

NASTAVNA SEKCIJA SRPSKOG HEMIJSKOG DRUŠTVA

Husinec Suren, Jankov Ratko, Juranić Ivan, Kidrič Marijetka

Vrvić Miroslav

PRAKTIKUM IZ HEMIJE

ZA IV RAZRED SREDNJEG USMERENOG OBRAZOVANJA PRIRODNO-
-TEHNIČKE STRUKE

(Materijal za seminar za nastavnike
srednjih škola)

Beograd, 1981.

Miroslav M. Vuid
4.06.1981. Bgd.

Ovaj praktikum sadrži samo najneophodnija uputstva za izvođenje vežbi predviđenih programom za IV razred srednjeg usmerenog obrazovanja za prirodno-tehničku struku.

Ovaj materijal je pripremljen kao pomoć nastavnicima srednjih škola, koji učestvuju u radu seminara koje organizuje Nastavna sekcija Srpskog hemijskog društva.

Pošto su u ovoj knjižici izostavljena sva opšta i teorijska objašnjenja, predviđa se da taj deo na seminarima bude izložen usmeno od strane instruktora.

Želimo izraziti zahvalnost kolegama koji su nam ljubazno pomogli da brzo kompletiramo ovaj materijal. Zahvaljujemo i Nastavno-naučnom veću OOUR Odseka za hemijske i fizičko-hemijske nauke Prirodno-matematičkog fakulteta u Beogradu koje se saglasilo i podržalo nas da se prihvatimo ovog zadatka.

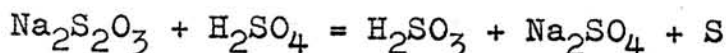
Beograd , jun 1981.g.

I.J.
M.V.
S.H.
M.K.
R.J.

ZAKON O DEJSTVU MASA -ZDM

Zavisnost brzine reakcije od koncentracije materije koje reaguju

1) Rastvoru $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ u epruvetu dodati malo H_2SO_4 . Posmatrati kako se rastvor zamuti. Rastvor se muti usled dejstva sumporne kiseline na tiosulfat usled čega se izdvaja slobodan sumpor. Reakcija ide prema jednačini:



Upoznavši dejstvo sumporne kiseline na tiosulfat, izvršiti sledeći ogled:

U tri epruvete sipati po 5 ml sumporne kiseline, odmerivši je pipetom.

U druge tri epruvete: u prvu 5 ml rastvora $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ i 10 ml vode; u drugu 10 ml rastvora i 5 ml vode u treću 15 ml rastvora $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

Kiselinu iz prve tri epruvete sipati redom u epruvete sa rastvorom $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, i to u svim slučajevima sipati prvi rastvor u drugi i tačno beležiti hronometrom ili časovnikom za koliko se sekundi posle dodavanja kiseline rastvor zamutio.

Zabeležiti rezultate prema sledećem obrazcu:

br. epruvete	ml $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	ml H_2O	ml H_2SO_4	vreme zamućenja
1	5	10	5	
2	10	5	5	
3	15	0	5	

Formulisati zavisnost brzine reakcije od koncentracije materija koje reaguju pod datim uslovima ogleda.

Zavisnost brzine reakcije od temperature

U tri epruvete sipati po 10 ml rastvora $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, u druge tri epruvete po 10 ml H_2SO_4 i podeliti ih u tri grupe, po jednu epruvetu sa $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ i po jednu sa H_2SO_4 u svakoj grupi.

Rastvore prve grupe pomešati na sobnoj temperaturi i zabeležiti za koliko sekundi se rastvor zamutio.

Rastvore u ostalim dvema grupama epruveta zagreјati: drugu grupu za 10° a treću grupu za 20° iznad sobne temperature.

Za to se odgovarajući par epruveta smešta u hemijsku čašu, s vodom koja se zagreva do određene temperature. Temperatura se posma-

tra na termometru koji je spušten u vodu.

Pomešati sadržinu svakog para epruveta i zabeležiti za koliko sekundi se rastvor zamutio.

