

## Vježba 5. Mjerenja u laboratoriju

### Mjerenje i regulacija temperature

Za mjerenje temperature služe termometri. U kemijskom laboratoriju najčešće se koristi živin termometar. Njime se može mjeriti temperatura od  $-20^{\circ}\text{C}$  do  $360^{\circ}\text{C}$ , termometri od specijalnog stakla sa debelim stjenkama omogućuju mjerenje temperature do  $500^{\circ}\text{C}$ . Mjerenje temperature termometrom sa živom bazira se na pravilnom povećavanju volumena žive uslijed zagrijavanja. Za mjerenje nižih temperatura koriste se termometri punjeni alkoholom ili pentanom. Ovi su termometri baždareni na taj način da potpuno ispravnu temperaturu pokazuju tek kad je cijeli termometar na istoj temperaturi. Za vrlo točna mjerenja treba uzeti u obzir korekcije koje se mogu naći u laboratorijskim priručnicima.

Za mjerenje viših temperatura najčešće se upotrebljavaju termočlanci, načinjeni od dvije žice različitih metala, na jednom kraju međusobno zavarenih. To je tzv. vrući kraj termočlanka. Slobodni krajevi, odnosno hladni kraj termočlanka, koji se drži na konstantnoj temperaturi ( $0^{\circ}\text{C}$ , termos - boca sa ledom koji se tali), priključuje se na mjerni instrument (galvanometar). Napon termočlanka ovisi o razlici temperatura vrućeg i hladnog kraja. Tablice koje pokazuju odnos napona termočlanka i razlike u temperaturi nalaze se u laboratorijskim priručnicima. Taj je odnos različit je za svaki par metala.

Kao termočlanci najčešće se koriste slijedeći parovi:

- |   |  |
|---|--|
| a) platina – platinrodij (10 % Rh),         | $250^{\circ}\text{C} - 1600^{\circ}\text{C}$ ; |
| b) nikal – nihrom (80 % Ni, 20 % Cr),       | $200^{\circ}\text{C} - 1000^{\circ}\text{C}$ ; |
| c) željezo – konstantan (60 % Cu, 40 % Ni), | $200^{\circ}\text{C} - 750^{\circ}\text{C}$ .  |

Potrebno je spomenuti još i otporne termometre (termistore). To su otpornici od specijalnog poluvodičkog materijala čiji otpor pada s porastom temperature (primjer:  $\text{FeFe}_2\text{O}_4$  –  $\text{MgCr}_2\text{O}_4$ ). Koriste se za vrlo precizna mjerenja.

Kod nas je uobičajeno temperaturu izražavati u Celsiusovim stupnjevima, dok se u nekim zemljama koriste Fahrenheitovim stupnjevima.

Dok o temperaturi u Celsiusovim stupnjevima znamo gotovo sve jer se takvo izražavanje često koristi, Fahrenheitovi stupnjevi su uglavnom nepoznanica. Oni su kao i Celsiusovi stupnjevi određeni svojstvima vode, ali s ledištem vode označenim sa  $32^{\circ}\text{F}$ , a vrelištem sa  $212^{\circ}\text{F}$ . Temperaturni interval između te dvije čvrste točke podijeljen je na 180 jednakih djelova, a svaki dio označava  $1^{\circ}\text{F}$ .

Razlika u označavanju ledišta i vrelišta vode pomoću Celsiusove i Fahrenheitove temperature dovodi do njihovog slijedećeg odnosa :

$$\frac{t/^\circ\text{C}}{t/^\circ\text{F} - 32} = \frac{100}{180} = \frac{5}{9} ,$$

odakle izlazi:

$$t/^\circ\text{C} = \frac{5}{9} (t/^\circ\text{F} - 32);$$

$$t/^\circ\text{F} = \frac{9}{5} (t/^\circ\text{C} + 32) .$$

Treba reći i da je osnovna jedinica za mjerenje fizičke veličine temperature kelvin (K). Temperatura izražena u kelvinima naziva se još i apsolutna temperatura i ona se označava sa T. Odnos između temperature izražene u Celsiusovim stupnjevima i kelvinima je slijedeći:

$$t/^\circ\text{C} = T/\text{K} - 273,15 .$$

Vaganje i postupci određivanja mase tvari

Vaga je uređaj koji nam pruža mogućnost određivanja mase predmeta. U laboratoriju je potrebno često vagati, ali s različitom točnošću. Za vaganje s točnošću do  $\pm 0,01$  g upotrebljavaju se tehničke vage, a za vaganje s točnošću do  $\pm 0,0001$  g, analitičke vage.

