

UPOZNAVANJE SA HEMIJSKOM LABORATORIJOM

MJERE BEZBJEDNOSTI

Ne radite sami u laboratoriji!!

Studenti su dužni da temeljno pripreme vježbu!

Svaki student mora nositi zaštitni mantil. Kosa mora biti vezana!

Svaki student ima svoje radno mjesto. Radni sto mora biti čist i uredan. Reagens boce nakon upotrebe odmah zatvoriti, vratiti na svoje mjesto da bi ostali studenti mogli da ih koriste.

Koristićete veliki broj različitih supstanci. Njihov sastav i osobine su nam uglavnom dobro poznate, ali ipak se treba pridržavati pravila da svaka hemikalija može da bude opasna ako se ne koristi na pravi način. Izbegavajte svaki fizički kontakt sa hemikalijama.

U laboratoriju je zabranjeno unositi hranu i piće.

Eksperimente koji uključuju toksične i hemikalije neprijatnog mirisa treba izvoditi u laboratorijskoj kapeli ili digestoru. Digestor je izdvojeni dio laboratorije opremljen efikasnim sistemom za ventilaciju.

Miris je karakteristična osobina supstanci, tako da je nekada potrebno da nešto pomirišemo u cilju identifikacije. Ne približavajte otvor suda nosu, laboratorijska posuda se drži dalje od lica, jednom rukom zamahne iznad posude ka sebi i na taj način vazduh usmeri ka nosu, sasvim dovoljno da nešto pomirišemo.

Kada radite sa rastvorima kiselina i baza nikada ne miješajte vrele rastvore. Prilikom razblaživanja kiselina nikada se ne sipa voda u kiselinu, već kiselina u vodu. Uz lagano miješanje.

Prilikom zagrijavanja se ne nadosite nad otvor posude ili epruvete. Otvor epruvete ne okretati ka sebi ili ka drugim studentima. Najstrožije je zabranjeno ostavljanje aparature ili plamenika bez nadzora. Nakon završetka ogleđa plamenik odmah isključiti.

Na kraju vježbe oprati posuđe, očistiti radno mjesto. Višak hemikalija nikada ne vraćati u reagens boce.

U slučaju bilo kakve nezgode odmah se obratiti asistentu ili laborantu!

PRVA POMOĆ U LABORATORIJI

Posjekotine – okolinu rane isprati vodom i sapunom ili razblaženim etanolom zatim čvrto previti zavojem. U slučaju većeg krvarenja ne ispirati ranu vodom.

Opekotine – manje opekotine (crvenilo) isprati većom količinom hladne vode i namazati mašću za opekotine, npr. jekodermom. Veće opekotine se previju gazom natopljenom 5% NaHCO₃ i odmah pozvati lekara!

Trovanje gasovima – povrijeđenog odmah iznijeti na vazduh, leći ga na bok, olabaviti odeću oko struka i vrata, u slučaju crvenila u licu staviti jastuk ispod glave i odmah pozvati lekara.

Povrede izazvane hemikalijama :

Koža – ako u kontakt sa kožom dođe c.c. H₂SO₄ obrisati kiselinu suvom krpom ili gazom, isprati vodom i premazati blago jekodermom. U sličaju kontakta sa ostalim kiselinama nakon vode ispirati sa 3% NaHCO₃ ili boraksom, na kraju opet vodom. Baze i koncentrovane alkalije ispirati 3% rastvorom sirćetne kiseline ili limunovim sokom.

Oči – ako kiselina dođe u kontakt sa očima prvo isprati sa obilnom količinom vode a zatim sa 1% NaHCO₃. U slučaju povrede alkalijama primijeniti isti postupak samo za ispiranje koristiti 2% bornu kiselinu. Obavezno pozvati lekara!!