Zabeležiti rezultate prema sledećem obrazcu:

br. epruvete	ml $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	ml H_2SO_4	$t^{\circ}\text{C}$	vreme zamučenja
1	10	10		
2	10	10		
3	10	10		

Formulisati zavisnost brzine reakcije od temperature pod datim uslovima ogleda.

Potreban pribor

više većih epruveta
termometar
čaša
grejno telo (plamenik ili rešo)
pipete od 5 ml 2 kom.

Potrebne hemikalije

Sumporna kislina 2/ rastvor
Na-tiosulfat 2/ rastvor
destilovana voda

TERMOMETRIJSKA TITRACIJA

Oprema

Termometrijska čaša
 (ili dve papirnate ili
 plastične čaše)
 Termometar
 Bireta

Reagensi

Rastvor hipohlorita ("Sne-
 žnik" ili "Varikina")
 4 M rastvor acetona

U termometrijsku čašu sipa se 50 ml 1M rastvora hipohlorita (ili 100 ml 0,5M rastvora, ali su promene temperature manje izražene) i titruje sa 4M rastvorom acetona. Aceton se dodaje u partijama po 1 ml iz birete i rastvor se meša termometrom (pažljivo da se polomi). Po svakom dodavanju dobro promešati smešu i zabeležiti najvišu dostignutu temperaturu. Tako se nastavlja dodavanje rastvora acetona sve dok se temperatura podiže. Nakon toga se doda još tri porcije i završi ogled.

Nacrtati titracionu krivu prema podacima o promeni temperature i utrošku acetonskog rastvora. Sa krive očitati završnu tačku titracije.

Izraziti ekvivalentne količine reaktanata u molovima.

Napisati jednačinu reakcije, dati nazive dobijenih proizvoda.

Predložite kako se može izračunati približna vrednost toplote reakcije iz dobijenih podataka.

KATALIZA ORGANSKE REAKCIJE - REAKCIJA ALKOHOLA SA HCl

U dve epruvete sipati istu količinu t-butil alkohola, po 3 ml. U prvu epruvetu sipa se 5 - 10 ml rastvora ZnCl_2 u konc. HCl, Lukasov reagens a u drugu sipati samo konc. HCl, 5-- 10 ml. Obe epruvete se zapuše i snažno mućkaju 1 minut, posle čega se ostave da miruju.

U prvoj epruveti u kojoj pored HCl se nalazi i ZnCl_2 kao katalizator javlja se замуćenje usled pojave kapljica hlornož derivata koji je nerastvorljiv u vodi. U drugoj epruveti pošto do reakcije nije došlo ne javlja se nikakva promena.

Potreban pribor

dve epruvete

dva zapušača

Potrebne hemikalije

t-butil alkohola

anh. ZnCl_2

konc. HCl

DESTILACIJA SMESE METANOL VODA

U balon sa okruglim dnom od 250 ml unese se smesa od 50 ml metil alkohola i 50 ml vode, stavi se nekoliko kamenčića za ključanje, postavi Vigreova kolona i spoji sa libigovim kondenzatorom. Balon se zagreva, grejnim telom ili uljanim kupatilom.

Prvo destiluje frakcija od 65 - 70°C (skoro čist metil alkohol), od 70 - 98°C destiluje azeotropna smeša metil alkohola i vode dok treća frakcija od 98 - 100°C ostaje u balonu.

Količine dobivenih destilata izmeriti menzuruom i zabeležiti ih.

Potreban pribor

balon sa okruglim dnom od 250 ml
Vigreova kolona
termometar
Libigov kondenzator
lula
dva manja erlenmajera
menzura
dva stativa sa odgovarajućim klemama
creva
grejno telo ili uljano kupatilo

Potrebne hemikalije i materijal

metil alkohol 50-60 ml
kamenčići za ključanje

PREKRISTALISAVANJE ORGANSKOG JEDINJENJA IZ VODE

Oprema

Čaša od 250 ml 2 kom.
 Levak za toplo ceđenje
 Bihnerov levak
 Rešo

Reagensi

Benzoeva kiselina 3 g
 Aktivni uglj
 Filter papir

2-3 g benzoeve kiseline stavi se u čašu od 250 ml i prelije vodom. Sve se zagreje do ključanja i nastavi dodavanje vode dok se sva benzoeva kiselina ne rastvori. Onda se doda 0,5 g aktivnog uglja i nastavi ključanje još dva minuta. Vreo rastvor se procedi kroz levak za toplo ceđenje i filtrat se ostavi da se hladi. Pri hlađenju iskristališe benzoeva kiselina. Talog se procedi na Bihnerovom levku i ispere sa malo ledene vode. Osušiti na vazduhu i izmeriti.

