

4. KEMIKALIJE IN PRIPRAVA RAZTOPIN

Temeljni vir podatkov o kemikalijah so katalogi proizvajalcev, etikete na originalni embalaži kemikalije in varnostni listi.

Kemikalijo lahko opredelimo z različnimi podatki kot kaže tabela 8. Za poljubno kemikalijo po vaši izbiri, ki je ni v tabeli 8, poiščite na spletnem naslovu

<http://ecb.jrc.ec.europa.eu/esis/index.php> vse tri oznake, ki nastopajo v tabeli.



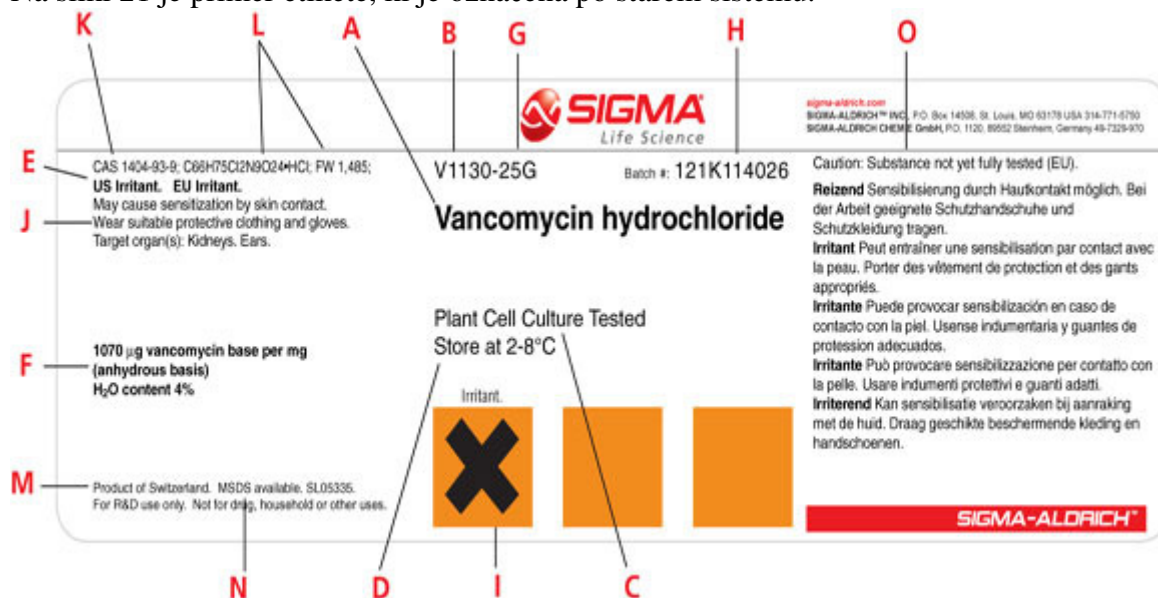
Tabela 8. Primerjalni prikaz različnih oznak kemikalij

Kemijsko ime	EC št.	Indeks št.	CAS št.
2-butanon	201-159-0	606-002-00-3	78-93-3
metanol	200-659-6	603-001-00-X	67-56-1
butan-1-ol	200-751-6	603-004-00-6	71-36-3
fenol	203-632-7	604-001-00-2	108-95-2
etanol	200-578-6	603-002-00-5	64-17-5

Nevarne kemikalije so na podlagi Zakona o kemikalijah (Ur. l. RS, št. 110/03 – uradno prečiščeno besedilo, 47/04 – ZdZPZ, 61/06 – ZBioP in 16/08) in UREDBE (ES) št. 1272/2008 EVROPSKEGA PARLAMENTA IN SVETA z dne 16. decembra 2008 o razvrščanju, označevanju in pakiranju snovi ter zmesi razvrščene v enega od razredov nevarnosti, ki jih uvaja Globally Harmonised System of Classification and Labelling of Chemicals (GHS). Osnovni dokument GHS je dostopen na naslovu:

http://www.unece.org/trans/danger/publi/ghs/ghs_rev03/03files_e.html

Na sliki 21 je primer etikete, ki je označena po starem sistemu.



Slika 21. Etiketa označena po starem: A – ime proizvoda in opis, B – številka proizvoda, C – nadaljnji opis, D – priporočila o uporabi in shranjevanju, temperatura shranjevanja velja za daljše hranjenje, prevoz kemikalije je lahko opravljen pri drugačnih pogojih, da zmanjšamo stroške a mora še vedno zagotavljati kakovost izdelka, E – izjava o nevarnosti, F – analiza serije, podatki o aktivnosti, čistosti, stopnji vezave vode za to serijo, G – količina pakiranja, H – številka serije, I – znaki za nevarnost, J – nadaljnja informacija o nevarnosti, K – CAS

številka (Chemical Abstracts Service number), L - kemijska formula in relativna molekulska masa, M – država izvora, N – varnostni list (MSDS – material safety data sheet) je mogoče dobiti, O - EC številka (EINECS ali ELINCS), proizvod brez EINECS številke ima opozorilo: »Pozor: Snov še ni v celoti testirana«.

Na etiketi, na sliki 21 se je pojavil simbol FW (formula weight). Preberite enoti 8.4 in 8.64 v dodatnem gradivu [1] in presodite ali je to po SI sprejemljiva veličina? Pojasnite, kaj ste ugotovili. Kateri veličini bi bilo primerneje podati in s kakšnima simboloma ju zapišemo.



Ali je na etiketah na slikah 22 in 23 tudi FW? Kaj je na etiketah na sliki 22 v zgornjem levem kotu?