Usta – ako kiselina dospije u usta, kiselinu ispljunuti, usta isprati sa dosta vode a zatim sa 3% NaHCO₃ (u slučaju alkalija 1-3% CH₃COOH). Ako kiselina dospije u želudac, neutrališe se suspenzijom MgO (20g MgO na 300cm³ H₂O). Ne smije se dodavati NaHCO₃ da zbog nastalog CO₂ ne bi popucao želudačni zid. U slučaju gutanja alkalije neutralizacija se vrši sa 1%CH₃COOH ili limunovim sokom ili mlijekom. Zabranjeno je izazivati povraćanje.

OSNOVNE LABORATORIJSKE OPERACIJE

MERENJE MASE

Za merenje mase koristimo vage koje se mogu klasifikovati na više načina. Osnovna klasifikacija se vrši na osnovu tačnosti merenja. *Tehničke vage* se koriste za relativno gruba merenja, sa tačnošću **0,01g**, dok se za preciznija merenja koriste *analitičke vage* sa tačnošću merenja od **0,0001g**.

Pored mehaničkih vaga sa dva tase koje su se nekada više koristile, danas su u upotrebi digitalne vage sa jednim tasom i direktnim očitavanjem mase. Vaga se uključuje pomoću prekidača on-off, sačeka se par sekundi i ako displej ne pokazuje 0,00g pritisne dugme T (tarirase) čime se podešava nula vage.



Postoje određena pravila kojih se treba pridržavati u toku merenja :

- pre početka merenja proveriti da li je vaga u horizontalnom položaju, ako nije položaj se podešava zavrtnjem nožica
- pre nuliranja vage njen tas treba da je prazan
- supstance se nikada ne stavljaju direktno na tas, već se odmeravaju u laboratorijskoj čaši, sahatnom staklu ili posebnim podmetačima za merenje izradjenim od plastike ili specijalne hartije
- posude za odmeravanje moraju biti čiste, suve, hladne
- svaka vaga ima svoj kapacitet merenja koji se ne sme prekoračiti
- ako se u okviru istog oglada više puta meri mora se koristiti ista vaga.

MERENJE ZAPREMINE

Za odmeravanje zapremine tečnosti najčešće se upotrebljavaju menzura, pipeta, bireta i odmjerni (normalni) sud.

Menzura se koristi za grubo odmeravanje zapremine. Izradjuju se menzure različitih zapremina. Prilikom očitavanja nivo tečnosti mora biti u vizini očiju i to na podeoku na kome se donji menisk tečnosti poklapa sa graviranom crtom. Greške prilikom odmeravanja su manje ako se koriste odgovarajuće menzure, dakle za određivanje manje zapremine koristi se menzura približne zapremine.

Pipete se koriste za nešto preciznije određivanje zapremine. Sa običnim graduisanim pipetama možemo meriti različite zapremine, a trbušastu pipetu koristimo za određivanje tačno određene zapremine tečnosti. Propipetu koristimo u radu sa koncentrovanim kiselinama i toksičnim supstancama (gumena loptica se stavlja na vrh pipete i služi za uvlačenje tečnosti).

Birete se najčešće koriste u volumetrijskim analizama. Na dnu birete se nalazi slavina kojom se podešava brzina isticanja tečnosti. Očitavanje zapremine se vrši na isti način kao kod menzura i pipeta,

gleda se donji nivo tečnosti koji mora biti u nivou očiju. Treba voditi računa prilikom sipanja tečnosti u biretu da ne zaostanu mehurići vazduha.

Odmjerni sud je posuda na kojoj se nalazi ugravirana kružna oznaka. Ta oznaka pokazuje granicu na kojoj treba da bude donji menisk tečnosti da bi ona zauzimala zapreminu koja je označena na sudu. Dobro zaptivanje sa šlifovanim čepom omogućava da se rastvori u nejm dobro izmešaju i promućkaju.

MERENJE GUSTINE

Postoji više načina za merenje gustine. Jedan je da se izmeri masa tečnosti odgovarajuće zapremine i da se gustina izračuna preko definicije $\rho = m/V$. Za tačno određivanje gustine koristi se staklena posuda specifičnog oblika koja se naziva piknometar. Za određivanje gustine u lab. Koristi se areometar.