EKSTRAKCIJA PIGMENATA IZ TRAVE ILI LIŠĆA

<u>Pribor</u>	<u>Materijal i reagensi</u>
Porcelanski avan	Biljni materijal (trava npr.)
Makaze	Petrol-etar s 3% etanola
Laboratorijska čaša od 100 cm ³	Kvarcni pesak

U porcelanski avan makazama isitniti biljni materijal (oko 5 g), dodati par grama kvarcnog peska i tučkom dobro isitniti. Na tako dobivenu smesu naliti oko 10 cm³ rastvora etanola u petrol-etru. Po dodavanju rastvarača za ekstrakciju smesu tučkom dobro homogenizovati, sve dok biljni materijal ne postane skoro bezbojan. Dobiveni rastvor odekantovati u laboratorijsku čašu. U dobivenom rastvoru nalaze se biljni pigmenti dobiveni opisanim postupkom ekstrakcije.

DEMONSTRACIJA ODVAJANJA PIGMENATA BILJKE NA HROMATOGRAFSKOJ KOLONI (HROMATOGRAFIJA NA KREDI)

Pribor

Laboratorijska čaša od 100 cm³

Materijal i reagensi

Ekstrakt biljnih pigmenata
u petrol-etru

Školska kreda

5% rastvor petrol-³etra u ²acetona ¹

Ekstrakt biljnih pigmenata u petrol etru koncentrovati uparavanjem na vazduhu na oko 1/10 početne zapremine. U tako dobi - veni rastvor uroniti jedan kraj školske krede, tako da se rastvorom ovlaži 1 do 2 mm (nanošenje uzorka). KREDU zatim osušiti na vazduhu. U laboratorijsku čašu usuti oko 10 cm³ rastvora petrol-etra u acetonu i onaj kraj krede (hromatografska kolona) na koji je nanesen ispitivani uzorak potopiti u čašu. Kada rastvarač (razvijač) dospe oko 5 mm od gornje ivice krede izvaditi je iz čaše, osušiti na vazduhu i posmatrati prstenove dobivene hromatografisanjem na kolonikredi.

KONDENZACIONI POLIMERI - GLIPTALNA SMOLA

U čaši od 250 ml pomešati 15 g fino sprasenog anhidrida ftalne kiseline i 10 ml glicerina, čašu uroniti u uljno kupatilo, i zagrijati ulje do temperature od $150-180^{\circ}\text{C}$, mešajući stalno smešu termometrom. Iz reakcione smeše izdvaja se voda u vidu pare. Termometar pažljivo obrisati krpom, jer polimer prijanja uz staklo, a zatim postepeno povišavati temperaturu od $200-220^{\circ}\text{C}$, zagrevajući smešu sve dotle dok ne prestane izdvajanje mehuriča. Čašu ohladiti i iz nje izvući, što je moguće potpunije, tvrdu polimernu masu.

Primedba: Kako ovaj polimer veoma snažno prijanja uz staklo, preporučuje se da se ogled izvrši u metalnim posudama. Iz istog razloga obratiti pažnju da se polimer ne ohladi na termometru, jer ga je vrlo teško ukolniti.

Potreban pribor

Čaša od 250 ml
termometar
uljano kupatilo

Potrebne hemikalije

15g sprasenog anhidrida
ftalne kiseline
10 ml glicerina

ISPITIVANJE OSOBINA SINTETSKIH POLIMERA

Ispitivanje plastičnih masa na osnovu topljenja: uzorci različitih plastičnih materija se ispituju zagrevanjem u porcelanskom lončiću grejanjem na plameniku. Plastične mase koje spadaju u red termoplasta, zagrevanjem omekšaju a zatim se rastope. Duroplasti međutim, zagrevanjem pougljenišu bez prethodnog topljenja.

