IMA- Zbirka nalog iz analizne kemije za biokemike

## RAVNOTEŽJA

1. Zmešamo 50 ml 0,025 M raztopine AgNO3 in 26 ml 0,025 M K2Cr2O7. Izračunajte koncentracijo Ag+ v končni raztopini !

Ksp Ag2CrO4 = 1,2 .10-12.

Rez. 1,2 x10-5 mol/L)

2. Izračunajte p vrednosti za vse ione v raztopinah: 0,3 M Na2CO3 in 0,015M NaHCO3!

3. Izračunajte p vrednosti za vse ione v raztopini, ki je 0,020 M glede na NaCl in 0,0054 M glede na HCl!

4. Izračunajte koncentracijo OH-, pri kateri je topnost Zn(OH)2 najmanjša!

Ksp Zn(OH)2 = 1,2 x 10-17 KfZn(OH)42- = 0,13

Rez.: [OH-] = 9,8x10-5

5. Izračunajte topnost ZnC2O4 (g/L) v raztopini s pH 3!

ZnC2O4 ===> Zn2+ + C2O42- Ksp = 7.5 x 10-9

Kb1 = 1.8 x 10-10

Kb2 = 1.8 x 10-13

6. Izračunajte koncentracijo Ca (izrazite jo s pCa) v raztopini, ki jo dobimo, če zmešamo 100 ml 0,1000 M raztopine Ca2+ in 100 ml 0,1000 M raztopine EDTA pri pH 8!

α= 0,35, Kf = 5,01.1010

Rez: pCa= 5,77

7. Izračunajte topnost CaF2 v vodni raztopini, katere pH je 3!

pKsp =10,41, pKa = 3,17

Rez.: [Ca2+]= 3,9x10-4M

8. Za kolikokrat se poveča topnost BaSO4 v raztopini s koncentracijo H3O+ 2,0 M glede na vodno raztopino?

Ka2 (H2SO4) =1,2 x 10-3

Rez.: 41 krat

9. Računsko prikažite, ali je mogoča ločitev z obarjanjem z OH- Fe3+ in Mg2+! Koncentraciji obeh ionov sta 0,1 M.

KspFe(OH)3 = 4 x 1-38 Ksp Mg(OH)2 = 1,8 x 10-11

Rez.:[Fe3+] kvant. izločen pri [OH-] = 1,6x10-11 mol/L, začetek obarjanja [Mg2+] pri [OH-] = 1,3x10-5 mol/L)

10. Ali lahko izvedemo 99% ločitev Ca2+ in Ce3+ z oksalatom iz raztopine, ki vsebuje 0,4 g/L Ca2+ in 1,4 g/L Ce3+ ionov?

Ca2C2O4 Ksp = 1,3 x 10-8 Ce2(C2O4)3 Ksp = 3 x 10-29

Rez.: Ločitev je možna!

11. Ali lahko izvedemo 99% ločitev Ca2+ in Ce3+ iz njunih 0,01 M raztopin z obarjanjem z C2O42-?

CaC2O4: Ksp = 1,3 x 10-8 Ce2(C2O4)3: Ksp = 3 x 10-29

Rez.: Ločitev je možna

12. Ali se bo oboril AgBrO3, če zmešamo enaka volumna 0,001 M AgNO3 in 0,02 M KBrO3?

Ksp = 6 x 10-5

Rez.: oborine ne bo!

13. Napišite enačbi za masno bilanco in elektronevtralnost v nasičeni raztopini SrSO4!

Izračunajte koncentracijo Sr2+ pri pH 2,5 !

Ksp=3,2.10-7

Kb(SO42-) = 9,8.10-13

Rez.: [Sr2+]= 6,5x10-4 M

14. Izračunajte topnost CaC2O4 pri pH 2,5 !

Ksp = 1,3 x 10-8

C2O42- : Kb1 = 1,8 x 10-10 HC2O4- : Kb2 = 1,8, x 10-13

Rez: 8,92 x10-4 M

15. Napišite enačbi masne bilance in elektronevtralnosti za vodno raztopino Ca3(PO4)2!

16. Računsko prikažite, ali je mogoča ločitev z obarjanjem z OH- Fe3+ in Mg2+? Koncentraciji obeh ionov sta 0,1 M.

KspFe(OH)3 = 4 x 1-38 Ksp Mg(OH)2 = 1,8 x 10-11

Rez:[Fe3+] kvant. Izločen pri [OH-] = 1,6 x 10-11 mol/L, začetek obarjanja [Mg2+] pri [OH-] = 1,3x10-5 mol/L

PUFRI

1. Koliko vsake od naslednjih substanc moramo raztopiti v 100 ml vode, da bo raztopina reagirala alkalno na fenolftalein?

a) NH3, b) NaHCO3

KNH3 = 1,86 x10-5 K1H2CO3 = 4,6 x 10-7

K2H2CO3 = 4,4 x 10-11

2. Kako pripravimo 250 ml puferske raztopine s pH 4,50 iz 0,2000 M raztopine CH3COONa in 0,3000 M raztopine CH3COOH?

Ka = 1,77 x 10-4

Rez.: VCH3COO- = 113,4 ml V CH3COOH= 136,4 ml

3. Izračunajte molarno razmerje med bazo in njeno konjugirano kisli­no, oziroma kislino in njeno konjugirano bazo v raztopinah s pH = 9,80 za naslednje primere (a) NH3, NH4Cl,

(b) HCN, NaCN

Ka = 2,1 x 10-9

Kb = 1,75 x 10-5

Rez.: n NH3/nNH4Cl = 3,61, n(HCN/n(NaCN) = 0,075)

4. Imamo puferske zmesi, ki smo jih pripravili iz NH3 in NH4Cl enakih koncentracij (0,05 M) v razmerjih 1:3, 3:1 in 1:1. Kb amoniaka je 1,8x10-5. Kakšne bodo vrednosti pH nastalih raztopin?

Rez.: a) pH= 8,78, b) pH= 9,73, c)= pH= 9,26

5. Kakšen je pH pufrskih raztopin, ki jih dobimo, če zmešamo 50,00 ml 0,200 M NaH2PO4 z: a) 50,00 ml 0,120 M HCl in b) 50,00 ml 1,120 M NaOH!

K1= 7,11 \*10-3 K2=6,34 \*10-8 K3= 4,2\*10-13

Rez.: a) pH= 1,97, b) pH= 7,37

6. Izračunajte pH raztopine, ki nastane z mešanjem 20,0 ml 0,2000 M etanojske (ocetne) kisline z a) 25 ml vode b) 25 ml 0,2 M NaOH!

Ka =1,75.10-5

Rez.: a) pH= 2,91, b) pH= 12,35

7. Koliko g NH4Cl in koliko ml 3,0 M NaOH moramo raztopiti v 200 ml destilirane vode, da bomo po razredčenju na 500 ml dobili raztopino s pH 9,5, s koncentracijo soli (NH4Cl) 0,1 M? K bNH3 = 1,75.10-5

Rez. : m NH4Cl = 13,13, g

8. pH 0,10 M raztopine etilamina (R-NH2) je 11,80. Izračunajte Kb za etilamin! Izračunajte pH 0,1 M raztopine etilamonijevega klorida!

Rez.: pH= 5,31

9. Izračunajte pH 0,1 M raztopine Na2CO3

H2CO3 : K1 = 4,6 x 10-7, K2 = 4,4 x 10-11

10. Izračunajte pH 0,04 M H2SO4! (K2 = 1,2 x 10-3)

Rez.: pH= 1,33

11. Izračunajte pH mešanice 0,120 M HCl in 0,080 M enobazne šibke kisline

(HA: Ka = 1.0.10-4).

Rez: pH = 0,92 ([A-]<<0,120)

25 ml zgornje mešanice dodamo 29,0 ml 0,100 M NaOH. Izračunajte pH dobljene raztopine!

Rez: pH = 2,92 (CHCl= 1,85x10-3; cHA= 3,70 x 10-2)

12. Izračunajte pH in pufrsko kapaciteto raztopine, ki je 0,4 M glede na mravljinčno kislino in 0,6 M glede na Na formiat ! (Ka = 1,77 x 10-4)

Rez.: a) pH= 3,93 b) X= 0,338 c) X=0,469)

13. pH krvi je 7,40. Izračunajte razmerje koncentracij HPO42- in H2PO4- v krvi!