Trenutno sta v veljavi dva načina označevanja nevarnih kemikalij. Po Zakonu o kemikalijah je do 1. 12. 2010 še v veljavi označevanje z oranžnimi simboli na črni podlagi, kot je to na etiketi na sliki 21. Z uredbo GHS prične s 1. 12. 2010 veljati globalno usklajeni sistem za razvrščanje in označevanje kemikalij.

Po GHS uredbi morajo biti na etiketi naslednji podatki:

- Ime, naslov in telefonska številka dobavitelja.
- Identifikatorji izdelka (ime in trgovsko ime, racionalna molekularna formula, CAS številka ali druge oznake kemikalij).
- Piktogram.
- Opozorilna beseda (Pozor, Nevarno).
- Stavki o nevarnosti (H-opozorila).
- Previdnostni stavki (P-opozorila).
- Količina (splošna uporaba).
- Dodatne informacije (dodatni stavki o nevarnosti).

Prehod od starega h GHS sistemu označevanja kemikalij prikazuje slika 22, na primeru etikete za metanol.

Oglejte si dopolnilno gradivo proizvajalca kemikalij Merck v spletni učilnici in odgovorite na naslednja vprašanja.

Kaj so stavki o nevarnosti (H-opozorila, H- Statements)?



Kako so sestavljene oznake stavkov o nevarnosti (H-opozorila)?



Kaj so previdnostni stavki (P-opozorila, P-Statements)?



Kako so sestavljene oznake previdnostnih stavkov (P-opozorila)?



Natisnite gradivo s H- in P-opozorili ter R- in S-stavki iz spletne učilnice, ker ga boste rabili pri vaji.



Signal word ("Danger")



Hazard pictograms

Hazard and precautionary statements

Slika 22. Primerjava etikete označene po starem (zgoraj) in etikete označene po GHS sistemu (spodaj).

Na etiketi očetne kisline, ameriškega proizvajalca kemikalij J. T. Baker, ki je na sliki 23 in uporabljaja nekoliko drugačen varnostni informacijski sistem, označite in opredelite pomen čim več elementov.



2.5 L 9511-05
Acetic Acid, Glacial
 Acide Acétique
'BAKER ANALYZED'® A.C.S. Reagent
 (Aldehyde Free)
 (Suitable for Cholesterol Determination)
CH₃COOH FW 60.05
 ACTUAL ANALYSIS, LOT V12028
 USE BEFORE 06/2005

Meets A.C.S. Specifications
 Assay (by GC, corrected for water) 99.7 % min.
 Acetic Anhydride ((CH₃CO)₂O) 0.01 % max.
 Color (AP44) 10 max.
 Dilution Test Passes Test
 Residue after Evaporation 0.001% max.
 Acetaldehyde 0.000% max.
 Substances Reducing Dichromate Passes Test
 Substances Reducing Permanganate Passes Test
 Titration Base (meq/g) 0.0004 max.
 Suitability for Cholesterol Determination Passes Test

Trace Impurities (in ppm):
 Chloride (Cl) 0.5 max.
 Sulfate (SO₄) 0.5 max.
 Copper (Cu) 0.1 max.
 Heavy Metals (as Pb) 0.5 max.
 Iron (Fe) 0.2 max.
 Nickel (Ni) 0.1 max.

FLASH POINT: 40°C (104°F) (Closed Cup)
 DOT Name: ACETIC ACID, GLACIAL (WITH MORE THAN 80% ACID, BY MASS)
 UN2789 CAS NO: 64-19-7
 J.T. Baker NEUTRASORB® or TEAM® Low Na⁺ acid neutralizers are recommended for spills of this product.
 MADE IN USA
 11252209 6355
 HPS
 NOTE: KEEP IN TIGHTLY CLOSED CONTAINER AT TEMPERATURE ABOVE 63°F. IF FROZEN, THAW BY MOVING CAREFULLY TO WARM AREA. LOOSEN CLOSURE CAREFULLY.
 tyco
 Specialty Products
 J.T. Baker

Slika 23. Etiketa ameriškega proizvajalca kemikalij J. T. Baker

Na etiketah so tudi podatki o razredu kemikalije (Chemical Grade, Grade of Chemical), ki pove njeno stopnjo čistosti. Pogoste so oznake kot npr A.C.S., p.a., AR, GR. Na etiketah, ki so na slikah 21 do 23, poiščite oznake o razredu kemikalije. Izpišite jih in poskusite pojasniti njihov pomen. Pomagajte si s spletnimi viri. Dva naslova navajamo tukaj:

<http://www.reagents.com/products/reagents/grades.html>

<http://www.sigmaaldrich.com/analytical-chromatography/fluka-analytical/fluka-and-riedel-quality/definitions.html>



Namen te vaje je, da se boste naučili:

- razbrati podatke z originalne embalaže kemikalije in jih pravilno uporabiti pri načrtovanju priprave raztopine z zahtevano koncentracijo,
- kemikalijo pravilno navesti v Eksperimentalnem delu diplome ali projektne naloge,
- uporabiti varnostni list,
- ovrednotiti nevarnosti pri uporabi kemikalije in sestaviti navodilo za varno delo,
- uporabiti kataloge o kemikalijah v različnih oblikah (papirna in elektronska) in razlikovati med različnimi razredi iste kemikalije,
- pravilno pripraviti raztopine za različne namene in glede na različne zahteve, in to z gravimetričnimi in/ali volumetričnimi postopki,
- pravilno razredčiti raztopino.

4.1 Priprava raztopin iz koncentriranih raztopin reagentov

Pri vaji boste predvideli pripravo raztopine iz koncentrirane raztopine reagenta. Izračunajte nalogi, ki sledita.