Termoplasti su PVC, polistirol, polietilen, poliamidi, poliestri. Duroplasti su svi fenolplasti, aminoplasti, epoksidne smole i poliestri koji se dobivaju iz nezasićenih jedinjenja.

Termoplasti postepenim zagrevanjem omekšaju, a hladjenjem ponovo očvrstnu. Duroplasti se zagrevanjem ne tope, a zagrevanjem iznad 300° se razlažu uz uglješivanje.

Potreban materijal

različite plastične mase

Potreban pribor

porcelanska šolja

laboratorijska klješta

KAZEIN IZ MLEKA

0.5 l mleka se procedi pa se dodaje polako i uz mešanje 0.05 N HCl sve do pH 4.6 (izoelektrična tačka). Za to je potrebno oko 500 ml kiseline. Zatim se doda 1.5 l vode, prestane sa mešanjem i ostavi u frižideru 12 - 24 sata. Talog se ispira hladnom destilovanom vodom do negativne reakcije na kalcijum.

Kazein sa eventualno prisutnim $\text{Ca}_3(\text{HPO}_4)_2$ i mastima, prenese se u čašu od 1 l i tretira sa 0.1 N NaOH. Baza se dodaje veoma polako i uz mešanje do pH 6.3 (potrebno je oko 50-75 ml). Na tom pH rastvara se Na-kazeinat, ali ne i Ca-kazeinat, kalcijumfosfat i masti. Ne treba dodavati više baze nego što je potrebno sa se dostigne ta pH vrednost.

Dobiveni rastvor filtrira se i filtriranje ponavlja sve do postizanje veoma slabe opalescencije.

Zatim se filtratu dodaje 0.05 N HCl do pH 4.6 (100-125 ml). Dodavanje kiseline vrši se uz jako mehaničko mešanje. Posle čega se rastvoru doda 2.5 l hladne destilovane vode i ostavi da se talog slegne u frižideru. Cedjenjem odvojen talog ispra se hladnom destilovanom vodom do negativne reakcije na hloride. Tečnost se odvoji što je više moguće i talog suši iznad CaCl_2 u vakum eksikatoru. Pri- nos je 23-29 g bezbojnog proizvoda koji se može sprášiti u avanu.

Kazein u toku rada ne sme ostati izložen vazduhu, jer potamni, očvrsne i raspada se.

Potreban materijal

Čaša od 5 l

čša od 1 l

guč boca sa bihnerovim levkom

Potrebne hemikalije

0.5 l mleka

0.05N HCl

0.1 N NaOH

AgNO_3

OKSIHEMOGLOBIN I HEMOGLOBIN (SIMULIRANJE DISANJA)

Pribor

Lanceta ili igla za jednokratnu upotrebu
 Pipeta graduisana od 1 cm³ 5 kom.,
 od 2 cm³ 1 kom. i od 10 cm³ 1 kom.
 Laboratorijska centrifuga s kivetama od 10 cm³
 Frižider
 Epruvete

Materijal i reagensi

Etanol
 Pamučna vata
 1,2 % rastvor natrijum-hlorida
 Toluol
 Rastvor amonijaka 1:1
 Stoksov reagens (20 g FeSO₄·7H₂O i 30 g vinske kiseline u 1 dm³ destilovane vode)

U kivetu za centrifugiranje uliti 0,5 cm³ krvi i centrifugirati pri maksimalnom broju obrtaja oko 0,5 h. Supernatant pažljivo odliti i talogu dodati rastvor 1,2 % natrijum-hlorida i operaciju centrifugiranja ponoviti. Supernatant odbaciti. Talogu (eritrociti) dodati 1,2, zapremine vode i 0,4 zapremine toluola. Promućkati i u frižideru (na 277 K) ostaviti par sati; najbolje preko noći. Posle ovoga odlije se toluolski sloj, a vodeni se centrifugira na maksimalnom broju obrtaja oko 0,5 h. Supernatant predstavlja OKSIHEMOGLOBIN.