K1 = 1,1.10-2, K2=7,5.10-8, K3=4,8.10-13

Rez.: 1,9

14. Koliko g NaHCO3 moramo dodati k 4,00 g K2CO3, da dobimo po razredčenju na 500 ml raztopino s pH 10,80? (K1 = 4,45 \* 10-7, K2 = 4,69 \* 10-11)

Rez.: 0,822 g

15. Koliko ml 0,800 M KOH moramo dodati k 3,38 g oksalne kisline, da dobimo po razredčenju na 500 ml raztopino s pH 2,40?

Ka1 = 5,60 \* 10-2 Ka2 = 5,42 \* 10-5

Rez.: 43,8 ml

16. Katera od naslednjih baz je najprimernejša za pripravo pufra s pH 9,00? Zakaj?

amoniak NH3 Kb = 1,75 \* 10-5

anilin C2H5NH2 Kb = 3.99 \* 10-10

hidrazin H2NNH2 Kb = 3,00 \* 10-6

piridin C2H5N Kb = 1,69 \* 10-9

17. Koncentracija raztopine A je 0,050 M/L HF, in raztopine B 0,050 M/L NH3.

a) Izračunajte pH raztopine, ki jo dobimo, če zmešamo 20,0 ml raztopine A in 14 ml raztopine B!

b) Izračunajte pH raztopine, ki jo dobimo, če zmešamo 20 ml raztopine B in 14 ml raztopine A!

Ka = 6,8 \* 10-4 Kb = 1,75 \* 10-5

Rez. a) pH = 3,54 b) pH= 8,88)

18. Kolikšen je delež nedisociiranega NaOH v 1 M raztopini? (Kb = 0,20)

Rez.: 64,2%

19. Izračunajte pH raztopine, ki jo pripravimo z raztapljanjem 1,23 g 2-nitrofenola v 0,250 L vode!

M = 139,110 Ka = 6,2 x 10-8

Rez. pH= 4,33

20. Kako pripravimo pufer s pH 5 iz 0,500 M raztopine ocetne kisline (Ka = 1,75 x 10-5) in 0,426 M raztopine NaOH?

Rez. V(CH3COOH)/V(NaOH) = 1,34

21. Izračunajte pH v 0,1000 M raztopini NaHCO3! (K1 = 4,45 x 10-7, K2 = 4,7 x 10-11)

22. Izračunajte pH raztopine, ki nastane z mešanjem 50 ml 0,001 M raztopine CH3COOH in 10 ml 0,001 M raztopine NaOH! (Ka = 1,75 x 10-5)

Rez.: pH= 8,34

23. Koliko g NaH2PO4, (M=120 g/mol) in Na2HPO4, (M=142 g/mol) potrebujemo za pripravo 1 L pufrske raztopine s pH 7,45 z ionsko močjo 0,1000?

Ka1 = 1,1.10-2, Ka2=7,5.10-8, Ka3=4,8.10-13

Rez: 1,6 g/L NaH2PO4, 4,1 g Na2HPO4/L

24. Koliko g NH4Cl in koliko ml 3,0 M NaOH moramo raztopiti v 200 ml destilirane vode, da bomo po razredčenju na 500 ml dobili raztopino s pH 9,5, s koncentracijo soli (NH4Cl) 0,1 M? K bNH3 = 1,75.10-5

Rez. : m NH4Cl = 13,13, g

25. Za koliko se spremeni pH raztopine, če dodamo k 100 ml raztopine, ki vsebuje 0,2 mol. NaCH3COO in 0,2 mola CH3COOH, 2 ml 1,0 M HCl. Končni volumen raztopine je 100 ml. (Ka = 1,75 x 10-5)

Rez. : Δ pH = -0,009)

26. Koliko mL 0,1000 M HCl in koliko g Na-acetata dihidrata potrebujemo, da pripravimo 250 ml pufra s pH 5,00 in ionsko jakostjo 0,100 M ?

27. Izračunajte pH in koncentraciji (CH3CH2)2NH in (CH3CH2)2NH2+ v 0,03 M raztopini dietilamina!

(Kb= 4,7 x 10-10)!

Rez.: pH = 8,57 [(CH3CH2)2NH] = 0,03 M [(CH3CH2)2NH2+] = 3,8 x10-6 M

28. Koliko mL 0,1000 M HCl in koliko g Na-acetata dihidrata potrebujemo, da pripravimo 250 ml pufra s pH 5,00 (pri 5oC) in ionsko jakostjo 0,100 M ?

pKw (5oC) = 14,734

pKa (5oC) = 4,77

Na=23

Rez.: 2,95 g Na- acetata , 92,7 ml HCl

29. Koliko ml 0,421 M HCl moramo dodati k 50,0 ml 0,055 M dinatrijevega malonata – Na2A (sol malonske kisline), da bo imela raztopina pH a) 6,00 in b) 3,2?

Malonska kislina (H2A) - HO2CCH2CO2H:

pK1= 2,847, pK2= 5,696

Rez.: a) 2,2 ml b) 8,5 ml

TITRACIJE

1. Karl Fischer-jev reagent (KFR) standariziramo s titracijo znane množine vode, ki jo dodamo v metanol. 25,00 ml KFR reagira z 34,61 ml metanola, ki je vseboval 4,163mg H2O/ml. Za titracijo 25 ml »čistega« metanola porabimo 3,18 ml KFR. Za titracijo suspenzije 1 g kristalohidrata v 25 ml metanola porabimo 38,12 ml KFR Izražunajte utežni % vode v kristalohidratu!

Rez.: 24,4%

2. 50,00 ml 0,1000 M raztopine šibke kisline titriramo z 0,1000 M raztopino NaOH. Po dodatku 30 ml baze je bil pH raztopine 4,92. Izračunajte disociacijsko konstanto šibke kisline!

Rez: Ka= 1,8 x 10-5

3. V vzorcu, ki vsebuje sečnino (NH2)2CO določujemo N po Kjeldahlu. Zatehtamo 0,20000 g vzorca, ga raztopimo in po redukciji destiliramo NH3 v 50,00 ml 0,05000 M H2SO4. Presežno kislino titriramo z 0,05 M NaOH. Pri titraciji porabimo 3,40 ml reagenta. Izračunajte % sečnine v vzorcu!

C= 12 g/mol, N=14 g/mol

Rez.: 72,51%

4. Izračunajte pH raztopine, če smo pri titraciji 25,0 ml 0,1000 M maleinske kisline z 0,1000 M NaOH dodali 50,0 ml 0,1 M NaOH! (K1 = 1,5 x 10-2, K2 = 2,6 x 10-7)

5. Za titracijo 100,00 ml enobazne šibke kisline porabimo 27,63 ml 0,09381 M NaOH. pH v ekvivalentni točki je 10,99. Izračunajte pH po dodatku 19,47 ml NaOH v 100 ml raztopine kisline!

6. Za določitev % proteinov v moki moramo % N pomnožiti z 5,7. 0,909 g vzorca pšenične moke analiziramo po Kjeldalovem postopku. NH3 desti­liramo v 50 ml 0,0506 M HCl. Za retitracijo porabimo 7,46 ml 0,0491 M NaOH. Izračunajte % proteinov v moki!

7. Vzorec tehničnega NaOH, ki je bil več dni izpostavljen na zraku analiziramo. Zatehtamo 188,5 mg vzorca, ga raztopimo in titriramo. Če uporabimo kot indikator fenol ftalein porabimo 39,19 ml 0,1065 M HCl, če pa uporabimo metil oranž pa porabimo za titracijo enake množine vzorca 40,65 ml kisline. Ugotovite sestavo vzorca!

8. V vzorcu je možna prisotnost Na2CO3, NaHCO3 ali NaOH. Za titracijo 50 ml vzorca porabimo 22,1 ml 0,1000 M HCl, če uporabimo kot indika­tor fenolftalein in 48,4 ml iste kisline, če uporabimo kot indikator metil oranž. Določite sestavo raztopine!

9. Koliko % CH3COOH je v 3,000 g vzorca, ki porabi 20,5 ml 0,1150 M NaOH pri titraciji na fenolftalein?

10. Koliko g 55% NaOH moramo zatehtati, da pri titraciji porabimo 42,5 ml HCl? Za titracijo 50 ml iste HCl porabimo 49,2 ml 0,5212 M NaOH.

11. 25 ml raztopine KCl titriramo z raztopino AgNO3, ki vsebuje 4,5 g AgNO3 v 250 ml. Porabimo 23,25 ml reagenta.

Izračunajte koncentracijo raztopine KCl (M/L) b) Maso KCl v 1 litru raztopine

Naštejte indikatorje, ki smo jih uporabili pri obarjalnih titracijah!

