text{HCl})} \cdot \frac{M(\text{CaO})}{2}$$

$$\text{Celokupna trdota: } 1 \text{ ml EDTA } (c = 0.01783 \text{ mol/l}) = 1 \text{ oDh}$$

$$\text{Kalcijeva trdota: } \gamma(\text{Ca}^{2+}) = \frac{V_{1(\text{EDTA})} \cdot c_{(\text{EDTA})} \cdot M(\text{Ca}^{2+})}{V_{\text{vzorca}}}$$

REZULTAT:

Vzorec vode	Karbonatna trdota	Celokupna trdota	Kalcijeva trdota	Magnezijeva trdota

7. vaja: ADSORPCIJA OCETNE KISLINE Z AKTIVNIM OGLJEM

OSNOVA VAJE:

Adsorpcija se uporablja in ima pomembno vlogo pri čiščenju, ločevanju snovi, kristalizaciji, ionskih izmenjevalcih ...

V živilstvu kot absorbant velikokrat uporabljamo aktivno oglje.

PRIBOR:

- erlenmajerica
- bireta
- polnilna pipeta
- merilna bučka
- tehntica
- pribor za filtracijo

REAGENTI:

- stand. razt. NaOH
- ocetna kislina
- aktivno oglje

DELO:

Pripravimo raztopino ocetne kisline z množinsko koncentracijo 0,5 mol/l. Pripravimo razredčitve raztopine s koncentracijami: 0,25 mol/l, 0,1 mol/l, 0,05 mol/l, 0,025 mol/l, 0,01 mol/l in 0,005 mol/l.

V erlenmajerico odpipetiramo 25 ml pripravljenе razredčene raztopine in titriramo s standardno raztopino NaOH in indikatorjem fenolftalein, iz meritev za vsako raztopino izračunamo točno koncentracijo.

V erlenmajerico odpipetiramo 100 ml raztopine kisline in dodamo 1 g aktivnega oglja. Pomešamo, pokrijemo in ob občasnem mešanju počakamo 1 uro. Pripravimo pribor za filtracijo in raztopino prefiltriramo. Pri filtraciji prvih 10 ml filtrata odstranimo. V erlenmajerico odpipetiramo 25 ml filtrata in ga titriramo s standardno raztopino NaOH in indikatorjem fenolftalein. Izračunamo točno koncentracijo ocetne kisline po filtraciji.

Rezultate zapišemo v tabelo. Iz tabele ugotovimo, koliko ocetne kisline se je adsorbiralo na aktivno oglje.

MERITVE:

REZULTATI:

začetna c mol/l ocetne kisline	poraba NaOH (ml)	izračunana c mol/l po adsorpciji
0,5		
0,25		
0,1		
0,05		
0,025		
0,01		
0,005		

8. vaja: DOLOČITEV KLORIDNIH IONOV PO MOHRU V VZORCU MARGARINE

OSNOVA VAJE:

Vzorec margarine vsebuje po pravilniku 1–2 % natrijevega klorida. Po Mohrovi metodi vzorec margarine direktno titriramo s standardno raztopino AgNO_3 .

PRIBOR:

- erlenmajerica
- bireta
- polnilna pipeta
- čaša
- gorilnik
- precizna tehnicka
- precizna tehnicka

REAGENTI:

- standardna raztopina AgNO_3 , $c_{(\text{AgNO}_3)} = 0.1 \text{ mol/l}$
- raztopina K_2CrO_4 , $w_{(\text{K}_2\text{CrO}_4)} = 10\%$

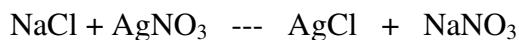
DELO:

V erlenmajerico na precizni tehnnici stehtamo 5 g vzorca margarine in pazimo, da ne umažemo vratu erlenmajerice. Nato dodamo 50 ml destilirane vode in vsebino segregemo na kuhalniku, da se vzorec raztopi, nato ga ohladimo do telesne temperature in mu dodamo 5 kapljic 5 %-nega indikatorja K_2CrO_4 . Titriramo s standardno raztopino AgNO_3 do pojava rdeče rjave oborine.