Izračunajte množinsko koncentracijo koncentrirane raztopine klorovodikove kisline ($M = 36,461 \text{ g/mol}$, $w = 37 \%$, $\rho = 1,186 \text{ kg/L}$).



Kakšen volumen koncentrirane raztopine klorovodikove kisline ($M = 36,461 \text{ g/mol}$, $w = 37 \%$, $\rho = 1,186 \text{ kg/L}$) bi morali odmeriti, da bi pripravili 1 L raztopine HCl s koncentracijo 0,1 mol/L?



Naloga:

Ime in priimek:



Kemikalija: _____

Koncentracija raztopine (γ ali c): _____

Volumen pripravljene raztopine: _____

4.1-1/4 Branje podatkov z etikete kemikalije

Za kemikalijo, ki vam je bila dodeljena, odčitajte z originalne embalaže vse identifikatorje izdelka (ime, formulo, CAS številko ali drugo identifikacijsko številko, molsko maso).



Izpišite značilnosti kemikalije (masni delež, čistost, gostoto). Uporabljajte pravilne simbole veličin in enote.



Izpišite razred kemikalije (kot npr. A.C.S., p.a., AR, GR, puriss., purum, techn.) ter podatke o proizvajalcu.



Poiščite kataložko številko izdelka in številko serije (Lot, Batch).



4.1-2/4 Načrtovanje priprave raztopine

Uporabite podatke o kemikaliji z etikete kemikalije in za nalogo, ki ste jo dobili, izračunajte volumen koncentrirane raztopine, ki bi ga morali odmeriti, da bi pripravili raztopino zahtevane koncentracije in volumna. Če na etiketi ni podatka o gostoti, uporabite podatek z varnostnega lista. Če je masni delež opredeljen kot območje, vzemite sredino območja.



Predvidite konkreten pribor za pripravo te raztopine. Pomagajte si s katalogi. Izpišite vse bistvene podatke, ki pribor določajo. Utemeljite izbiro pribora.



Podatke, ki ste jih zbrali, povežite v opis, ki sodi v eksperimentalni del. Upoštevajte vsa predhodna navodila povezana s tem.

Kemikalije popolno navedemo tako, da vključimo: ime kemikalije, kemijsko formulo, molsko maso, masni delež, gostoto, CAS številko in razred kemikalije. Predvidite vrsto vode in na koncu eksperimentalnega dela napišite v stavku, kakšno vrsto vode uporabimo za pripravo raztopine.



Eksperimentalni del

Aparature in pribor

Kemikalije in reagenti

4.1-3/4 Uporaba varnostnega lista za pripravo navodila za varno delo

Pred vsakim kemijskim postopkom se mora oseba, ki bo postopek izvajala seznaniti z nevarnostmi in ukrepi ob morebitnih nezgodah. Če so navodila za varno delo že napisana, jih oseba prebere in s podpisom potrdi, da je z vsebino seznanjena ter jo razume. Če navodil ni, jih mora izvajalec postopka pripraviti in dati to v potrditev nadrejenemu, ki s tem izvajanje postopka tudi odobri.

Uporabite varnostni list (Safety Data Sheet, Material Safety Data Sheet – MSDS) za vašo kemikalijo in napišite navodilo za varno delo za pripravo raztopine, ki vam je bila dodeljena kot naloga. K posameznim naslovom pripišite številke enot v varnostnem listu, iz katerih ste podatke črpali.

**Navodila za varno delo**

Datum:	Referenčne številke:
Katedra: Lokacija izvedbe dela:	Osebe, ki bodo vključene:

Naslov eksperimenta: _____

Opis postopka: _____

Kemikalija: CAS številka: _____ **Kemijsko ime:** _____

Kemijske nevarnosti

(Fizikalne nevarnosti npr. eksplozivnost, vnetljivost ipd. in nezdružljivost z drugimi kemikalijami.)

Nevarnost za zdravje in okolje

(Stik s kožo, očmi, vdihavanje, zaužitje, nevarnost za organe.)

Zaščitni ukrepi in pravila obnašanja

Ukrepi za zaščito pred nevarnostjo

(Npr. preverjanje, če je ob delovnem mestu tisto, kar rabimo za učinkovito ukrepanje v primeru nezgode.)

Odstranjevanje

Obnašanje ob nezgodah in razlitju

Prva pomoč

(Stik s kožo, očmi, vdihavanje, zaužitje, nevarnost za organe.)

Sestavil - podpis:**Odobril:****Datum:****4.1-4/4 Uporaba katalogov za iskanje podatkov o kemikalijah**

Za vašo kemikalijo poiščite, kakšni razredi čistosti te kemikalije so v katalogu. Različne možnosti izpišite z vsemi bistvenimi podatki. Vključite tudi količino in kataloške številke, po katerih bi lahko kemikalije naročili.



Za katero kemikalijo bi se odločili? Napišite kataloško številko in utemeljite izbiro!



Napišite podatke o proizvajalcu kemikalij in poskusite pridobiti podatek o zastopniku oz. ponudniku, pri katerem bi kemikalijo lahko naročili. Oglejte si katalog kemikalij na spletu.



[1] NIST Special Publication 811, Guide for the Use of the International System of Units (SI), March 2008.

4.2 Priprava raztopin iz koncentriranih raztopin kislin

Pri pripravi raztopin iz koncentriranih raztopin kislin je treba upoštevati pravila varnega dela. V tem primeru konic pipet ne brišemo z vpojnim papirjem. Kisline vedno dodajamo v vodo in nikoli obratno. Zavedati se je treba, da so reakcije eksotermne. Ob nepravilnem ravnanju lahko kislina brizgne iz posode in povzroči poškodbe. Dušikova kislina na koži povzroča ksantoproteinsko reakcijo, žveplova kislina razgrajuje organske snovi. Pred delom preberite navodila za varno delo in s podpisom potrdite, da jih razumete in ste z njimi seznanjeni.