12. Raztopino KMnO4 standariziramo z Na2C2O4 . Za 0,2528 g Na2C2O4 porabimo 40,41 ml KMnO4. Izračunajte molarnost KMnO4! Napišite reakcije!

13. Za določevanje klorida v trdnih vzorcih uporabljamo Fajansovo metodo. Kakšna mora biti koncentracija titrne raztopine, da bo pri 250 mg zatehti vsak ml porabljene titrne raztopine ustrezal % Cl v vzorcu?

Ag = 107,9 Cl=35,5

14. Preparat, ki ga uporabljamo za zmanjšanje kožnega vnetja, je mešanica železovega in cinkovega oksida. 1,022 g vzorca suhega preparata raztopimo v kislini in razredčimo na 250 ml. 10 ml alikvotu dodamo KF (za maskiranje železa). Po uravnavanju pH raztopino titriramo in porabimo 38,71 ml 0,01294 M EDTA. Drugi alikvot (50 ml) titriramo z 0,002727 M raztopino ZnY2-. Pri titraciji porabimo 2,40 ml reagenta.

Izračunajte % ZnO in Fe2O3 v vzorcu! Upoštevajte, da tvori EDTA z Fe3+ ioni stabilnejši kelat kot s Zn2+ ! (M (Fe) = 55,8 g/mol , M(Zn)= 65,4 g/mol)

Rez: % ZnO = mZnO/mvz .100% = 99,74% %Fe2O3 = mFe2O3/mvz.100% = 0,26%

15. V vzorcu krvi določujemo koncentracijo N. 1,246 g vzorca dodamo 25 ml koncentrirane H2SO4, 10 g K2SO4 in 0,1 g Se ter raztopino 3 ure segrevamo pri temperaturi vrelišča. Vzorec razredčimo na 250 ml ter naalkalimo z 50 ml 50% NaOH. Mešanico destiliramo ter NH3 uvajamo v 50 ml 4% HBO2 (gostota = 1). Kislino titriramo z 0,1065 M HCl in porabimo 37,65 ml. Izračunajte % N v vzorcu!

Rez.: 4,51% N

16. Za določitev končne točke pri titraciji moramo za spremembo barve indikatorja dodati 0,03 ml presežka reagenta. Izračunajte relativno napako, če pri titraciji porabimo a) 5 ml in b) 25 ml titranta!

Rez.:a) 0,6%, b) 0,12%

17. V vzorcu, ki vsebuje sečnino (NH2)2CO določujemo N po Kjeldahlu. Zatehtamo 0,20000 g vzorca, ga raztopimo in po redukciji destiliramo NH3 v 50,00 ml 0,05000 M H2SO4. Presežno kislino titriramo z 0,05 M NaOH. Pri titraciji porabimo 3,40 ml reagenta. Izračunajte % sečnine v vzorcu!

C = 12 , N = 14

Rez: 72,45%

ELEKTROKEMIJA

1. Izračunajte potencial raztopine, ki jo dobimo, če zmešamo 5,0 ml 0,1 M Ce4+ in 5,0 ml 0,3 M raztopine Fe2+! (Eo Fe2+/Fe3+ = 0,771 V)

Rez.: 0,735 V

2. Izračunajte potencial srebrove elektrode v raztopini, ki je nasičena z AgCl in v kateri je aktivnost Cl- točno 11

EoAg/AgCl= 0,799 V Ksp = 1,82 x 10-10

Rez.: 0,222V

3. Izračunajte koncentracijo Ag+ ionov po dodatku 15,0 ml 0,1 M AgNO3 v 50 ml 0,08 M KSCN in izračunajte potencial Ag elektrode proti SCE pri teh pogojih!

Ksp = 1,1 x 10-12 EoAg+/Ag = 0,799 V

4. Pri štiridesetkratnem razredčenju raztopine KCNS se je spremenil potencial SCN- ionoselektivne elektrode za 80 mV. Za koliko bi se spremenil potencial, če bi raztopino razredčili dvajsetkrat?

Rez.: ΔE= 65 mV

5. Z ionoselektivno elektrodo določujemo koncentracijo F-. Raztopina je 1.10-4 glede na F- in 0,1 glede na NaNO3. Koncentracijo odčitamo iz umeritvene krivulje, ki smo jo pripravili s čistimi raztopinami F- koncentracij od 10-5 do 10-3.

Ali je odčitana koncentracija pravilna? Trditev utemelji!

Zakaj merimo pri določevanju F- v pH območju med 5 in 7?

6. V čašo smo odmerili 25 ml vzorca s koncentracijo F- 1x10-3mol/L. Odčitani potencial je bil 60 mV. Nato smo dodali 1 ml 1.10-3 M raztopine F-. Za koliko bi se spremenil potencial elektrode pri 25oC, če bi se elektroda obnašala idealno?

7. Izračunajte elektrodni potencial polčlena : Cd/Cd(OH)2 (nas), H+ pri pH 11!

Potencial izrazite glede na nasičeno kalomelovo elektrodo (ESCE = 0,242 V)!

Ksp Cd(OH)2 =5,9x10-15, Eo (Cd2+/Cd) = -0,403 V

8. Perkloratno ionoselektivno elektrodo pomočimo v 50 ml raztopine z neznano koncentracijo ClO4-. Izmerimo potencial 358,7 mV vs SCE. Če dodamo v to raztopino 1,00 ml 0,050 M NaClO4, se potencial spremeni za 12,6 mV. Izračunajte koncentracijo ClO4- v vzorcu! Predpostavite teoretsko strmino elektrode!

9. Fluoridna ionoselektivna elektroda reagira tudi na La3+ ione! Za koliko se bo spremenil potencial elektrode, če jo iz 2,36 x 10-4 M raztopine La(ClO4)3 damo v 4,44 x 10-3 M La(ClO4)3?

Zakaj reagira elektroda na La3+ ione?

#### Rez: ΔE =-25,1 mV

10. V teflonsko posodo zatehtamo 0,050 g standardnega vzorca, ki vsebuje 1,520 % fluorida. Po razklopu izperemo raztopino v 100 ml merilno bučko in dopolnimo do oznake. 50 ml te raztopine odmerimo v čašo in dodamo 50 ml pufra (TISAB). Napetost, ki jo izmerimo z ionoselektivno elektrodo, je 48,3 mV. Nato dodamo 10 ml 1,0.10-3M raztopine fluoridnega iona in ponovno izmerimo napetost, ki se spremeni za 15,3 mV. Določite pravilnost postopka, če je strmina elektrode pri teh pogojih 59,0 mV!

Rez. Rel napaka: -22,4%

11. 2,05 g vzorca, ki vsebuje F- raztopimo v H2O ter razredčimo na 50 mL. Potencial F- ionoselektivne elektrode je 62,5 mV. Nato dodamo 5.00 mL 2,5 x 10-4 M standardne raztopin. Odčitani potencial je 42,7 mV. Za določitev naklona umeritvene krivulje uporabimo standardne raztopine F- ionov. Podatki so naslednji:

2,5x 10-5 M 95 mV

2,5x 10-4 M 39 mV

2,5x 10-3 M -17 mV.

Izračunajte % KF v vzorcu!

K......39 F.......19

12. Pri katerem katodnem potencialu se bo začel izločati baker, če je koncentracija Cu2+ ionov 0,01 M in koncentracija EDTA 1 x 10-3 ( pH = 11)?

Eo = 0,377 V Kst. = 6,3 x 1018

13. Želimo ločiti Bi, Cu, Ag iz raztopine, ki je 0,0800 M glede na BiO+, 0,242 M glede na Cu2+, 0,106 M glede na Ag in 1,00 glede na HClO4.

Ali lahko ločitev izvedemo?

Določite potencialno območje za izločitev posamezne komponente!

Določite potencial, ki je potreben za kvantitativno izločitev tretjega iona po ločitvi prvih dveh! Eo Bi = 0,32 V, Eo Cu = 0,337 V, Eo = 0,792 V

14. Izračunajte katodni potencial, ki je potreben za popolno redukcijo Co(II) iz 0,100M raztopine EDTA pri pH 7! Začetna koncentracija Co(II) je 0,01 M.

Kf = 2,0 x 1016, α (Y4- pri pH 7) = 5,0 x 10-4

15. Ione, ki reagirajo z Ag+ lahko elektrogravimetrično določujemo z njihovim izločanjem na anodi iz srebra.

Ag(trd.) +X- ------> AgX(trd) + e

Kolikšna bo masa anode po elektrolizi 75,0 ml 0,0238 M KSCN, če je bila začetna masa 12,4638 g?