5 kapi oksihemoglobina sipati u epruvetu s 10 cm³ destilovane vode. Polovinu ovog rastvora presuti u drugu epruvetu. U treću epruvetu sipati 2 cm³ svežeg Stoksovog reagensa i dodavati rastvor amonijaka u kapima dok se ne dobije jasno zelena boja, koja pri dalj-em dodavanju amonijaka ostaje nepromenjena. U jednu od epruveta dodati nekoliko kapi ovako pripremljenog amonijačnog rastvora Stoksovog reagensa. Posmatrati promenu boje koja potiče od prelaska oksihemoglobina u DEOKSIHEMOGLOBIN.

DELOVANJE ENZIMA; POREDZENJE S DRUGIM KATALIZATORIMA

<u>Pribor</u>	<u>Materijal i reagensi</u>
Sahatno staklo 3 kom.	10 % rastvor vodonik-peroksida
Pipeta gradušana od 1 cm ³ 1 kom.	1 % rastvor srebro-nitrata
i od 2 cm ³ 1 kom.	Etanol
Lanceta ili igla za jednokratnu upotrebu	Pamučna vata
Grafoskop	

Na grafoskop postaviti tri sahatna stakla. U svako od njih pipetom odmeriti po 2 cm³ 10 % rastvora vodonik-peroksida. Istovremeno u sahatna stakla redom (posebno u svako) dodati: par kapi destilovane vode, nekoliko kapi 1 % rastvora srebro-nitrata i u poslednje-treće nekoliko kapi krvi^x. Po dodavanju reagenasa u sahatna stakla uključiti sijalisu grafoskopa i na projekcionom platnu posmatrati šta se odigrava u sahatnim staklima.

* Krv se uzima ubodom lancetom ili iglom u jagodicu domalog prsta koju predhodno treba obrisati pamučnom vatom natopljenom etanolom. Krv koja ističe na mestu uboda uvlači se u pipetu od 1 cm³. Po uzimanju uzorka krvi mesto uboda se ponovo obriše pamučnom vatom natopljenom etanolom i na njemu zadrži do prestanka isticanja krvi.

FERMENTACIJA (SIRĆE IZ VINA)

PriborPipeta od 10 cm^3 2 kom.Erlenmajer od 250 cm^3 2 kom.Bireta od 50 cm^3 na stalkuMaterijal i reagensi

Belo vino u svetloj boci

0,1 M rastvor natrijum hidroksida poznate koncentracije

1 % rastvor fenolftaleina u alkoholu.

Iz boce od svetlog stakla odliti oko $3/4$ zapremine belog vina. Ostatak u otvorenoj flaši ostaviti najmanje sedam dana. Po isteku ovog vremena iz nove boce odliti istu zapreminu vina (boca mora da bude od stakla iste boje). Uporediti nastale promene izmedju prve boce i sveže odlivene boce.

Pipetom iz svake od flaša u erlenmajere odmeriti po 10 cm^3 uzorka i destilovanom vodom razblažiti na oko 50 cm^3 . Dodati 2-3 kapi rastvora fenolftaleina i iz birete titrovati standardnim rastvorom 0,1 M natrijum hidroksida do prve pojave ružičaste boje. Zabeležiti zapreminu utrošenog rastvora.

Na osnovu utrošenih zapremina rastvora natrijum hidroksida upotrebljenog za titraciju, izračunati količinu ukupnih kiselina obračunatih na sirćetnu kiselinu po formuli:

$$\text{SIRĆETNA KISELINA [g/dm}^3\text{]} = V_{0,1\text{MNaOH}} \times M_{\text{NaOH}} \times 6$$

Izračunati odnos "sirćetne kiseline" izmedju uskislog i svežeg vina.