4.2-1/1 Priprava raztopine kisline

Pripravite raztopino kisline za nalogo, ki vam je bila dodeljena. Opišite postopek priprave. V posodo za Coulterjev števec odmerite predpisani odmerek raztopine kisline za titracijsko preverjanje.

Naloga:

Ime in priimek:



Kislina: _____

Koncentracija raztopine (γ ali c): _____

Volumen pripravljene raztopine: _____

Volumen raztopine kisline, ki ga boste odpipetirali za preverjanje s titracijo bo _____

Prepišite vse bistvene podatke z originalne embalaže kisline.



Izračunajte, volumski odmerek koncentrirane raztopine kisline za pripravo raztopine kisline.



Merilna pipeta kakšne kapacitete je najustreznejša za izračunani volumski odmerek: 10 mL, 5 mL ali 2 mL?



Prepišite podatke z volumetrične steklenice in s pipete, ki ju boste uporabili za pripravo raztopine.



Pripravite raztopino kisline. Volumetrično steklenico prvo delno napolnite z dvakrat deionizirano vodo in šele nato vanjo odmerite kislino. Raztopino v steklenici dopolnite do oznake šele, ko ima raztopina sobno temperaturo.

Ali bi pripravili raztopino s previsoko ali s prenizko koncentracijo kisline, če bi volumen segrete raztopine kisline takoj uravnali na oznako z dodatkom deionizirane vode?



V posodo za Coulterjev števec odmerite zahtevani odmerek pripravljene raztopine kisline in ga dajte preverit s titracijo. Tehnik ali asistent naj vam vpiše podatek o množini porabljenega titrirnega sredstva. Asistent ovrednoti vaš rezultat.



$n_{\text{NaOH}} =$

Opišite postopek priprave raztopine. Opis začnite z enoto aparature in pribor. Navedite tudi titrator, s katerim je bila preverjena sestava raztopine. Nadaljujte z enoto kemikalije in priprava raztopin. Uvedite podnaslov, v katerem opredelite raztopino npr: Razredčena raztopina klorovodikove kisline 1 mmol/L. Premislite, s koliko številčnimi mesti je smiselno navesti koncentracijo glede na to, kako natančno je podan masni delež koncentrirane raztopine kisline, ki ste jo uporabili za pripravo.

Primer opisa priprave raztopine: Y mL volumetrično steklenico smo napolnili z dvakrat deionizirano vodo približno do dveh tretjin nazivnega volumna. Z X mL merilno pipeto smo v volumetrično steklenico prenesli Z mL koncentrirane raztopine kisline Q. Počakali smo, da se je raztopina kisline ohladila na sobno temperaturo. Nato smo raztopino kisline v volumetrični steklenici dopolnili z dvakrat deionizirano vodo do oznake.



PRIPRAVA RAZTOPINE KISLINE

Aparature in pribor

Upoštevajte, kako natančno so navedeni posamezni podatki na etiketi kemikalije in presodite ali lahko iz koncentriranih raztopin kislin pripravimo raztopine s točno poznano koncentracijo kisline? Odgovor utemeljite.



Ali lahko z volumetričnimi operacijami iz koncentrirane raztopine neke snovi z opredeljenim masnim deležem pripravimo razredčeno raztopino snovi z znanim masnim deležem. Drugače povedano ali je pravilno, če trdimo, da je masni delež H_2O_2 v raztopini 3 %, če smo to raztopino pripravili v 100 ml volumetrični steklenici z 10 mL odmerkom koncentrirane raztopine H_2O_2 ($w = 30 \%$, $M = 34,02 \text{ g/mol}$, $\rho = 1,12 \text{ g/cm}^3$)? Odgovor utemeljite z matematičnimi izrazi.



4.3 Redčenje raztopin barvil

Različni kemijski postopki pogosto zahtevajo redčenje raztopin. Zahteve za redčenje lahko izrazimo na različne načine. Lahko ga izrazimo z množinsko ali masno koncentracijo, ki naj jo ima raztopina, ki jo pripravimo iz neke izhodne ali osnovne raztopine ali pa navedemo volumsko razmerje, volumski delež ali faktor redčenja.

Redčenje je lahko enostopenjsko ali večstopenjsko. Pri večstopenjskem redčenju ali postopnem razredčevanju, kjer iz izhodne ali osnovne raztopine pripravimo prvo razredčeno raztopino in iz te nadaljnjo, ter tako naprej, se je treba zavedati, da vsaka nadaljnja stopnja doda nekaj k nezanesljivost koncentracije pripravljene raztopine in se ta z nadaljnjim redčenjem vseskozi povečuje.

Če predpostavimo, da so volumni aditivni, lahko iz dveh različnih načinov priprave izpeljemo različne načine izražanja redčenja kot povzema tabela 9.

Volumsko razmerje izračunamo po enačbi 9, kjer je V_o volumen izhodne oz. osnovne raztopine, in V_{H_2O} volumen vode kot topila:

$$\text{Volumsko razmerje} = V_o/V_{H_2O} \quad (9)$$

Enačba 10 povzema izračun volumskega deleža φ_o izhodne oz. osnovne raztopine, kjer je volumen pripravljene raztopine označen s simbolom $V_{\text{raztopine}}$.

$$\varphi_o = V_o/V_{\text{raztopine}} \quad (10)$$

Napišite ime grške črke φ .