16. Izračunajte potencial, pri katerem se bo na elektrodi pričel izločati AgBr iz 0,1 M raztopine Br-!

Ag+ + e ------> Ag(trd.) Eo = 0,799 V

ESCE = 0,241 V Ksp AgBr = 5,0 x 10-13

17. Izračunajte potencial, ki je potreben za kvantitativo ločitev Zn in Cd iz raztopine, ki je približno 0,25 M glede na oba iona. Potencial podajte glede na SCE!

Eo Zn2+/Zn = -0,76 V Eo Cd2+/Cd -0,40 V ESCE = 0,242 V

18. H2S v vzorcu vode smo določili z elektrolizno generiranim jodom. V 50 ml alikvot vzorca smo dodali 3 g KJ ter kontrolirali jakost toka med kulometrično titracijo ( i = 0,00731 A). Čas titracije je bil 9,2 min. Izračunajte koncentracijo H2S v vzorcu ( v 1 litu vzorca)

H2S + J2 ---------> 2H+ + S + 2J-

Rez.: 4,18x10-4 mol/l

19. Pri potencialu -1,0 V (vs SCE) CCl4 v metanolu reduciramo do kloroforma na Hg katodi:

2CCl4 + 2H+ + 2e + 2Hg (l) = 2 CHCl3 + 2Hg2Cl2

Pri -1,80 V kloroform reagira do metana:

2CHCl3 + 6H+ + 6e + 6 Hg(l) = 2CH4 + 3 Hg2Cl2

0,750 g vzorca, ki vsebuje CCl4 in CHCl3 ter inertno snov smo razto­pili v metanolu in elektrolizirali pri -1,0 V do toka 0. Izmerjena elek­trenina je bila 11, 63 Cb. Nato smo nadaljevali z redukcijo pri -1,80 V. Potrebnih je bilo nadaljnjih 44,24 Cb. Izračunajte % CCl4 in CHCl3 v vzorcu!

Rez.: w CHCl3 = 0,52% w(CCl4)= 2,47%

20. 2,000 ml vzorca, ki vsebuje 0,6113 mg cikloheksena kulometrično titriramo:

Br2 + 2 e + C6H10 ===> C6H8Br2

Koliko časa bo trajala titracija pri toku 4,825 mA?

Kako ugotovimo končno točko titracije?

21. V vzorcu določujemo dopamin z elektrokemijsko metodo. Za vzorec izmerimo jakost toka 34,6 nA. Nato zmešamo 2,00 ml raztopine, ki vsebuje 0,0156 M dopamina z 90 ml vzorca in raztopino razredčimo na 100 ml. Izmerjena jakost toka je 58,4 nA.

Izračunajte koncentracijo dopamina v vzorcu!

V kakšno skupino elektrokemijskih metod spada uporabljena metoda?

Rez.: 3,96x10-4 M

22. Potencial fluoridne ionoselektivne elektrode v 1,00 x 10-5 M raztopini je +0,1300 V vs SCE. V 100 ml te raztopine dodamo toliko trdenga NaF, da se potencial spremeni na + 0,0120 V vs SCE. Koliko mg NaF smo dodali?

F = 19, Na = 23

Rez: 4,158 mg

SPEKTROSKOPSKE METODE

1. Logaritem molarnega absorpcijskega koeficienta za aceton v etanolu je pri 366 nm 2,75. V kakšnem koncentracijskem območju bo v 1,5 cm kiveti prepustnost (T) za aceton med 10 in 90%?

Rez.: od 1,19x10-3 do 5,43x10-5 M

2. V vzorcih, ki vsebujejo od 1-2% Ti, želimo spektrofotometrično določati Ti. Molarni absorpcijski koeficient za Ti kompleks s H2O2 je pri 410 nm 720. Kolikšna mora biti zatehta vzorca, da bo pri uporabi 1 cm kivete in razredčitvi vzorca na 50 ml izmerjena absorbanca za vzorec s koncentracijo Ti v sredini pričakovanega koncentracijskega intervala optimalna (0,43)?

Narišite shemo spektrofotometra!

3. 150 mg vzorca jekla raztopimo v 50 mL 4 M HNO3, ogljik oksidi­ramo z amonijevim peroksodisulfatom ter raztopino razredčimo na 100 ml. Nato odmerimo 20 ml raztopine in Mn oksidiramo s KJO4. Izmerjena absorbanca raztopine vzorca je 0.452. Na enak način pripravimo standardni vzorec, ki vsebuje 0.234% Mn. Izmerjena absorbanca za raztopino standarda je 0.479. Izračunajte % Mn v vzorcu jekla! Napišite reakcijo oksidacije ter navedite območje absorbance, v katerem bo napaka najmanjša!

4. Raztopina, ki vsebuje 1,00 mg železa (kot tiocianatni kompleks) v 100 ml, prepušča 70% svetlobe. Kakšen bo delež prepuščene svetlobe, če koncentracijo raztopine povečamo štirikrat?

5. Raztopina, ki vsebuje 1,00 mg železa (kot tiocianatni kompleks) v 100 ml, prepušča 70% svetlobe. Kakšen bo delež prepuščene svetlobe, če koncentracijo raztopine povečamo štirikrat?

6. Pri določevanju thiamina (vitamin B) v vzorcu smo pomotoma na instrumentu namesto absorbance odčitali prepustnost. Za prvi vzorec smo izmerili prepustnost 82,2% in za drugi 50,7%. Izračunajte koncentracijsko razmerje thiamina v vzorcih!

Rez: C1/C2 = 0,289

7. V vzorcu petroleja spektrofotometrično določamo Co. 4,97 g vzorca smo razkrojili ter razredčili na 500 ml. Uporabili smo tehniko standardnega dodatka, pri čemer smo uporabili 25 ml alikvote vzorca. Izračunajte koncentracijo Co v vzorcu na osnovi naslednjih podatkov:

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| V vzorca (ml) | V liganda (ml) | V Co st.- 3ppm (ml) | V H2O (ml) | A |
| 25,0 | 20,0 | 0,00 | 5 | 0,10 |
| 25,0 | 20,0 | 5,00 | 0 | 0,98 |

8. 4,37, mg vzorca proteina razkrojimo in pretvorimo dušik v NH3. Raztopino razredčimo na 100 ml. Nato v 50 ml merilno bučko odmerimo 10 ml raztopine, dodamo 2 ml raztopine Na hipoklorita in 5 ml raztopine fenola. Nastane modri kompleks z bruto formulo C12H8O2N. Raztopino razredčimo do značke in izmerimo absorbanco pri 625 nm v 1 cm kiveti. Primerjalno raztopino pripravimo z raztapljanjem 0,0100 g NH4Cl v 1 l vode. 10 ml te raztopine odmerimo v 50 ml merilno bučko ter uporabimo enak postopek kot pri vzorcu.

Rezultati meritev:

A

Slepa raztopina: 0,140

Primerjalna raztopina: 0,308

Vzorec: 0,592

Izračunajte molarni absorpcijski koeficient za obarvani kompleks! Izračunajte utežni % dušika v vzorcu!

Rez: ε= 4,49x103 M-1cm-1, 16,1%

9. V vitaminskem preparatu določujemo železo. Dve tableti (6,0800g) raztopimo in organske komponente razkrojimo s kislinsko mešanico. Raztopino prenesemo v 1000 ml merilno bučko in razredčimo do značke. Dva 10 ml alikvota analiziramo. Na osnovi podatkov v tabeli izračunajte maso Fe v posamezni tableti!

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| V vzorca(ml) | V st. raztopine Fe(III), 1μg/ml | V reagenta–liganda (ml) | V vode (ml) | A |
| 10 | 0,00 | 25,00 | 15,00 | 0,492 |
| 10 | 15,00 | 25,00 | 15,00 | 0,571 |

##### S kakšno metodo smo določevali vsebnost železa?

10. Molarni absorpcijski koeficienti snovi X in Y so pri 272 nm in 327 nm naslednji:

272nm 327 nm

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

X 16400 3990

Y 3870 6420

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Mešanica obeh komponent ima pri 272 nm v 1 cm kiveti absorbanco 0,957 in 0,559 pri 327 nm. Izračunajte koncentracijo X in Y v mešanici! Kakšno enoto ima molarni absorpcijski koeficient?