IZOLOVANJE HOLESTEROLA IZ ŽUMANCETA

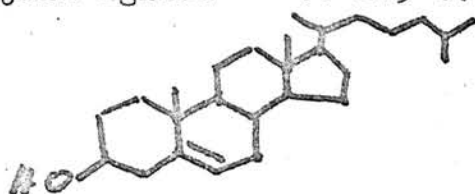
Oprema

Erlenmajer od 500 ml 3 kom
 Bihnerov levak
 Levak za odvajanje 2 Lit.
 Balon šlif. 250 ml
 Kuglasti kondenzator šlif.
 Čaša od 2 lit.

Hemikalije

Kokošje jaje 10 kom.
 Aceton 500 ml
 Petroletar 500 ml
 Kalijum hidroksid 3 g
 Metanol 100 ml
 Etar 100 ml
 Kalijum karbonat anh. 100 g

Žumanca se odvoje od belanca i sakupe u erlenmajer od 500 ml gde se 30 minuta mućkaju sa oko 150 ml acetona. Žuto obojeni ekstrakt se odvoji dekantovanjem, a ostatak ponovo mućka sa istom količinom acetona. Čvrsti de (adiciono jedinjenje belančevina i fosfatida - polazni materijal za izolovanje lecitina i kefalina) odvoji se ceđenjem i ispira sve dok filtrat ne bude bezbojan. Spojeni acetonski ekstrakt se suši preko anh. kalijum karbonata. Osušeni rastvor se procedi, pa se doda 50 ml petroletra i 1 lit. destilovane vode. Smesa se prenese u levak za odvajanje i homogenizuje. Kada se zatim slojevi potpuno odvoje, organski sloj se suši preko kalijum karbonata. Suv petroletarski ekstrakt se ispari, a ostatak (lipidi) se rastvori u 100 ml metanola, pa se doda 3 g KOH i oko 10 ml vode. Smeša se kuva uz povremeno mućkanje oko 3 sata. Posle saponifikacije reakciona smesa se izruči u oko 1 lit. vode pri čemu se sapuni rastvore, a holesterol disperguje. Smeša se ostavi da se talog slegne pa se zatim procedi. (Iz filtrata se jednostavnim zakišeljavanjem i ceđenjem dobivaju masne kiseline.) Talog, sirovi holesterol, se rastvori u etru, atarski ekstrakt ispere vodom i suši preko kalijum karbonata. Etar se ispari i ostatak rastvori u malo toplog metanola i ostavi na hladnom mestu. Holesterol kristališe u obliku bezbojnih iglica $tt\ 145^{\circ}C$.



ISPITIVANJE VITAMINA (NPR. VITAMIN C) U TABLETAMA

Pribor

Epruveta 3 kom.

Materijal i reagensi

C vitamin u tabletama

Amonijačni rastvor srebro-nitrata (u 1% rastvor AgNO_3 dodavati rastvor amonijaka dok se nastali talog ne rastvori)

U epruvetu s oko 10 cm³ destilovane vode izmrviti jednu tabletu C vitamina. Mućkanjem izekstrahovati vitamin. Ostaviti, na ovaj način dobiveni rastvor, da se nerastvorni deo staloži. Bistri rastvor, pažljivo, ravnomerno podeliti u dve epruvete. U jednu dodati par kapi amonijačnog rastvora srebro-nitrata (zagrejati ako je potrebno). Posmatrati promene. U drugu epruvetu pažljivo dodati neki drugi reagens koji se upotrebljava za određivanje vitamina C*. Posmatrati promene boje rastvora.

* Kao najčešće primenjivani reagens upotrebljava se sveže pripremljeni 0,01 % vodeni rastvor 2,6-dihlorofenolaindofenola.

IZOLOVANJE KAFEINA IZ ČAJA

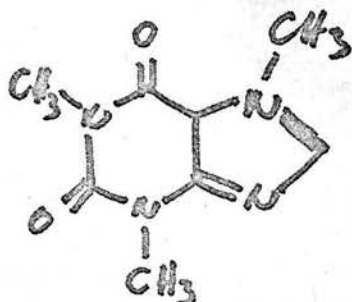
Oprema

Čaša od 500 ml 3 kom.
 Levak stakleni
 Levak za toplo ceđenje
 Levak za odvajanje 250 ml
 Čaša od 100 ml
 Erlenmajer (200 ml)