Areometar je staklena cev, gornji uski deo (vrat) je baždaren dok je donji deo proširen (trbuh). U rezervoaru se nalaze kuglice od olova koje daju masu areometru i omogućavaju mu da tone u tečnost. Areometar tone u tečnost dok se njihove mase ne izjedače. Gustina se zatim očita direktno na skali i odgovara podeoku sa kojim se poklapa nivo tečnosti. Što je gustina tečnosti manja to će areometar više uroniti u tečnost i obratno.

MERENJE TEMPERATURE

Za merenje temperature u laboratoriji se koriste živini termometri. S obzorim da živa mrzne na -39°C a ključa na temp od 357°C to se termometri mogu koristiti za određivanje temperature u ovom opsegu. O otrovnosti žive i merama opreza koje treba poštovati prilikom rada sa termometrima smo govorili na uvodnom predavanju.

USITNJAVANJE I MIJEŠANJE

Za usitnjavanje većih i tvrdih grumenova koristimo gvozdeni avan sa tučkom a za sitnije komade porcelanski avan. Za miješanje tečnosti koje se dobro miješaju u laboratoriji imamo magnetnu miješalicu.

DEKANTOVANJE, CEĐENJE I CENTRIFUGIRANJE

Dekantovanje je proces odvajanja rastvora od taloga odlivanjem. Ovaj proces je potrebno ponoviti nekoliko puta. Talog se ispira tečnošću za ispiranje. Na kraju iznad taloga zaostaje mala količina tečnosti.

Cijeđenje se može izvoditi pomoću raznih vrsta cjedila. Na uvodnom terminu ste videli koli lijevčovi za cijeđenje postoje u našoj laboratoriji. Običan lijevčak se koristi za cijeđenje pomoću filter papira. Hartija se prvo presavije na pola, zatim još jednom pa se nakon toga kružno isiječe. Zatim se odvoji troslojni dio od jednoslojnog i napravi lijevčasti oblik. Filter papir se postavlja u lijevčak tako da ivica papira bude oko 1cm ispod ivice lijevčaka. Papir se nakvasi i prstima namesti tako da lijepo prijenja uz zid lijevčaka. Ljevčak se pričvrsti u prsten, za stalak i postavi tako da donji uski dio lijevčaka bude uz zid čaše da ne bi došlo do prskanja filtrata. Talog se ispira više puta. Nakon toga se talog suši na sobnoj temp ili u sušnici i onda se dobro umota u

filter papir i žari. Za brže i bolje filtriranje se koristi Bihnerov lijevak, gde se cijedenje vrši pomoću vakuma.

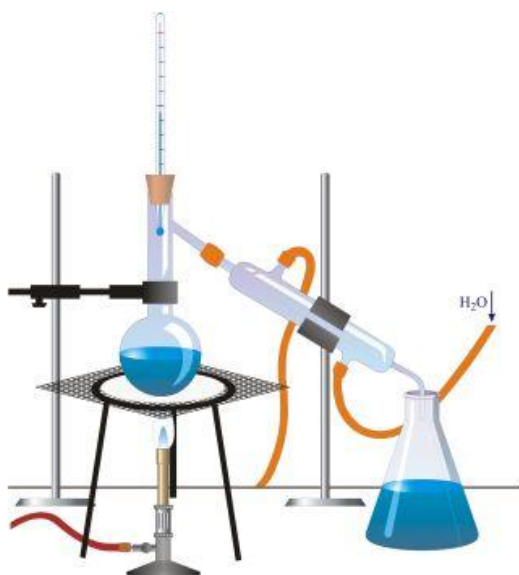


Centrifugiranje se koristi za odvajanje malih količina taloga koji se teško cijede. Metoda se zasniva na taloženju čestica iz rastvora pod dejstvom centrifugalne sile.