Utezi

Utezi za vagu smješteni su u posebnoj kutiji, a jedan komplet sadrži utege od: 50, 20, 20, 10, 5, 2, 2 i 1 gram, te 500, 200, 200, 100, 50, 20, 20 i 10 miligrama. Utezi su smješteni upravo ovim redoslijedom i redoslijed se ne smije mijenjati. Miligramski utezi moraju biti smješteni u kutiji tako da se u njih utisnute brojke uvijek mogu očitati. U svakom kompletu utega nalazi se pinceta s plastičnim vrhovima. Uzimanje utega metalnim pincetama nije dozvoljeno jer se njima utezi mogu oštetiti. Utezi iz dva zasebna kompleta ne smiju se međusobno zamjenjivati. Uz svaku vagu uredno se isporučuje i pripadni komplet utega, te je njima potrebno na dotičnoj vagi uvijek vagati. Na taj se način mogu izbjeći mnoge pogreške u vaganju.

### Tehnička vaga

Prije vaganja potrebno je provjeriti da li se vaga nalazi u horizontalnom položaju. To se kontrolira viskom ili libelom koji su montirani na svakoj vagi. Pomoću nožica-vijaka na prednjoj strani, vaga se može po volji dizati i spuštati kako bi se dovela u horizontalni položaj.

Neopterećena vaga se otkoči i promatra kazaljka vage. Ukoliko ona pokazuje otklon u lijevo ili desno, potrebno je pomoću vijaka na kracima vage regulirati okretni moment svakog kraka, tako da kazaljka neopterećene vage pokazuje nulu ("nul- točka"). Nakon provjeravanja ispravnosti, vaga se zakoči, te je sada spremna za vaganje.

### Analitičke vage

Vage koje mjere s točnošću do ( 0,0001 gram postoje u različitim izvedbama. Njihova je izvedba kompliciranija od tehničkih vaga, no zato rade na sličnim principima. Analitičke vage obično su smještene u staklenim ormarićima koji ih zaštićuju od prašine i nepoželjnog strujanja zraka. Kod njih postoje utezi mase manje od 10 mg koji se mogu dodavati ili oduzimati slično kao i na tehničkim vagama, s tom razlikom što se mase predmeta mogu određivati puno preciznije (100 puta).

Kod većine analitičkih vaga utezi se mogu dodavati ili oduzimati s vage posebnim uređajem jednostavnim okretanjem dugmeta uređaja, na kojem je označena masa dodanih utege. Takve su vage najčešće konstruirane da na njima vidim samo jednu zdjelicu, onu na koju stavljamo predmet. Analitičke vage, nadalje mogu biti opremljene svjetlećom skalom koja se može pomicati i na taj način podesiti tzv. "nul-točka" vage.

Danas u laboratorijima rijetko postoje vage opisane izvedbe. Zamijenile su ih elektronske vage pomoću kojih je mjerenje mase izuzetno brzo i lako izvedivo. Također, one se mogu priključiti na stolne kalkulatore ili računala koji omogućuju memoriranje pojedinih odvaga, neprekidno praćenje promjene mase zbog neke kemijske reakcije ili zagrijavanja (termogravimetrijska analiza) i slično.