11. Ca atome lahko vzbudimo v prvo vzbujeno stanje s svetlobo z valov­no dolžino 422,7 nm

Izračunajte energetsko razliko med osnovnim in vzbujenim stanjem

(KJ/mol)! Za Ca je relativna degeneriranost nivojev (g\*/g) 3! Izračunajte razmerje med številom atomov v vzbujenem in osnovnem stanju pri 2500 K!

Za koliko % se spremeni to razmerje, če se spremeni temperatura za 15 K?

(k = 1,381 x 10-23 J/K, h = 6,63 x 10-34 J/s, c = 2,99 x 108 m/s)

12. V raztopini določujemo Li s plamensko emisijsko spektrometrijo. Uporabimo tehniko standardnega dodatka. Na osnovi podatkov iz tabele izračunajte koncentracijo Li v vzorcu!

vzorec Standard končni V intenz. signala

(ml) (ml) (delci)

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

10,00 0,00 100 309

10,00 5,00 100 452

10,00 10,00 100 600

10,00 15,00 100 765

10,00 20,00 100 906

Koncentracija Li standarda je 1,62 μg/ml!

13. S tehniko atomske absorpcijske spektrometrije določujemo množino Fe v izrabljenem motornem olju. Standardni odmik za postopek, ki smo ga določili s tridesetkratnim merjenjem vzorca znaša 2,4 μg/ml. Izračunajte 80 in 95 % območji zanesljivosti za rezultat 18,5 μg/ml, če smo ga dobili z eno, dvema ali štirimi meritvah!

Z80%= 1,29 Z95%= 1,96

14. V raztopini smo določali Cr po naslednjem postopku: v pet 50 ml merilnih bučk smo odmerili po 10 ml vzorca ter različne volumne strandardne raztopine Cr s koncentracijo 12,2 mg/ml in raztopine razredčili do oznake.

Rezultati meritev:

vzorec (ml) volumen standardne raztopine (ml) A

10 0 0,201

10 10 0,292

10 20 0,378

10 30 0,467

10 40 0,554

Izračunajte koncentracijo kroma v vzorcu ter standardni odmik rezultata!

15. Kaj je induktivno sklopljena plazma? Razlika med energijama 4p in 3s nivojema na atoma je 3,75 eV. Izračunajte valovno dolžino, ki ustreza temu prehodu! Kakšna je frekvenca elektromagnetnega valovanja za omenjeni prehod?

Rez.:λ= 330, 2nm ν=9,05x1014 s

16. V raztopini B, ki je 3,31 x 10-4 M glede na farmacevtsko učinkovino K (M= 273) izmerimo prepustnost 0,173 pri 285 nm v 1 cm kiveti. 0,3122 g vzorca , ki vsebuje učinkovino K raztopimo v 500 ml vode in pri enakih eksperimentalnih pogojih izmerimo prepustnost, ki znaša 0,222. Izračunajte % učinkovine v preparatu !

Rez. : 12,4%

17. Pri določevanju thiamina (vitamin B) v vzorcu smo pomotoma na instrumentu namesto absorbance odčitali prepustnost. Za prvi vzorec smo izmerili prepustnost 82,2% in za drugi 50,7%. Izračunajte koncentracijsko razmerje thiamina v vzorcih!

Rez.: 0,289

KROMATOGRAFIJA

1. Če kromatografsko ločimo 1,06 mmolov 1-pentanola in 1,53 mmola 1-heksanola, izmerimo relativne površine vrhov 922 (pentanol) in 1570 (1-heksanol). Če dodamo 0,57 mmolov pentanola neznanemu vzorcu, ki vsebuje heksanol, izmerimo razmerje površin kromatografskih vrhov 843:816 (pentanol:heksanol). Koliko heksanola vsebuje vzorec?

Kakšne kolone uporabljamo v plinski kromatografiji?

2. Za spojini C in D izmerimo sledeče HPLC vrednosti:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Spojina | Koncentracija mg/L | Površina vrha |
| C | 236 | 4,42 |
| D | 337 | 5,52 |

Pripravimo raztopino z mešanjem 1,23 mg D v 5 ml topila z 10 ml vzorca. Raztopino razredčimo na 25 ml. Za substanco C izmerimo površino 3,33 in za D 2,22. Izračunajte koncentracijo snovi C v vzorcu!

Rez.: [Cg] = 161 mg/L

3. Izračunajte število teoretskih podov iz naslednjih podatkov:

tr= 12,83 min, širina vrha: 18,4 s, dolžina kolone 15,8 cm.

Izračunajte višino teoretskega poda!

Rez.: N= 2,80x104, H= 5,64 μm

4. Mešanico, ki vsebuje 1,25 mmolov n-pentanola in 1,20 mmolov n-heksanola, raztopimo v ustreznem topilu ter analiziramo s plinsko kromatografijo. Površina kromatografskega vrha za n-pentanol znaša 2,08 cm2 in za n-heksanol 2,32 cm2. Vzorec, ki vsebuje 1,1 mmola n-pentanola in y mmolov n-heksanola, daje vrhove s površinami 1,93 cm2 (n-pentanol) in 1,12 cm2 (n-heksnol). Izračunajte vrednost y!

Rez: 0,55 mmol

VREDNOTENJE REZULTATOV

1. Titrimetrični postopek za določevanje Ca v apnencu smo kontrolira­li s standardnim vzorcem (30,15% CaO). Rezultat analize je bil 30,26% CaO, izvršili pa smo 4 paralelne določitve. Standardni odmik na osnovi teh določitev je bil 0,085% CaO, standardni odmik na osnovi daljših opazovanj pa 0,094% CaO.

Ali ima postopek sistematično napako? ( na osnovi 95% verjetnosti)? Ali bi se vaša ugotovitev spremenila, če ne bi prej poznali stand­ardnega odmika?

1 2 3 4 5 ∞

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

t95% 12,7 4,3 3,18 2,78 2,57 1,96

2. Nov postopek za določevanje polikloriranih bifenilov (PCB) smo preizkusili z analizo standardnega vzorca, ki vsebuje 1,50 mg PCB/l.

Rezultati določitev so naslednji: 1,52; 1,41; 1,46; 1,70; 1,59; 1,26; 1,76; 1,05 mg/l. Ali lahko na osnovi teh meritev sklepamo na sistematično napako postopka?

t (N-1=7)

80% 90% 95%

1,42 1,90 2,36

3. V krvi smo ugotovili naslednje paralelne rezultate za koncentraci­jo alkohola: 0,084, 0,080, 0,079. Izračunajte 95% meje zanesljivosti za poprečno vrednost, če a) ne poznamo natančnosti postopka, 2)če smo dobro določili njegovo natan~nost, s= σ =0,005% etanola!

Rez.: a) 0,084±0,012 b) 0,084±0,006

4. Z večjim številom meritev smo ugotovili, da je standardni odmik postopka za določevanje klorida 0,2%. Ugotovite meje zanesljivosti (90%) za vzorec, ki vsebuje 52,1% Cl, če smo rezultat dobili z: eno določitvijo; s tremi določitvami; s petimi določitvami.

Z90% = 1,64

5. Analiza po Kjeldahlu dveh vzorcev umetnih gnojil je pokazala, da je v vzorcu 1: 14,2%, 14,5%, 14,6%, 14,3% N, v vzorcu 2 pa: 15,0, 15,3, 15,2, 15,4, 15,6% N.

Standardni odmik postopka s znaša ± 0,3% ( na osnovi 10 meritev). Ali lahko sklepamo, da gre za isto gnojilo?

6. Koncentracijo klora v vzorcu smo ugotovili s tremi paralelnimi določitvami. Aritmetična sredina je 52,10% in iz meritev izračunani standardni odmik, s je 0,20%. Kolikšno je območje zanesljivosti (90%)? t90, N=3 = 2,92

7. Nov postopek za hitro določitev S v gorivu smo preizkusili z vzorcem, za katerega smo imeli zanesljivo analizo (s = 0,123%). Dobili smo naslednje rezultate %S: 0,112, 0,118, 0,118, 0,115, 0,119. Ugotovite, če daje nov postopek pravilne rezultate in kolikšna je morebitna napaka!