Faktor redčenja izračunamo kot recipročno vrednost φ kot povzema enačba 11.

$$\text{Faktor redčenja} = F.r. = V_{\text{raztopine}}/V_o = 1/\varphi_o \quad (11)$$

Če koncentracijo redčene raztopine c_r pomnožimo s faktorjem redčenja, dobimo koncentracijo izhodne oz. osnovne raztopine c_o kot prikazuje enačba 12.

$$c_o = c_r V_{\text{raztopine}}/V_o = c_r F.r. \quad (12)$$

Če koncentracijo izhodne oz. osnovne raztopine c_o pomnožimo z volumskim deležem izhodne oz. osnovne raztopine v redčeni raztopini φ_o , dobimo koncentracijo redčene raztopine, kot prikazuje enačba 13.

$$c_r = V_o c_o/V_{\text{raztopine}} = \varphi_o c_o \quad (13)$$

Katere vrste volumetričnega pribora bi lahko uporabili za pripravo raztopin z zahtevanim volumskim razmerjem? Kateri od načinov priprave bi bil najbolj zanesljiv?



Tabela 9. Različni načini izražanja redčenja

Način priprave ($V_o + V_{H_2O}$)	Volumsko razmerje	Način priprave (V_o v $V_{raztopine}$)	Volumski delež	Faktor redčenja
9 mL + 1 mL	9:1	9 mL v 10 mL	9:10, 0,9, 90 %	1,111
8 mL + 2 mL	4:1	8 mL v 10 mL	4:5, 0,8, 80 %	1,25
7 mL + 3 mL	7:3	7 mL v 10 mL	7:10, 0,7, 70 %	1,426
6 mL + 4 mL	3:2	6 mL v 10 mL	3:5, 0,6, 60 %	1,667
5 mL + 5 mL	1:1	5 mL v 10 mL	1:2, 0,5, 50 %	2
4 mL + 6 mL	2:3	4 mL v 10 mL	2:5, 0,4, 40 %	2,5
3 mL + 7 mL	3:7	3 mL v 10 mL	3:10, 0,3, 30 %	3,333
2 mL + 8 mL	1:4	2 mL v 10 mL	1:5, 0,2, 20 %	5
1 mL + 9 mL	1:9	1 mL v 10 mL	1:10, 0,1, 10 %	10

Katere vrste volumetričnega pribora bi lahko uporabili za pripravo raztopin z zahtevanim volumskim deležem? Kateri od načinov priprave bi bil najbolj zanesljiv?



Masna koncentracija izhodne oz. osnovne raztopine barvila je 11 mg/L. Izračunajte koncentracijo raztopine, ki smo jo pripravili tako, da smo v suho posodo z bireto odmerili 13,5 mL izhodne raztopine barvila in ji z drugo bireto dodali 27,0 mL dvakrat deionizirane vode.



V kakšnem volumskem razmerju smo izhodno oz. osnovno raztopino barvila razredčili z dvakrat deionizirano vodo?



Množinska koncentracija izhodne oz. osnovne raztopine barvila je 45 $\mu\text{mol/L}$. V 20 mL volumetrično steklenico smo s polnilno pipeto odmerili 4 mL izhodne oz. osnovne raztopine barvila in raztopino z dvakrat deionizirano vodo razredčili do oznake. Izračunajte množinsko koncentracijo barvila v pripravljeni raztopini.



Izračunajte volumski delež osnovne raztopine barvila v pripravljeni raztopini.



Izračunajte faktor redčenja.



Masna koncentracija rumenega barvila v osnovni raztopini je 21,6 mg/L. Masna koncentracija modrega barvila v osnovni raztopini je 7,8 mg/L. Zmesno raztopino obeh barvil smo pripravili

tako, da smo v suho posodo odmerili 16 mL osnovne raztopine rumenega barvila in temu dodali 4 ml osnovne raztopine modrega barvila. Predpostavite aditivnost volumnov in izračunajte masno koncentracijo rumenega in modrega barvila v pripravljeni raztopini. Izračunajte tudi faktorja redčenja za obe barvili.



Niz petih raztopin smo pripravili v 50 mL bučkah razreda A s stopenjskim redčenjem z uporabo 25 mL polnilne pipete razreda A. V prvo bučko smo odmerili 25 mL izhodne oz. osnovne raztopine barvila z množinsko koncentracijo barvila $25 \mu\text{mol/L}$. Raztopino v bučki smo razredčili s prečiščeno vodo do oznake in jo premešali z večkratnim počasnim obračanjem bučke. V drugo bučko smo s polnilno pipeto odmerili 25 mL te raztopine. Raztopino v drugi bučki smo dopolnili s prečiščeno vodo do oznake in premešali. V tretjo bučko smo prenesli 25 mL raztopine iz druge bučke in tako nadaljevali s pripravo raztopin v preostalih bučkah. Izračunajte koncentracije barvila v vsaki od bučk.



Izračunajte, kakšne volumske odmerke izhodne oz. osnovne raztopine barvila iz prejšnjega primera bi morali odmeriti v 50 ml bučke, da bi enostopenjsko pripravili pet raztopin z enakimi koncentracijami kot v prejšnjem primeru.



4.3-1/1 Priprava raztopine barvila

V suhi posodi za Coulterjev števec pripravite razredčeno raztopino barvila ali dveh barvil kot zahteva naloga. Za odmerjanje osnovne raztopine barvila in dvakrat deionizirane vode ali dveh osnovnih raztopin barvil uporabite bireti. Predpostavite, da sta volumna aditivna. Pravilnost priprave raztopine bomo preverili spektrometrično.