DESTILACIJA

Destilacija se koristi za prečišćavanje tečnosti i za odvajanje tečnosti iz smeša. Potrebno je da tečnosti koje se destiluju imaju dovoljno različite temperature ključanja (150°C). Tečnost se prvo zagrije do ključanja i prevede u gasovito stanje, a zatim se hlađenjem opet prevodi u tečno stanje.

Aparatura za destilaciju se sastoji iz balona za destilaciju koji je preko hermetički povezan sa kondezatorom. I kondezator i balon su pričvršćeni za stalak. Druga strana kondezatora je preko lule za destilaciju povezana sa balonom za hvatanje destilata. Za merenje tem se koristi termometasr koji je uronjen u balno za destilaciju. Za zagrevanje se koristi plamenik ili vodeno kupatilo koje se postavlja ispod balona. Kondezator je vezan za dovod vode koja ima i izlaz. Tako da se kondezat i voda kreću u suprotnim smerovima.



HROMATOGRAFIJA

Proces koji se zasniva na različitoj brzini kretanja sastojaka u rastvoru po odgovarajućoj podlozi, koristi se kao metoda za razdvajanje smješa. Postoji:

-*apsorpciona hromatografija*; različite supstance iz rastvora apsorbuju jače ili slabije na odgovarajućoj čvrstoj podlozi

-*particiona hromatografija*; supstance iz smješe se različito raspodjeljuju između dva rastvora od kojih je jedan pokretan a jedan stacionaran.

Hromatografija je pogodna jer se radi sa malim količinama supstanci i mogu se odvojiti neke smješe koje ranije nisu mogle (AK, enzimi, šećeri..)

EKSTRAKCIJA

Proces koji se koristi za izdvajanje supstanci iz smješe i za prečišćavanje supstanci od primesa. Zasniva se na različitoj rastvorljivosti supstance u rastvaračima koji se međusobno ne mešaju. Što je razlika u rastvorljivosti veća to je ekstrakcija lakša. Za ekstrakciju se uglavnom koristi lijevak za odvajanje. On na jednom kraju ima slavinu a na drugom zapušač. Tečnosti se prvo dobro izmešaju, što se postiže mućkanjem lijevka tako što se drži rukom i zatvarač i slavina a slavina se okrene na gore. Povremeno se lijevak otvara da bi se izjednačio pritisak u njemu sa atmosferskim pritiskom. Nakon miješanja lijevak se postavi na stalak i otvori. Ispušta se jedna sloj koji je nastao u lijevku miješanjem.



KRISTALIZACIJA

Koristi se za prečišćavanje supstanci od različitih primesa. Zasniva se na različitoj rastvorljivosti jedinjenja koje se prečišćava i primesa u pogodnom rastvaraču. Prvo se zasićen rastvor tog jedinjenja zagrijava do ključanja zajedno sa rastvaračem. Zatim se procedi ključali rastvor i tako se nečistoće odstrane. Nakon toga se hladi što dovodi do kristalizacije. Zatim je potrebno kristale odvojiti od matičnog rastvora, isprati i sušiti. Bitno je da se odabere pravi rastvarač. Trebalo bi da se supstanca mnogo bolje rastvara u toplom rastvaraču. U hemiji važi pravilo da se slično u sličnom rastvara, dakle polarne supstance u polarnim rastvaračima i obratno.

SUBLIMACIJA

Proces koji se koristi za prečišćavanje čvrstih supstanci. Zagrijavanjem supstance ona isparava, a hlađenjem njenih para ona kristalizuje ne prelazeći pre toga u tečnu fazu. Proces se koristi u slučajevima kada sublimuje supstanca koju prečišćavamo dok primese ne sublimuju. Najjednostavnija aparatura za sublimaciju bi se sastojala od čaše u kojoj se nalazi smješa. Čaša je prekrivena sahatnim staklom na koje se sipa hladna voda. Smješa se zagrijava i na staklu se hvataju kristali supstance koja sublimuje. Umesto čaše može da se koristi lijevak koji je napunjen ledom i pričvršćen za stalak.