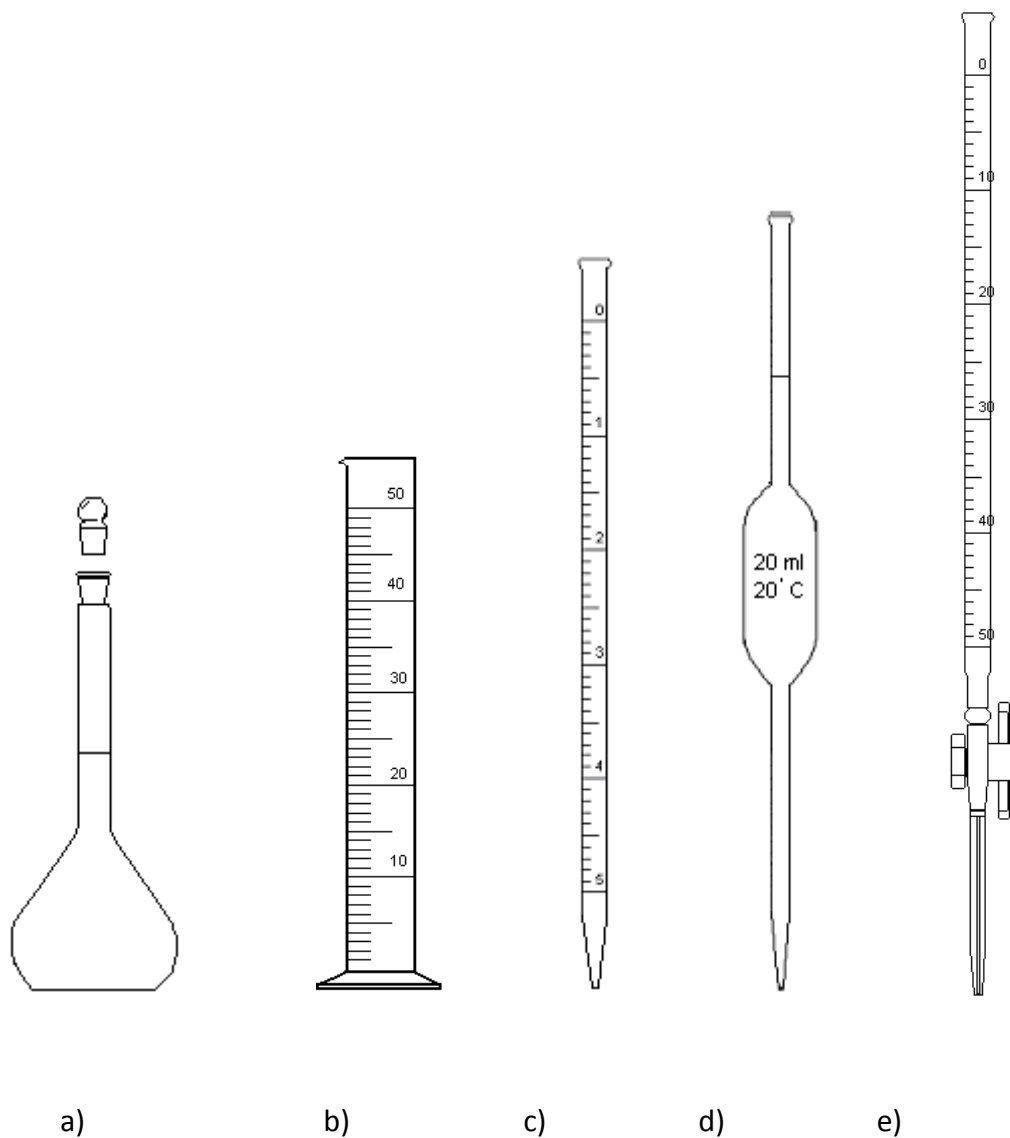
### Pravila korištenja vage

1. Predmeti i utezi smiju se stavljati na zdjelice vage samo onda kada je vaga potpuno zakočena (aretirana).
2. Na vagu se ne smiju stavljati vrući, mokri ili nečisti predmeti. Kod rada s tekućinama treba paziti da tekućina ne kapne na bilo koji dio vage ili na utege. Predmeti koji se važu moraju imati temperaturu vage.
3. Predmet koji treba vagati stavlja se na lijevu zdjelicu vage, a utezi na desnu.
4. Niti jednu tvar koju važemo ne smijemo stavljati direktno na zdjelicu vage, već samo u prethodno odvagane posudice za vaganje, lađice od filter papira ili satna stakla.

5. Utege treba hvatati samo pincetom, a nakon upotrebe treba ih staviti na isto mjesto sa kojega su uzeti. Utezi se ne smiju stavljati na stol. Utezi iz različitih kompleta ne smiju se zamjenjivati.
6. Vaga se nikad ne smije opterećivati preko dozvoljene granice. Taj je podatak redovito naveden u uputstvu za dotičnu vagu, ili je označen na samoj vagi.
7. Dugme za aretiranje vage treba otpuštati lagano i pažljivo. Treba izbjegavati prejakom njihanje zdjelica vage.
8. Kod uzastopnog vaganja jednog ili više predmeta u vezi s istim poslom, treba koristiti iste utege i istu vagu.
9. Kod vaganja na analitičkoj vagi treba koristiti bočna vratašca na ormariću vage. Prednje staklo ne smije se podizati jer ono zaštićuje vagu od gibanja zraka uzrokovanog disanjem, kao i od vlage i ugljikovog dioksida.
10. Nakon vaganja vagu treba zakočiti i očistiti. Na vagi i oko vage ne smije se ništa ostavljati. Vratašca na analitičkoj vagi se moraju zatvoriti.

## Mjerenje volumena tekućine

U kemijskom laboratoriju mnogo se koristi različito odmjerne posuđe, kao što su odmjerne tikvice, pipete, birete, menzure itd. Na slijedećoj slici prikazano je nekoliko vrsta navedenog odmjernog posuđa.