Naloga:**Ime in priimek:**

Barvilo _____

Koncentracija osnovne raztopine barvila $\gamma_o =$ _____Volumen osnovne raztopine $V_o =$ _____

Barvilo _____

Koncentracija osnovne raztopine barvila $\gamma_o =$ _____Volumen osnovne raztopine $V_o =$ _____**Naloga:**

V suhi posodi za Coulterjev števec pripravite razredčeno raztopino barvila ali dveh barvil. Skupni volumen pripravljene raztopine naj ne bo manjši od 7 mL in ne večji od 21 mL. Volumski odmerki naj bodo predvideni tako, da bodo cela ali polovična števila: npr. 6 mL ali 6,5 mL, ne pa 6,3 mL ali 5,9 mL. Raztopino pripravite tako, kot zahteva naloga. Izhajajte iz predpostavke, da so volumni aditivni.

A) Volumsko razmerje raztopine barvila _____ proti prečiščeni vodi naj bo _____ .

B) Volumski delež raztopine barvila _____ v pripravljene raztopini naj bo _____ .

C) Faktor redčenja raztopine barvila _____ naj bo _____ .

D) Volumsko razmerje raztopine barvila E133 proti raztopini barvila E110 naj bo _____ .

Prepišite vse bistvene podatke o barvilu ali barvilih z analiznega certifikata proizvajalca



Prepišite vse bistvene podatke z biret, ki sta vam na razpolago za pripravo raztopine.



Izračunajte, volumska odmerka, ki ju boste odmerili z biretama. Odmerka naj bosta ali celi števili ali pa podana na 0,5 mL.



Izračunajte masno koncentracijo barvila ali barvil v pripravljene raztopini.



γ = γ =

Oddajte raztopino v spektrometrično preverjanje. K simbolu za masno koncentracijo podpišite, na katero barvilo se nanaša. Tehnik ali asistent naj vam v gradivo vpiše rezultat preverjanja.



γ = γ =

Opišite postopek priprave raztopine. V seznam aparaturne in pribora vključite tudi spektrometer. Navedite podatke o uporabljen-i/(-ih) kemikalij-i/(-ah), vključite tudi serijsko številko (Lot, Batch). Vključite opis priprave osnovne raztopine barvila, ki je razviden iz volumna volumetrične steklenice in opredeljene koncentracije. Opis priprave naslovite: Osnovna raztopina barvila X z masno koncentracijo Y mg/L. V opisu priprave omenite, da ste raztopino dobili že pripravljeno. Nato pod naslednjim naslovom opišite postopek priprave vaše raztopine. Omenite postopek preverjanja koncentracije pripravljene raztopine in kaj ste z njim ugotovili.



PRIPRAVA RAZTOPINE BARVILA Z REDČENJEM

4.4 Priprava standardnih raztopin snovi s tehtanjem

Standardne raztopine snovi pogosto rabimo za kalibracijo (umerjanje) in v analizni kemiji npr. za titracije. To so raztopine pripravljene iz stabilnih, nehigroskopnih snovi, z definirano kemijsko sestavo in visoko stopnjo čistosti, pri katerih je koncentracija pripravljene raztopine natančno določena s postopkom priprave, to je natehto in redčenjem s topilom v volumetrični steklenici do oznake.

Primarne standardne substance pogosto sušimo, da odstranimo morebitno adsorbirano vlago. Način sušenja je odvisen od toplotne obstojnosti snovi. Adsorbirano vlago pogosto odstranjujemo s sušenjem pri (105 do 110) °C. Snov lahko sušimo do predpisanega časa npr. dve uri ali pa do konstantne mase.

Načini izražanja koncentracij so lahko različni. Razlikujemo množinsko in masno koncentracijo ter molalnost. Tudi pri raztopinah v nekaterih primerih izražamo sestavo z masnim deležem.

Prednost molalnosti in masnega deleža je v tem, da nanju temperatura ne vpliva. Merjenje mase je, kot vemo tudi bolj zanesljivo od merjenja volumnov. Priprava raztopin v volumetričnih steklenicah je sicer izvedbeno enostavnejša, ker pa se s temperaturo spreminja gostota raztopine, se pri koncentracijah, ki so izražene na volumen raztopine, s temperaturo spreminja tudi koncentracija.

Različni načini izražanja koncentracije so povzeti v tabeli 10, za preračunavanje različnih načinov izražanja koncentracije rabimo masno gostoto in molsko maso (tabela 11). Simboli n , m in V izražajo množino, maso in volumen, indeksa A in B označujeta topilo in topljenec.

Tabela 10. Različni načini izražanja koncentracije

Ime veličine	Množinska koncentracija	Masna koncentracija	Molalnost	Masni delež
Simbol	c	γ	b	w_B
Definicija	$c_B = n_B/V$	$\gamma_B = m_B/V$	$b_B = n_B/m_A$	$w_B = m_B/m$
SI enota	mol/m^3	kg/m^3	mol/kg	$\text{kg/kg} = 1$
Enota	mol/L	g/L	-	-

Tabela 11. Masna gostota in molska masa

Ime veličine	Simbol	Definicija	SI enota	Enota
Masna gostota	ρ	$\rho = m/V$	kg/m^3	$\text{kg/L}, \text{g/mL}$
Molska masa	M_B	$M_B = m_B/n_B$	kg/mol	g/mol

Uporabite dodatno literaturo [1], preberite enoti 7.10.3 in 8.6 in povzemite, kakšno stališče zavzema do enot, kot so utežni odstotek »% (m/m)«, ppm, ppb in pojma molarnosti ter nadomeščanja enote mol/L z M.



Ne glede na način izražanja koncentracije, je priprava vedno taka, da snov natehtamo. Tu je treba upoštevati, da tudi pri kemikalijah analiznega razreda (p. a.), kemikalija ni povsem čista. Čistost kemikalije je opredeljena na embalaži najpogosteje kot masni delež, za natančnejši podatek je smiselno poiskati analizni certifikat za prav to serijo kemikalije.