8. Postopek za določitev Mn v jeklu smo preizkusili z analizo standard­nega vzorca, ki vsebuje 1,12% Mn. Izmerili smo naslednje vrednosti: 1,17%,l 1,19%, 1,11%, 1,15%, 1,12%. Ali lahko trdimo z 90% zanesljivostjo, da daje naša metoda previsoke rezultate. Ali bo naš zaključek enak pri 99% zanesljivosti? t90%(n=5)=2,132 t99%(n=5)=4,604

9. V istem vzorcu smo določili Ca v različnih dneh.

Rezultati:

Konc. Ca (mg/L) Število meritev

1. dan 238 4

2. dan 255 5

Standardni odmik postopka je ±14 mg/L.

tkrit. = 2,365

Ali lahko na osnovi teh meritev sklepamo, na nepravilno ravnanje z vzorcem?

10. Za določevanje ATP (adenozintrifosfata) v tkivu smo razvili novo metodo, pri kateri smo pri analizi standardnega referenčnega vzorca z deklarirano vrednostjo 1,11 mmol/mg dobili naslednje rezultate: 1,17; 1,19; 1,11; 1,15 in 1,20 mmol/mg. Ali lahko s 95% zanesljivostjo trdimo, da se naša določitev ujema z deklarirano vrednostjo? tkrit.(95%) = 2,227

Rez.: texp > tkrit odgovor NE!

11. V vzorcu smo z zanesljivo in validirano metodo določili koncentracijo Mg. Določili smo 0,137 ut.%. Z novim analiznim postopkom smo v istem vzorcu določili naslednje koncentacije: 0,129; 0,133; 0,136; 0,130; 0,128; 0,131. Ali lahko z 95% gotovostjo trdimo, da daje naša metoda pravilne rezultate?

tkrit(95%) = 2,571

Rez: texp= 5>tkrit. - Rezultata se razlikujeta

12. V urinu smo določali koncentracijo Na z natrijevo iono-selektivno elektrodo. Določili smo naslednje vrednosti: 102, 97, 99, 98, 101 in 106 mM. Kakšne so meje zanesljivosti za izmerjeno koncentracijo pri 95 in 99% zanesljivosti?

t95% = 2,57 t99% = 4,04

**Vprašanja:**

**Splošno:**

1. Napišite primere in enačbe za izračun konstant za analizno kemijo pomembnih ravnotežij!

2. Napišite vsa kemijska ravnotežja, ki so pomembna v analizni kemiji! Napišite za vsako ravnotežje po en primer ravnotežne reakcije in ustrezno enačbo za izračun ravnotežne konstante!

3. Opišite in razložite potek titracije mešanice Na2CO3 in NaHCO3 v raztopini! Napišite ustrezne kemijske enačbe in princip izračuna rezul­tatov!

4. Napišite indikatorje za sledeče titracije:

acidimetrija-alkalimetrija\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

obarjalne titracije\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

redoks titracije\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

kompleksometrične titracije\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

5. Pri obarjalnih titracijah določamo končno točko titracije z

1.\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

2.\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

3.\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

4.\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

6. Kako vpliva pH raztopine na topnost oborine? Prikažite ustrezne reakcije!

7. Kako določamo dušik v organskih in anorganskih spojinah?

**Elektroanalizne metode:**

1. Koncentracijo ionov v vzorcu s kulometrično titracijo določimo tako, da merimo

napetost med elektrodama\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

jakost toka\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Potencial katode\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

čas titracije\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Volumen titrne raztopine\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

2. Koncentracijo ionov v raztopini z elektrogravimetrijo določamo tako, da merimo

jakost toka\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

napetost delovne elektrode\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

težo vzorca\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

napetost celice\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

maso elektrod\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

3. Membrana fluoridne ionoselektivne elektrode je zgrajena iz

NaF

stekla

flurovega membranata

lantanovega fluorida

4. Potenciometrična titracija kloridnih ionov

osnove metode

shema aparature

opis elektrod

osnovne reakcije

5. Opišite kulometrično določitev kloridnih ionov

osnove metode

shema aparature

opis elektrod

osnovne reakcije

6. Opišite referenčni elektrodi :

nasičeno kalomelovo elektrodo

Ag/AgCl

shema, kemijske reakcije, enačba za potencial

7. Kakšne elektrode bi uporabili pri potenciometrični titraciji

a) etanojske kisline z NaOH

b) Fe2+ ionov s Ce4+ ioni?

8. Opišite nasičeno kalomelovo elektrodo (shema, kemijske reakcije, enačba za potencial)!

9. Kakšna je matematična zveza, ki opisuje zvezo med analiznim signalom in koncentracijo pri potenciometričnih in amperometričnih meritvah? Obkrožite pravilni(e) odgovor(e)!

a. Linearna pri potenciometriji, eksponentna pri amperometriji

b. Linearna pri potenciometriji, logaritemska pri amperometriji

c. Linearna pri obeh metodah

d. Logaritemska pri obeh metodah

e. Logaritemska pri potenciometriji in linearna pri amperometriji

**Spektroskopske metode:**

1. Beerov zakon velja

za monokromatsko svetlobo.................................

samo za spektralno območje od 200-650 nm..................

za pojave, ki so posledica energetskih prehodov v atomih, ionih in molekulah...................................

za sipano svetlobo..........................

2. Napišite Beerov zakon! (pojasnite količine in navedite enote!)

Beerov zakon ne velja:

za razredčene raztopine........

za koncentrirane raztopine......

za monokromatsko svetlobo.......

za polikromatsko svetlobo.......

če v raztopini nastopa disociacija.......

3. Kako bi povečali občutljivost spektrofotometrične določitve?

4. Narišite shemo aparata za atomsko absorpcijsko spektrometrijo!

5. Naštejte sestavne dele plamenskega fotometra in definirajte njihovo vlogo:

SESTAVNI DEL VLOGA

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

6. Atomska absorpcijska spektrometrija

osnove metode

shema aparature

kaj predvsem določujemo z metodo

7. Molekularna absorpcijska spektrometrija v UV, VIS in IR

osnove metode

shema aparature

kaj predvsem določujemo z metodo

8. Kaj vpliva na pravilnost spektrofotometrične določitve?

9. IR spektrometrijo uporabljamo predvsem za \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

v \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ koncentracijskem območju. navedite vsaj pet skupin, oziroma vezi, ki absorbirajo v IR.

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ valovna dolž. (nm)

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

10. Navedite glavna področja elektromagnetnega spektra, ustrezne energetske premene in analizne spektroskopske metode!

11. Kakšna je razlika med AAS in mol. absorpcijsko spektrometrijo?

12. Navedite glavna področja elelektromagnetnega spektra, ki jih uporabljamo v analizni kemiji, ustrezne osnovne pojave in analizne metode.

13. Opišite izvore pri atomski emisijski in absorpcijski spektroskopiji

Izračunajte razmerje Ni/No pri 3000 K za prehode zunanjega 3 s elek­trona pri Mg v singletno p stanje, če je za ta prehod val. dolž. 285,2 nm. Upoštevajte, da imamo v 3 s dva in v 3p šest kvantnih stanj! Navedite možne interference pri AAS!

14. Zakaj je atomska emisijska spektrometrija bolj občutljiva na temperaturne spremembe plamena kot atomska absorpcijska spektrometri­ja?

**Vrednotenje rezultatov:**

1. Pravilnost postopka določajo

slučajne napake.............................

strmina umeritvene krivulje.................

meja zaznavnosti............................

standardni odmik meritev....................

2. Pravilnost rezultata zavisi od

osebnih napak\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

napak metode\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

instrumentalnih napak\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

3. Natančnost rezultata zavisi od

slučajnih napak\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

osebnih napak\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

sistematičnih napak\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

4. Kaj lahko ugotovimo s statistično obravnavo rezultatov:

5. S statističnimi metodami lahko obravnavamo \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_. Kateri predpostavki nam to omogočata?

6 .Koliko rezultatov od stotih bo v mejah ±1 s:\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

±2s\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_; ±3s\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

7. Natančnost postopka je povezana s \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ napaka­mi, pravilnost pa s \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ napakami.

Enačbi za izračun standardnega odmika (1) in napake (2) postopka sta:

1)

2)

8. Da bi lahko ugotovili natančnost oziroma pravilnost postopka moramo torej poznati :

natančnost pravilnost

rezultat

več rezultatov

aritmetično sredino

število rezultatov

resnični oz. sprejeti rezultat

težo vzorca

sestavo vzorca

opis analiznega postopka

9. V čem je razlika med natančnostjo meritve in natančnostjo postopka?

10. Tehniko umerjanja s standardnim dodatkom uporabljamo:

da ne

če imamo veliko štev. vzorcev

ne poznamo sestave vzorca

je velika možnost slučajnih napak

ko pričakujemo vpliv osnove vzorca

ko nimamo standardnih niti sintetičnih vzorcev

ko pričakujemo sistematično napako

**Kromatografija:**

1. Kaj je retencijski čas?

Naštejte najpomembnejše vrste kromatografskih tehnik?