Hemikalije

Čaj, indijski (ruski) 50 g
 Vata 5 g
 Magnezijum oksid 25 g
 NaOH 2N
 Hloroform 200 ml
 Hlorovodonična kis.
 Sumporna kiselina razbl.
 Kongo hartija

U suspenziju MgO (25 g MgO i 150 ml vode) doda se 50 g fino samlevenog čaja. Smesa se zagreje do ključanja 10-15 minuta i vodeni rastvor se odvoji dekantovanjem kroz levak u koji je stavljen tampon od vate. Ekstrakcija vodom se ponovi još dva puta (po 150 ml). Vodeni ekstrakti se spoje i zakisele razblaženom sumpornom kiselinom do kisele reakcije na kongo hartiju. Rastvor se zatim koncentruje na vodenom kupatilu do trećine zapremine i još vreo procedi kroz nabranu hartiju i ekstrahuje hloroformom (pet puta po 30 ml). Hloroformski ekstrakt se ispere razblaženim NaOH i vodom, a hloroform predestiluje na vodenom kupatilu. Ostatak u balonu rastvori se u vreloj vodi (10 ml) i ostavi da kofein iskristališe. Na ovaj način dobiva se kofein (0,8-1 g) u obliku belih svilastih iglica. Kofein se može prečistiti sublimacijom.



EKSTRAKCIJA PIGMENATA IZ BILJAKA I ISPITIVANJE STRUKTURE HLOROFILA (ZAMENA Mg^{2+} JONA JONIMA TEŠKIH METALA)

Pribor

Epruveta 4 kom.

Pipeta gradušana od 1 cm^3 3 kom.

i od 2 cm^3 1 kom.

Laboratorijska čaša od 150 cm^3

Rešo ili plamenik

Materijal i reagensi

Petrol-etarski ekstrakt hlorofila (biljnih pigmenata)

Zasićeni rastvor cink-hlorida

Zasićeni rastvor bakar-(II)-hlorida (sulfata)

0,1 M rastvor hlorovodonične kiseline

U četiri epruvete sipati po 2 cm^3 petrol-etarskog rastvora hlorofila. U tri od njih dodati po 0,2 cm^3 0,1 M rastvora hlorovodonične kiseline. Posmatrati promenu boje.

U dve od epruveta u koje je dodata kiselina dodati zasebno 1 cm^3 zasićenog rastvora cink-hlorida, odnosno bakar-(II)-sulfata.

Zapreminu u svim epruvetama (gde je to potrebno) dopuniti destilovanom vodom do iste zapremine. Sve epruvete zagrevati na vodenom kupatilu oko 10 minuta. Pažljivo posmatrati promene boje.

DOKAZIVANJE PESTICIDA U HRANI

(Postupak za dokazivanje heksahlorofenola - Lindana)

Oprema

Soksletova aparatura
ili mikser
Hromatografska kolona
Balon od 100 ml 2 kom
Levak za odvajanje. 250 ml 2 kom.
Epruvete 4 kom
Aparatura za destilaciju

Hemikalije

Heksan 500 ml
Aceton 500 ml
Celit 50 g
Sumporna kis. konc. 5 ml
Azotna kis. pušljiva 5 ml
Cink u prahu 1 g
Malonska kiselina 2 g
Sirćetna kis. ledena 10 ml
Etil-metil keton 10 ml
Natrijum hidroksid 2%
Kalijum hidroksid 40%

Za dokazivanje pesticida treba uzeti 1-2 kg prirodnog materijala. Uzorak se samelje i ekstrahuje u Soksletovoj aparaturi heksanom. Može se ekstrahovati mešanjem u mikseru sa smesom heksana i acetona. Organski sloj se propusti kroz kolonu sa celitom koji zadržava većinu primesa. Rastvor se zatim upari do suva i prenese u balon od 25 ml. Uzorak u balonu dopuniti do 10 ml sirćetnom kiselinom, dodati 1 g cinka i 2 g malonske kiseline. Kuvati pola sata i zatim predestilovati 3-5 ml preko kolone, pravo u 10 ml smese za nitrovanje.