Čistost kemikalije, ki je podana z masnim deležem w , je lahko izražena različno. Podatek je vsekakor treba upoštevati, priporočila o tem, kako čistost kemikalije nadalje upoštevamo pri vrednotenju merilne negotovosti koncentracije pripravljene raztopine daje publikacija EURACHEM/CITAC [2]. Če je čistost kemikalije navedena npr. $w = 99,5 \%$, upoštevamo v izračunu to vrednost; če je navedena minimalna vsebnost $w \geq 99,5 \%$, vzamemo za izračun sredino območja do 100% , torej $99,75 \%$; če je navedeno območje npr. $(98 \text{ do } 101) \%$, vzamemo sredino območja, torej v tem primeru $99,5 \%$. Podatek o čistosti upoštevamo pri izračunu praktične koncentracije kot je povzeto v tabeli 12. Maso natehtane kemikalije smo označili z m_k , njeno čistost, torej masni delež spojine B v kemikaliji pa z w_B .

Tabela 12. Primerjava izrazov za teoretično in praktično računanje koncentracije

Ime veličine	Množinska koncentracija	Masna koncentracija	Molalnost	Masni delež
Teoretično	$c_B = m_B / (M_B V)$	$\gamma_B = m_B / V$	$b_B = n_B / m_A$	$w_B = m_B / m$
Praktično	$c_B = m_k w_B / (M_B V)$	$\gamma_B = m_k w_B / V$	$b_B = m_k w_B / (M_B m_A)$	$w_B = m_k w_B / m$

Izračunajte masno koncentracijo raztopine KCl, ki ste jo pripravili v 25 mL volumetrični steklenici iz 200,0 mg kemikalije, za katero proizvajalec navaja, da je vsebnost KCl najmanj 99,5 %.



Včasih sestavo standardne kalibracijske raztopine ne izrazimo s koncentracijo snovi npr. NaCl, temveč glede na anion ali kation. To uporabljamo npr. pri ionski kromatografiji, ko gre za pripravo standardnih kalibracijskih raztopin za določanje anionov oz. kationov. V tem primeru je koncentracija iona izražena z enačbo 14, kjer indeks B označuje sol npr. NaCl, indeks ion pa ion npr. Na^+ . Če kemijska formula soli ni tako enostavna, je treba upoštevati še stehiometrični odnos ali drugače povedano število ionov v soli.

$$\gamma_{\text{ion}} = m_B M_{\text{ion}} / (M_B V) = m_k w_B M_{\text{ion}} / (M_B V) \quad (14)$$

V enačbi 14 in nekaterih drugih enačbah za računanje koncentracije pripravljene raztopine v tabeli 12 nastopa tudi molska masa. Za to, da določimo maso snovi, moramo v primeru množinske koncentracije in molalnosti v izračunu uporabiti tudi molsko maso snovi. Podatek o molski masi snovi najdemo na originalni embalaži kemikalije, lahko jo tudi izračunamo iz relativnih atomskih mas elementov. Tu se pojavi vprašanje, kaj je ustrezen vir podatkov za izračun in ali je vsak »šolski« periodni sistem ustrezen za resno strokovno delo.

Ena od sekcij IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) se ukvarja tudi s tem, da redno objavlja posodobljene podatke o relativnih atomskih masah (atomskih težah), najnatančneje, kot so trenutno znane. Na spletni strani <http://www.chem.qmul.ac.uk/iupac/>

poiščite podatke o relativnih atomskih masah H, Na, K, Ca, Mg, C, N, O, S in Cl. Uporabite pravi simbol veličine v ustrezni pisavi in ustrezno podpišite simbol elementa.



Relativna atomska masa katerega od teh elementov je definirana najbolj natančno. S koliko signifikantnimi mesti je podana? Kaj pomeni zadnja številka v oklepaju?



V dodatnem gradivu [1] preberite enoto 8.4 in povzemite, kakšno stališče zavzema do pojma atomska teža in molekularna teža.



Izračunajte natehto NaCl za pripravo osnovne kalibracijske raztopine Cl^- s koncentracijo 1 g/L, če je kemikalija vsaj 99,5 % čistosti in pripravimo raztopino v 500 mL volumetrični steklenici razreda A.



4.4-1/1 Priprava standardne raztopin s predpisano masno koncentracijo iona

Pripravite raztopino za nalogo, ki vam je bila dodeljena. Izmerite specifično prevodnost pripravljene raztopine. Povežite se s kolegi, ki pripravljajo raztopino iz iste soli kot vi, da boste določili merilo abscisne osi glede na najvišjo in najnižjo množinsko koncentracijo soli znotraj skupine. Vrišite točke v zbirni graf in svojo točko označite s številko, ki jo imate pri vajah. Napišite poročilo o pripravi raztopine. Vključite tudi konduktometer in konduktometrično preverjaje in komentirajte graf.

Naloga:

Ime in priimek:



Snov: _____ Ion: _____

Masna koncentracija iona: _____

Volumen pripravljene raztopine: _____

Povzemite vse bistvene podatke z etikete ali analiznega certifikata kemikalije.



Izračunajte natehto kemikalije za pripravo raztopine iona z zahtevano koncentracijo. Pravilno upoštevajte podatek o čistosti kemikalije.