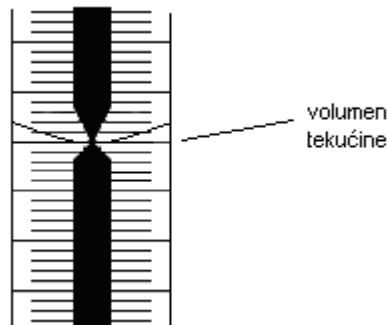
Slika 5.1. Odmjerno posuđe

Odmjerne tikvice (5.1 a) služe za pripremanje otopina zadane koncentracije. To su okrugle tikvice s ravnim dnom i dugačkim uskim grlom s baždarnom oznakom (markom) u

obliku prstena, do koje treba napuniti tikvicu s tekućinom. Na kuglastom dijelu tikvice nalazi se oznaka volumena i temperature kod koje je tikvica baždarena. Odmjerne tikvice i menzure (5.1 b) baždareni su na uljev (oznaka In), što znači da posuda napunjena do oznake sadrži naznačeni volumen tekućine. Menzure se upotrebljavaju za grubo odmjeravanje tekućina.

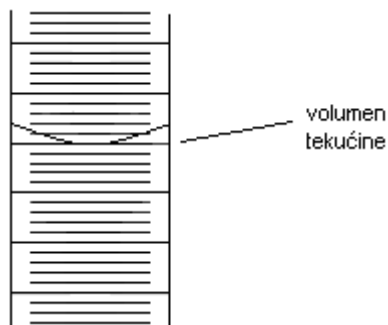
Pipete služe za precizno odmjeravanje volumena tekućine. Po obliku se dijele na odmjerne ili trbušaste (5.1 d) i graduirane (5.1 c). Trbušaste pipete su cjevastog oblika u sredini proširene. Na gornjem dijelu nalazi se oznaka. Na proširenom dijelu navedeni su podaci o volumenu i temperaturi kod koje je pipeta baždarena. Pipete su baždarene na odlijevanje (oznaka Ex). Graduirane pipete cjevastog su oblika, jednolikog promjera i baždarene su tako da su označeni i dijelovi mililitra.

Birete (5.1 e) služe za precizno mjerenje različitih volumena tekućina i plinova. Imaju oblik okrugle cijevi koja završava staklenim pipcem ili gumenom cjevčicom sa stezaljkom. Bireta je graduirana na desetinke ili stotinke mililitra, što ovisi o volumenu same birete. Također su baždarene na odlijevanje. Radi lakšeg očitavanja volumena neke birete imaju na stražnjoj strani bijelu podlogu sa tankom plavom crtom. Takve se birete zovu birete po Schelbachu. Na slici 5.2 vidi se način očitavanja volumena tekućine u takvoj bireti. Zbog loma svjetlosti plava crta se sužuje i određivanjem položaja najtanjeg dijela suženja očitava se volumen tekućine u bireti.



Slika 5.2. Očitavanje volumena tekućine u bireti po Schelbachu

Iz te slike može se također vidjeti da površina tekućine (vodene otopine ili čiste vode) unutar staklene birete nije ravna već ima meniskus u obliku slova U. Uzrok tome su tzv. adhezijske sile (lat. adhaerere – prijanjati) kojima se molekule vode vežu na površinu stakla. Bireta po Mohru nema plave crte kao bireta po Schelbachu, već je to obična graduirana staklena cijev. Volumen tekućine u takvoj bireti, ali i u menzuri i pipeti, određuje se pomoću najdonjeg dijela već spomenutog meniska (slika 5.3). Za neprozirne otopine kao što su otopine kalijevog permanganata ili joda, razina tekućine se utvrđuje prema gornjem rubu meniska.



Slika 5.3. Očitavanje volumena tekućine u odmjernom posuđu

Treba napomenuti kako je kod očitavanja volumena potrebno posebnu pažnju posvetiti postavljanju marke na posudi točno u visini oka, kako bi se izbjeglo pogrešno očitavanje volumena.

Zadaci:

1. Izrazi masu 1 g u kg, mg,  $\mu\text{g}$ , tonama!
2. Izrazi volumen  $1\text{ m}^3$  u  $\text{dm}^3$ ,  $\text{cm}^3$ ,  $\text{mm}^3$ , dL, mL i  $\mu\text{L}$ .
3. Izrazi vrijednost tlaka od 1 atm u mmHg i Pa.
4. Izrazi temperaturu od  $54^\circ\text{C}$  u kelvinima.
5. U laboratoriju je jednog dana zabilježena temperatura od  $100^\circ\text{F}$ . Kolika je tada bila Celsiusova temperatura?