2. Kakšna bo sestava efluenta pri prehodu naslednjih razredčenih raztopin skozi kolono s kationskim izmenjevalcem v H+ obliki:

NaCl

Na2SO4

HClO4

FeSO4.(NH4)2SO4

3. Napišite van-Deemterjevo enačbo in pojasnite vlogo spremenljivk, ki v enačbi nastopajo!

Kako za kromatografsko kolono določimo število teoretskih podov?

1. Naštejte najpomembnejše vrste kromatografskih tehnik! Kakšne kolone uporabljamo pri plinski kromatografiji ?

5. Opišite normalo fazni in reverzno fazni kromatografski sistem !

**Primeri nalog z rešitvami:**

**1. Izračunajte pH 10-8M HCl!**

Rešitev:

10-14 = [H3O+][OH-]

[H3O+] =[H3O+]H2O +[H3O+]HCl

x= [H3O+]H2O =[OH-]

[H3O+] = x + 1x10-8

[OH-] = x

10-14 = (x + 1x10-8) .x 🡺     x =  1,9 x10-7

pH= 6,98

**Izračunajte koncentracijo Ag+, če v 0, 1 M NaBr dodamo nekaj kristalov AgCl!**

Rešitev:

AgCl(s) 🡸🡺    Ag+ + Cl- Ksp= 1,8x10-10

AgBr(s) 🡸🡺    Ag+ + Br- Ksp = 4,9x10-13

v raztopini so naslednje oblike: Na+, Ag+, Cl- in Br-

[Na+ ]= 0,1

naboji:  [Na+] + [Ag+] = [Cl-] + [Br-]

0,1 + [Ag+] = KspAgCl/[Ag+] + Ksp AgBr/[Ag+]

[Ag+] = 1,081.10-9

**Napišite enačbi masne bilance in elektronevtralnosti za raztopino, ki jo pripravimo tako, da zmešamo 0,025 molov KH2PO4 in 0,030 molov KOH in raztopimo razredčimo na 1 l !**

Rešitev:

Masna bilanca:

[K+]= 0,055M

[H3PO4] + [H2PO4-] + [HPO42-] + [H2PO4-] = 0,025

Naboji (Elektronevtralnost):

[K+] + [H3O+] = [H2PO4-]+ 2[HPO42-] + [PO43-] + [OH-]

**Napišite enačbe ustreznih reakcij, ki v vodni raztopini vpivajo na topnost AgCN**

**(Upoštevajte nastanek kompleksa med srebrovimi in cianidnimi ioni!**

**Izrazite topnost z ustrezno zvezo!**

**Napišite masno bilanco in bilanco nabojev!**

Rešitev:

Ag(CN)s 🡸🡺    Ag+ + CN-...................Ksp = [Ag+][CN-]

H2O + HCN 🡸🡺   H3O+ + CN-...............Ka = [H3O+][CN-]/[HCN]

2H2O 🡸🡺   H3O+ + OH-.........................Kw = [H3O+][ OH-]

Ag+ + 2CN- 🡸🡺   Ag(CN)2-...................Kst= [Ag(CN)2-]/[Ag+].[CN-]2

s = [Ag+] + [Ag(CN)2-] = [CN-] + [HCN] + [Ag(CN)2-] 🡺     [Ag+] =[CN-] + [HCN]

mase: [Ag+] = [CN-] + [HCN]

naboji: [Ag+] + [H3O+] = [OH-] + [CN-]+ [Ag(CN)2-]

**Napišite reakcije in ustrezne enačbe, s katerimi bi lahko izračunali topnost CaF2 v vodi!**

Rešitev:

Ravnotežja:

CaF2 ↔ Ca2+ + 2F-

F- + H2O ↔ HF + OH-

H2O ↔ H+ + OH-

Enačbe:

Naboji: [H+] + 2[Ca2+] = [OH-] + [F-]

Mase: [F-] + [HF] = 2[Ca2+]

Ksp= [Ca2+]• [F-]2

Kb = [H+].[OH-]/[F-]

Kw = [H+].[OH-]

**Topnostni produkt Co(OH)2 je 2,0x10-16. Izračunajte potrebno koncentracijo OH- ionov za a)pričetek obarjanja Co2+ iz 8,4x10-4 M raztopine CoSO4, b)za zmanjšanje koncentracije Co2+ do 10-6 M! Ksp = 2,0x10-16**

Rešitev:

Co(OH)2 ↔ Co2+ + 2OH-

Ksp = [Co2+]•[OH-]2

a) [OH-]2 = 2.10-16/8,4.10-4 = 2,0.10-16

[OH-] = 4.88•10-7 M

b) [OH-]2 = 2.10-16/1,0.10-6 = 2,0.10-10

[OH-] =1,41.10-5 M

**Kako bi pripravili 500 ml pufrske raztopine s pH 3,00, če imamo na voljo 0,600 M H3PO4 in 3,00 M NaOH?**

pKa1= 2,148, pKa2 = 7,198, pKa3 = 12,377

Rešitev:

H3PO4 ↔ H3O+ + H2PO4-

Ka1 = [H3O+].[H2PO4-]/[H3PO4]

Ka1 = 10-pKa

[H2PO4-]/[H3PO4] = Ka1/[H3O+] = 7,11

VNaOH + V H3PO4 = 500 ml

VNaOH = 74,4 mL VH3PO4 = 425,6 mL

**Preparat, ki ga uporabljamo za zmanjšanje kožnega vnetja je mešanica železovega in cinkovega oksida. 1,022 g vzorca suhega preparata raztopimo v kislini in razredčimo na 250 ml. 10 ml alikvotu dodamo KF (za maskiranje železa). Po uravnavanju pH raztopino titriramo in porabimo 38,71 ml 0,01294 M EDTA. Drugi alikvot (50 ml) titriramo z 0,002727 M raztopino ZnY2-. Pri titracijo porabimo 2,40 ml reagenta.**

**Izračunajte % ZnO in Fe2O3 v vzorcu! (Fe= 55,8 , Zn= 65,4)**

Rešitev:

n Zn2+ = C EDTA.V 1.25 ............... m ZnO = nZn2+.MznO % ZnO = mZnO/mvz .100% = 99,74%

n Fe3+= CEDTA.V 2.5 ................. mFe2O3 = nFe3+/2 . MFe2O3 %Fe2O3 = mFe2O3/mvz.100% = 0,26%

**V neki organski spojini z molekulsko maso 417 želimo gravimetrično določiti število etoksilnih (CH3CH2O-) skupin**

**Reakcije: ROCH2CH3 + HI ---🡪 ROH + CH3CH2I**

**CH2CH2I + Ag+ + OH- --🡪 AgI(s) + CH3CH2OH**

**25,24 mg vzorca nam daje 29,03 mg AgI. Določite število etoksilnih skupin v molekuli!**

**Ag = 107,9, I= 126,9**

Rešitev:

1mol etoksi skupin daje 1 mol AgI torej: 29,03 mg AgI = 0,12365 mmolov

25,42/417 = 0,0609 mmolov

0,12365/0,06096 = 2,03 = 2 etoksi skupini

**pH krvi je 7,40. Izračunajte razmerje koncentracij HPO42- in H2PO4- v krvi!**

**K1 = 1,1.10-2, K2 = 7,5.10-8, K3 = 4,8.10-13**

Ka2= 7,5.10-8

Rešitev: [HPO42-]/[H2PO4-] = Ka2/[H3O+] = 7,5.10-8/3,98.10-8 = 1,88

**Za določevanje ATP (adenozintrifosfata) v tkivu smo razvili novo metodo, pri kateri smo pri analizi standardnega referenčnega vzorca z deklarirano vrednostjo 1,11 mmol/mg dobili naslednje rezultate: 1,17; 1,19; 1,11; 1,15 in 1,20 mmol/ mg. Ali lahko z 95 % zanesljivostjo trdimo, da se naša določitev ujema z deklarirano vrednostjo?**

**tkrit.(95%) = 2,227**

Rešitev

Izračunani standardni odmik: s= 0,0358

texp= (Xst.-X izmerjeni.)/s .n1/2 = (1,111-1,1164)/0,0358 .51/2 = 3,37

texp > tkrit odgovor NE!