Smesu prebaciti u levak za odvajanje od 250 ml. Razblažiti sa 100 ml vode i ekstrahovati sa 50 ml, pa 30 ml etra. Eтарski rastvor isprati sa 50 ml 2% NaOH i sa 30 ml zasićenog rastvora NaCl. Eтарski sloj procediti kroz vatu sušenu dva sata na 110°.

Dodati par kapi parafinskog ulja i udaljiti etar. Ostatku dodati 10 ml etilmetilketona i mešati dok se sve ne rastvori. Dodati 1 ml 40% KOH i snažno mućkati bar 1 minut. Ostaviti 20 minuta da se boja u potpunosti razvije. Meri se apsorpcija na 565 nm.

DOKAZIVANJE FENOLA U OTPADNIM VODAMA

Oprema

Hromatografska kolona
 Soksletova aparatura
 Erlenmajer od 50 ml 2 kom.
 Ledeno kupatilo
 Levak za odvajanje 50 ml

Hemikalije

Aktivni ugalj
 Fosforna kiselina
 p-nitroanilin
 Natrijum nitrit
 Etar 500 ml
 KJ-skrobna hartija
 Natrijum bikarbonat 5%

Ponekad se fenoli u vodama nalaze u dosta niskim koncentracijama, pa je prije analize neophodno izvršiti koncentrovanje uzorka. Jedan od postupaka je adsorpcija na aktivnom uglju. Izvodi se na Sledeći način.

Prečišćen aktivni ugalj se stavi u kolonu prečnika 1 cm. Uzme se oko 2 g aktivnog uglja koji obrazuje sloj visine oko 11 cm. Zatim propuštamo vodu, koja je zakišeljena (najbolje sa H_3PO_4) na pH 3-3,5, brzinom oko 350 ml/h. Pri sadržaju fenola od oko 1 µg/lit. propuštamo oko 2 litra analizirane vode. Ugalj prenesemo u čauru od filter papira, ekstrahujemo u Soksletovoj aparaturi oko 8 časova sa dietiletrom. Pošto je voda malo rastvorna u etru, vlažnost aktivnog uglja malo utiče na ekstrakciju. Fenole iz etarskog rastvora ekstrahujemo u levku za odvajanje pomoću 10 ml 5%-nog rastvora natrijum bikarbonata. Odavde se fenol dokazuje reakcijom sa diazotovanim p-nitroanilinom.

Pripremanje diazotovanog p-nitroanilina

U manju čašu ili erlenmajer unet 0,345 g p-nitroanilina, dodati 1,6 ml konc. HCl, 5 ml destilovane vode i zagrijati do potpunog rastvaranja. Zatim se rastvor ohladi do 5°C u ledenoj vodi i brzo titruje 1 M rastvorom natrijum nitrita (takođe ohlađenim na 5°C) do pojave plave boje na KJ-skrobnoj hartiji. Udaljiti višak nitrita dodatkom karbamida, preneti rastvor u pogodan sud i čuvati na temperaturi od 8°C najviše 2 dana. Ovaj reagens sa fenolima daje bojenju reakciju. Boja zavisi od vrste fenola.

S A D R Ž A J

	str.
Zakon o dejstvu masa	1
Termometrijska titracija	3
Kataliza organske reakcije	4
Destilacija smese metanol-voda	5
Prekristalisavanje organskog jedinjenja iz vode	6
Ekstrakcija pigmenata iz trave ili lišća	7
Demonstracija odvajanja pigmenata biljke na hromatografskoj koloni	8
Kondenzacioni polimeri	9
Ispitivanje osobina sintetskih polimera	10
Kazein iz mleka	11
Oksihemoglobin i hemoglobin	12
Delovanje enzima; poredjenje sa drugim katalizatorima	13
Fermentacija (sirće iz vina)	14
Izolovanje holesterola iz žumanceta	15
Ispitivanje vitamina (C)	16
Izolovanje kafeina iz čaja	17
Ispitivanje strukture hlorofila	18
Dokazivanje pesticida u hrani	19
Dokazivanje fenola u otpadnim vodama	20