MERITVE:

$$V_{(\text{AgNO}_3)} =$$

REAKCIJA:



RAČUN:

$V_{(\text{AgNO}_3)}$ - poraba (L)

$c_{(\text{AgNO}_3)}$ - koncentracija (mol/L)

$M_{(\text{NaCl})}$ - molska masa natrijevega klorida (g/mol)

$m_{(\text{vzorca})}$ - volumen vzorca (L)

$$\text{NaNO}_3 = c_{\text{AgNO}_3} V_{\text{AgNO}_3} = \frac{m_{\text{NaCl}}}{M_{\text{NaCl}}}$$

$$w_{\text{NaCl}} = \frac{c_{\text{AgNO}_3} V_{\text{AgNO}_3} M_{\text{NaCl}}}{m_{\text{vzorca}}}$$

$$w_{\text{NaCl}} = \frac{c_{\text{AgNO}_3} V_{\text{AgNO}_3} M_{\text{NaCl}}}{m_{\text{vzorca}}}$$

REZULTAT:

DOLOČITEV KARAKTERISTIČNIH ŠTEVIL PRI OLJIH

9. vaja: ŠTEVILO UMILJENJA ALI SAPONIFIKACIJSKO ŠTEVILO

OSNOVA VAJE:

Število umiljenja je definirano z miligrami kalijevega hidroksida (KOH), ki se porabijo za nevtralizacijo prostih maščobnih kislin in za umiljenje esterskih skupin v enem gramu vzorca. Vrednost saponifikacijskega števila je karakteristična konstanta za posamezne vrste masti in olja. Njegova vrednost je odvisna od molekulskih mas maščobnih kislin, ki sestavljajo maščobo. Večja kot je molekulska masa, večje je saponifikacijsko število. Na njegovo vrednost vpliva tudi vsebnost neumiljivih snovi oziroma količina dodanih primesi.

PRIBOR IN REAGENTI:

- klorovodikova kislina 0.5 M
- etanolna raztopina KOH s koncentracijo 0.5 M
- indikator fenolftalein
- 100 ml-ska bučka
- tehnicka
- povratni hladilnik
- vodna kopel
- bireta

DELO:

V 100 ml-sko bučko z obrusom stehamo 1-2 g vzorca in s pipeto dodamo 25 ml etanolne raztopine KOH. Priključimo povratni hladilnik in zmes segrevamo na vodni kopeli 90 minut. Še vročo raztopino nato titriramo s klorovodikovo kislino. Kot indikator uporabljam fenolftalein.

Vzporedno titriramo raztopino, ki vsebuje samo reagente, da ugotovimo porabo kisline za nevtralizacijo enakega volumna.

MERITVE:

RAČUN:

$$\text{št. umiljenja} = \frac{V - V_1}{m(\text{vzorca})} \cdot \frac{c(HCl) M(KOH)}{g \text{ vzorca}}$$

V - volumen HCl za titracijo 25 ml KOH (l)

V_1 - volumen HCl za titracijo vzorca (l)

masa vzorca - zatehta vzorca maščobe(g)

REZULTAT:

10. vaja: KISLINSKO ALI NEVTRALIZACIJSKO ŠTEVILo

OSNOVA VAJE:

Kislinsko število izrazimo v mg kalijevega hidroksida, ki ga porabimo za nevtralizacijo prostih kislin v 1 g olja. Kislo reakcijo lahko povzročajo prosta žveplova kislina, ki ostane v olju po rafinaciji, naftalenske kisline ali pa produkti razkroja estrov maščobnih kislin, ki so sestavine teh snovi. Ta razkrok poteka počasi pod vplivom svetlobe in toplotne, zato višje vrednosti kislinskega števila kažejo tudi predvidevanje starosti olja.

PRIBOR IN REAGENTI:

- topilo etanol - toluen 1 : 1
- etanolna raztopina KOH 0.5 M
- indikator fenolftalein
- erlenmajerica
- bireta

DELO:

V erlenmajerico stehtamo 0.5 - 1.0 g vzorca olja, ga raztopimo v 50 ml topila, dodamo indikator in titriramo z etanolno raztopino KOH do preskoka barve.