**Po podatkih iz Meckovega Indexa lahko pri zdravljenju bolezni *myasthenia gravis* predpišemo 10 mg guanidina (CH3N3) na kilogram telesne teže pacienta. V štirih tabletah (skupna masa 7,50 g) smo določili dušik s Kjeldalovo metodo. Sproščeni amoniak smo destilirali v 100,0 ml 0,1750 M HCl. Za titracijo presežka smo porabili 11,37 ml 0,1080 M NaOH. Koliko tablet dnevno lahko predpišemo pacientu težkemu 48 kg?**

**N=14**

Rešitev:

100 x 0,1750 = 17,5 mmolov HCl

11,37 x 0,1080 = 1,228 mmolov NaOH

sledi:

n NH3 = 16,272 ustreza 227, 8 mg N in 322,7 mg CH3N7 (80 mg na tableto)

Rezultat: 6 tablet

**V vzorcu določujemo Ca. 0,2437 g vzorca raztopimo in Ca(II) oborimo kot CaC2O4. Oborino filtriramo, speremo in jo raztopimo v H2SO4. Raztopino titriramo s 0,02065 M KMnO4 in porabimo31,44 ml. Izračunajte % CaO v vzorcu! Napišite ustrezne enačbe!**

Ca=40

Rešitev:

##### 5C2O42- + 2 MnO4- + 16H+ ↔ 2Mn2+ + 10CO2 + 8H2O

5 mol C2O42- ≡ 2 mol KMnO4

5 mol CaC2O4 ≡ 5 mol CaO

nCaO = V KMnO4 • CKMnO4•(5/2)

%CaO = mCaO/mvzorca

%CaO = 37.35%

**Pri titraciji 100 ml enobazne šibke kisline (HA) porabimo 27,63 ml 0,09381 M NaOH. pH v ekvivalentni točki je 10,99. Izračunajte pH po dodatku 19,47 ml NaOH!**

Rešitev:

HA + OH- = A- +H2O

[A-] = (27,63/127,63) x 0,09381 = 0,02031 M

pH = 10,99 [OH-] = 9,77.10-4

Kb= 4,94 x10-5

19,74 ml, pufer! pH= pKa + log [A-]/[HA] = 10,07

**Izračunajte elektrodni potencial polčlena : Cd/Cd(OH)2 (nas), H+ (1x10-11)**

**Potencial izrazite glede na nasičeno kalomelovo elektrodo (ESCE = 0,242 V)**

Rešitev:

Ksp Cd(OH)2 =5,9x10-15

[Cd2+].[OH-]2 = Ksp = 5,9.10-15

[OH-] = 1.10-3

Cd2+ = 5,9.10-15/(1.10-3)2 = 5,9.10-9

E = -0,403 –0,059/2 log (1/5,9.10-9) = -0,647

E vs SCE = -0,647V - 0,242V = -0,889 V

**Za določevanje koncentracije CrO42- uporabljamo naslednji člen:**

**SCE//Ag2CrO4(nas),CrO42-(xM)/Ag.**

**Izračunajte pCrO4, če je napetost člena 0,404 V!**

**Ag2CrO4 +2e →2Ag + CrO42- Eo=0,446 V  Esce = 0,244V**

Rešitev:

Ag2CrO4 + 2e- ↔ 2Ag + CrO42-

E= Eo- (0,059/2).log[CrO42-] – ESCE = Eo – 0,296.pCrO4 –ESCE

pCrO4 = 6.82

**V urinu smo določali koncentracijo Na z natrijevo iono-selektivno elektrodo. Določili smo naslednje vrednosti: 102, 97, 99, 98, 101 in 106 mM. Kakšne so meje zanesljivosti za izmerjeno koncentracijo pri 95 in 99% zanesljivosti?**

**t95% = 2,57 t99% = 4,04**

Rešitev:

Standardni odmik: s = 2,327

  a)  μ= X t95%.s/√6 = 100,5±3,4mM

  b)  μ= X t99%.s/√6 = 100,5±5,4mM

**V čašo smo odmerili 25 ml vzorca s koncentracijo F- 1x10-3 M. Odčitani potencial je bil 60 mV. Nato smo dodali 1 ml 1.10-2 M raztopine F-. Za koliko bi se spremenil potencial elektrode pri 25oC, če bi se elektroda obnašala idealno?**

Rešitev :

E1 = E' – 0.059• log [F-]1

E2 = E' – 0.059• log [F-]2

C2 = (C1.V1 + Cst.Vst)/(V1+Vst) = 1,346 .10-3 mol/L

ΔE = E2-E1 = 0.059•(log[F-]1 – log[F-]2)

ΔE= -7.6 mV

**Aktivna komponenta (klordizepoksid) v preparatu »Librium« daje v 0,01 M H2SO4 polarografski val s polvalnim potencialom E1/2 = -0,265 V (vs SCE). Višina polarografskega vala pri polarografiranju 50 ml raztopine, ki vsebuje omenjeni preparat je 0,37 μA. Če v raztopino dodamo 2,00 ml 3, 00 mM standardne raztopine aktivne substance, naraste mejni difuzijski tok na 0,80 μA. Izračunajte koncentracijo aktivne komponente v vzorcu!**

Rešitev: Standadni dodatek pri polarografiji: Rezultat: 9,6.10-5 M

**Fluoridna ionoselektivna elektroda ne reagira na HF, reagira pa na OH- ione v višjih koncentracijah , če je koncentracija [OH-] > [F-]/10). v 10-5 M raztopini NaF ima elektroda potencial +100 mV (vs SCE), v**

**10-4 M raztopini pa +41 mV. Skicirajte odvisnost potenciala od pH, če jo pomočimo v 10-5 M NaF in spreminjamo pH od 1 do 13!**

**pKaHF=3,17**

Rešitev:

[OH-] = F-/10 = 10-6 (pH=8) torej pri pH > 8 vpliv OH-!

Elektroda ne reagira na HF

Pri pH manšjem od 3,17 (pKa!) vpliv H+, nastanek HF zmanjša koncentracijo F-!

**V vzorcu vode smo določili koncentracijo sulfidnih ionov z elektrolizno generiranim jodom. V 50 ml alikvot vzorca smo dodali 3 g KI ter kontrolirali jakost toka pri kulometrični titraciji ( i = 0,00731 A). Čas titracije je bil 9,2 min. Izračunajte koncentracijo H2S v vzorcu in jo izrazite v mg/L!**

**Reakcija:**

**H2S + I2 ---------> 2H+ + S + 2I-**

**I = 126,9 S = 32**

Rešitev:

pretečeni naboj: Q=i.t = 0,00731 . 552 sek. = 4,035 As

2,09.10-5 molov H2S/50 mL sledi 4,2 .10-4 mol/l = 0,0142 mg/L = 14,2 ppb

**V vzorcu vode določujemo baker z AAS in uporabimo tehniko standardnega dodatka, pri čemer dodamo v 100 ml vzorca 0,1 ml standardne raztopine s koncentracijo 1mg/ml.**

**Rezultati meritev: slepa vrednost: A=0,050, vzorec: A=0,550,**

**vzorec + st. dodatek: A=1,050 Izračunajte koncentracijo bakra!**

Rešitev:

A – Asl = k.Cx

A1-Asl =  k.(Vx.Cx + V1.Cs)/(Vx+V1)

enačbi delimo:

0,500/1,000 = Cx.101(100Cx + 0,1.1)

Cx = 0.001 mg/L

**Koncentracijo Cu v vzorcu določujemo s tehniko standardnega dodatka. Uporabimo standardno raztopino, s koncentracijo 1mg/ml.**

**Volumen vzorca (mL) Volumen st. razt. Celotni volumen Absorbanca**

**10,00 0 100,0 0,163**

**10,00 1,00 100,0 0,240**

**10,00 2,00 100,0 0,319**

**10,00 3,00 100,0 0,402**

**10,00 4,00 100,0 0,478**

**Izračunajte Koncentracijo Cu v vzorcu!**

Rešitev:

204 μg/mL (rezultat iz umeritvene krivulje z ustreznim upoštevanjem razredčitev!)

**Kakšna bo sestava efluenta pri prehodu naslednjih razredčenih raztopin skozi kolono s kationskim izmenjevalcem v H+ obliki:**

**a) NaCl b) Na2SO4 c) HClO4 d) FeSO4.(NH4)2SO4**

Rešitev:

1. H+, Cl- (HCl)
2. H+, SO42- (H2SO4)
3. H+, ClO4-, (HClO4)
4. H+, SO42-, (H2SO4)