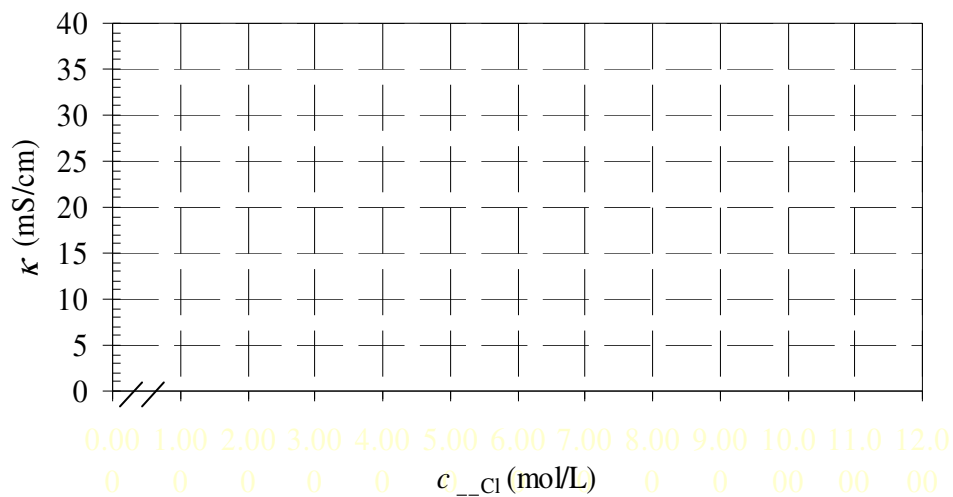


Med tehtanjem sušenih kemikalij mora biti v tehtnici praviloma silikagel. Snov natehtamo v čisto in suho tehtalno ladjico, ki jo pred tehtanjem in med njim prijemljemo samo z naprstniki, da ne vplivamo na maso natehte.

Pri pripravi raztopin je pomembno, da snov **kvantitativno prenesemo**. Tehtalno ladjico vstavimo v vrat buče. Snov kvantitativno prenašamo s pomočjo prečiščene vode. Ko smo v bučo prenesli vso snov, in notranjost ladjice večkrat oplaknili s prečiščeno vodo, ladjico toliko dvignemo iz vratu buče, da lahko z vodo iz puhalke v bučo oplaknemo še spodnji del cevi ladjice. Bučo izpolnimo s prečiščeno vodo, da je gladina tekočine malo pod oznako. Počakamo nekaj časa, da lahko vsa tekočina, ki je zastala na stenah, steče v bučo. Pripravimo si majhno čašo s prečiščeno vodo in čisto kapalko. Meniska tekočine v buči nikoli ne uravnavamo tako, da buča stoji na podlagi, saj podlaga pogosto ni povsem ravna. Za pravilno uravnanje meniska primemo vrat buče samo z dvema prstoma, in to čim višje ter bučo dvignemo tako, da je oznaka v višini naših oči. Buča prosto visi in je tako povsem navpična, kar je prvi pogoj, da bomo raven tekočine v njej pravilno uravnali. S pomočjo kapalke s prečiščeno vodo uravnamo menisk tekočine do oznake. Bučo zapremo z zamaškom, zamašek varujemo z roko in raztopino premešamo s počasnim obračanjem buče. Buče ne pretresamo, ker bi tako raztopino nasičevali s plini, kot smo že omenili v prvem poglavju.

Izračunajte množinsko koncentracijo iona v pripravljene raztopini. Izmerite specifično prevodnost (κ) vaše raztopine in rezultat vrišite v zbirni graf za vašo sol. K točki v grafu pripišite vašo zaporedno številko pri vajah.

Za merjenje prevodnosti prelijte raztopino v epruveto. Raven tekočine naj ne sega prek dveh petin višine epruvete. Konduktometrično sondo oplaknite s prečiščeno vodo. Z vpojnim papirjem odpivajte vodo z zunanega dela sonde in previdno tudi iz izvrtine. Konduktometrično sondo uvedite v epruveto in odčitajte merilno vrednost s konduktometra PCD650 (Eutech Instruments, Ayer Rayah Crescent, Singapore), ko se pojavi oznaka »Stable«.

 $c_{\text{---}} = \text{---}$ $\kappa(25\text{ }^{\circ}\text{C}) = \text{---} \text{ mS/cm}$ Poimenujte grško črko κ .

Slika 24.

PRIPRAVA STANDARDNE RAZTOPINE IONA ZAHTEVANE MASNE KONCENTRACIJE



Rezultate analize morske vode izražamo kot masni delež iona v raztopini. Komercialni kalibracijski standardi imajo koncentracijo ionov najpogosteje izraženo kot masno koncentracijo. Posledično dobimo tudi rezultat določitve iona v morski vodi izražen kot masno koncentracijo iona. Kako bi rezultat določitve pretvorili v želeni način izražanja? Izpeljite matematično zvezo. Kateri dodatni podatek bi rabili in od česa je ta odvisen?

R

Druga možnost bi bila, da bi kalibracijske raztopine pripravili tako, da bi bil znan masni delež ionov, potem bi tudi rezultat analize morske vode dobili že neposredno v želenih enotah. Za primer, raztopine, ki ste jo pripravili, predvidite postopek priprave, ki bi zagotovil, da bi bil znan masni delež iona v raztopini. Premislite, kakšne bi morale biti natehte, kako bi izvedli

postopek priprave in ali bi moral biti volumetrični pribor, v katerem bi raztopino pripravili, suh ali ne.

R

Opišite, kako bi pripravili raztopino, da bi bila znana njena molalnost.

R

Kateri podatek, bi rabili, da bi molalnost lahko pretvorili v masno koncentracijo? Izpeljite formulo za pretvorbo molalnosti v masno koncentracijo.

R

[1] NIST Special Publication 811, Guide for the Use of the International System of Units (SI), March 2008.

[2] EURACHEM/CITAC Guide, Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 2000, 34-39. (dostopno na spletu)