Opomba :

Topilo, ki ga uporabimo za raztopljanje vzorca, predhodno nevtraliziramo v prisotnosti istega indikatorja.

MERITVE:

RAČUN :

$$\text{nevtralizacijsko št.} = \frac{V(\text{KOH})c(\text{KOH})M(\text{KOH})}{m(\text{vzorca})}$$

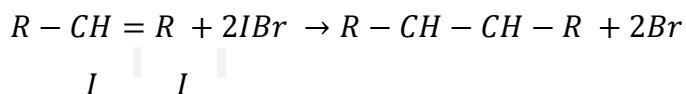
V (KOH) - volumen KOH (l)
m (vzorca) - masa vzorca (g)

REZULTAT:

11. vaja: JODOVO ŠTEVIVO

OSNOVA VAJE:

Jodovo število je definirano kot masa joda v gramih, ki se v določenih pogojih veže na dvojne vezi organskih spojin v 100 g vzorca. Jodiranje poteka z raztopino jodovega bromida v ocetni kislini. Raztopljenemu vzorcu dodamo jodov monobromid v presežku. Po končani reakciji jodiranja presežena množina JBr reagira z jodnimi ioni, izloči se ekvivalentna množina joda, ki ga titriramo s standardno raztopino natrijevega tiosulfata.



5 PRIBOR IN REAGENTI:

- kloroform
- raztopina jodovega bromida v ocetni kislini
- trden kalijev jodid (1 g)
- standardna raztopina natrijevega tiosulfata 0.1 M
- erlenmajerica
- bireta

6 DELO:

V erlenmajerico z obrusom stehtamo 1-1.5 g vzorca, dodamo 15 ml kloroforma, da se vzorec raztopi, in iz birete 20 ml raztopine jodovega bromida v ocetni kislini. Raztopino nekaj časa stresamo in pustimo čakati približno eno uro. Nato dodamo trden kalijev jodid 1 g ter titriramo izločeni jod s standardno raztopino natrijevega tiosulfata, kot indikator uporabljamo škrobovico, ki raztopinoobarva modro. Vzporedno naredimo slep poizkus. Priprava jodovega bromida v ocetni kislini

Stehtamo 13,2 g joda in ga raztopimo v enem litru brezvodne ocetne kisline. Če je potrebno, vsedino nekoliko segrejemo. Raztopino ohladimo in odpipetiramo 20 ml ter titriramo s standardno raztopino natrijevega tiosulfata. Izračunamo natančno množino joda, ki jo vsebuje raztopina in glede na to vsebnost dodamo ekvivalentno množino bromata. Razmerje med jodom in bromom je 1:1 (126,9 g joda je ekvivalentno 79,9 g bromata). Ustrezno množino bromata odpipetiramo in jo dodamo hladni raztopini joda. Vsebino shranimo v tesno zaprti temni steklenici.

7 MERITVE:

RAČUN :

$$jodno \ št. = \frac{(V - V_1) \ c(Na_2S_2O_3) \ M(I) \ 100}{m(vzorca)} \quad \left(\frac{g \ I}{100 \ g \ vzorca} \right)$$

V - volumen $Na_2S_2O_3$ za titracijo 20 ml JBr (l)

V_1 - volumen $Na_2S_2O_3$ za titracijo vzorca (l)

m (vzorca) - masa vzorca (g)

VIRI:

1. J. Sodja, Božič, Kemijo računanje učbenik, DZS Ljubljana 1995
2. J. Sodja, Božič, Kemijo računanje zbirka nalog, DZS Ljubljana 1995
3. M. Komar, J. Sodja, Kemijske analize živil, BITEHNIŠKA fakulteta, Ljubljana 1988
4. J. Brenčič, F. Lazarini, Splošna in anorganska kemija, DZS Ljubljana 1995
5. A. Kapun.Dolinar, Skripta Laboratorijske vaje, BIC Ljubljana GVŠ 2006
6. N. Bukovec, I. Leban, Vaje iz anorganske kemije, FNT Katedra za anorgansko kemijo 1985
7. Slike s spleta http://www.osbos.si/e-kemija/e-gradivo/1-sklop/laboratorijski_pribor.html
8. http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/6/6a/Hazard_N.svg