**Navodila za vaje Praktični pristopi v analizni kemiji**

**1.Ekstrakcija kovinskih ionov iz vodne raztopine z IMBK in njihova določitev z AAS**

1. V tri 250 ml lije ločnike odmerimo po 100 ml deionizirane vode in ji dodamo naraščajoče koncentracije Pb in Cd iz osnovnih raztopin standardov, dodamo po 2 ml 2% ditiokarbamata , 2 ml acetatnega pufra s pH 4,6 , 10 ml izometilbutilketona (IMBK) in stresamo 10 minut. Potem vodno fazo zavržemo in organsko fazo lovimo v stekleno izparilnico. Organsko fazo nato na vodni kopeli izparimo do suhega, previdno omočimo s HNO3 (1+1) in nato prenesemo v 10 ml bučko in razredčimo do oznake. Tako pripravljenim raztopinam izmerimo koncentracijo Pb in Cd z atomsko absorbcijsko plamensko spektrometrijo.
2. Po zgoraj opisanem postopku v tri lije ločnike odmerimo po 100 ml vodovodne vode in jim dodamo enake koncentracije Pb in Cd kot v prvem primeru in nadaljujemo po opisanem postopku.
3. V tri lije ločnike odmerimo 100 ml vodovodne vode in v vse tri dodamo enako koncentracijo Pb in Cd (vzamemo neko vmesno koncentracijo). Nato nadaljujemo po opisanem postopku.

Koncentracija osnovnih standardov: Pb - 100 µg/ml v deionizirani vodi

 Cd - 10 µg/ml v deionizirani vodi

Priprava umeritvenih krivulj za AAS:

Pb – od 1 do 4 µg/ml

Cd – od 0,1 do 0,4 µg/ml

Raztopine pripravimo z 1M HNO3.

Iz dobljenih rezultatov izračunajte izkoristek ekstrakcije in ponovljivost!

**2.Priprava taline za razkroj elektrofilterskga pepela in določitev Ca, Mg in Fe**

Priprava taline:

V čist in suh platinski lonček dodamo najprej mešanico KNaCO3, boraksa in KNO3, tako da prekrijemo dno lončka (0,5 cm). Potem na ladjici zatehtamo približno 1 g elektrofilterskega pepela, ga prenesemo v lonček na podlago, s čopičem očistimo ladjico in s čisto suho palčko premešamo vzorec in podlago, potem pokrijemo stoliko mešanice da se ne vidi vzorec (vsega skupaj ne sme biti več kot pol lončka), lonček damo na gorilnik in z drugim gorilnikom segrevamo ob stenah lončka da se talina posede. Ko je talina posedena, lonček obložimo s šamotom in z dvema gorilnikoma grejemo talino cca 45 minut. Nato lonček s čisto stekelno palčko prenesemo v čašo s cca 150 ml vorče HCl (1+1) in toliko časa segrevamo da se vsa talina raztopi, lonček iz čaše odstranimo s stekleno palčko in dobro speremo z deionizirano vodo. Raztopino prefiltriramo skozi filter papir beli trak v 250 ml bučko in razredčimo do oznake z vodo. V tej raztopini določimo Ca, Mg in Fe z AAS in klasičnimi metodami.

Določitev Ca s titracijo s KMnO4:

V čašo odmerimo 50 ml alikvot, segrejemo do vrenja in oborimo Fe in Al z NH3 v presežku, oborino filtriramo skozi filtrirni papir črni trak, oborino speremo in damo žarit v stehtan žarilni lonček pri 950oC za eno uro. Po žarjenju ohlajen žarilni lonček z netopnim preostankom stehtamo. Filtrat lovimo v 600 ml čašo, dodamo 20 ml HCl (1+1), razredčimo na cca 200 ml , dodamo 2 kapljici indikatorja metil rdeče , segrejemo do vrenja , odstavimo in med mešanjem dodamo 30 ml amonijevega oksalata (c=40g/L), nato po kapljicah dodajamo NH3 (1+1) do spremembe barve indikatorja (iz rdeče v rumeno), pustimo stati da se oborina posede (1/2ure) in nato filtriramo skozi filtrirni papir beli trak, spiramo z vročo vodo (100ml), zamenjamo čašo za odpad z elermajerico, previdno zložimo filtrirni papir z oborino in ga potisnemo v elermajerico in raztopimo v 200 ml H2SO4 (1+8), segrejemo do vrenja in titriramo s KMnO4 do rahlo rožnate barve, ki je obstojna vsaj 15 sekund. Pripravimo 2 paralelki. Izračunamo vsebnost Ca in primerjamo dobljeno vrednost z rezultati, ki smo jih dobili z AAS.

Ca, Mg in Fe določimo iz raztopine z AAS.

Priprava umeritvenih krivulj:

Ca: od 1 do 4 µg/ml z LaCl3 (5 ml v 50 ml bučko)

Mg: od 0,05 do 0,3 µg/ml

Fe: od 2 do 8 µg/ml

**3.Določitev celokupnega kroma,Cr3+ in Cr6+ v vzorcu s pomočjo ionske izmenjave, spektrofotometrije in AAS**

Najprej določimo pretok črpalke.

Pripravljeni vzorec, ki vsebuje Cr3+ in Cr6+ ustrezno razredčimo (50krat) in pripravimo za ionsko izmenjavo.

Najprej kolono s kationskim izmenjevalcem regeneriramo z 10 ml HCl (10%) s pomočjo črpalke s pretokom 1,0 ml/min in nato spiramo kolono z deionizirano vodo do nevtralne reakcije na metiloranž. Ko je kolona pripravljena, nanesemo nanjo 10 ml vzorca. Pretok črpalke je skozi ves postopek 1,0 ml/min, tako vežemo Cr3+ na izmenjevalec. Nato spiramo kolono z deionizirano vodo in v eluatu preverimo z AAS če se je kaj kroma spralo s kolone. Potem spiramo kolono s HCl, da eluiramo Cr3+ z izmenjevalca in eluat 10 minut lovimo v 20 ml bučko in nato razredčimo do oznake. Temu vzorcu nato z AAS določimo koncentracijo Cr3+. Pripravimo dve paralelki z ionsko izmenjavo.

Celokupni krom v razredčenem vzorcu določimo z AAS.

Umeritvena krivulja za Cr (1mg/mL) z AAS: Standardne raztopine s koncentracijo 3, 5, 10 in 20 µg/ml.

Spektrofotometrična določitev Cr6+:

Najprej pripravimo standardno raztopino K2Cr2O7 s koncentracijo 50µg/ml in to desetkrat razredčimo v 100 ml bučko. Iz te raztopine pripravimo standardne raztopine za umeritveno krivuljo s koncentracijami 60, 80 in 100 µg/L. Nato 50 ml vsake standardne raztopine odpipetiramo v 150 ml čašo, naravnamo pH na 1±0,3 z 1M H2SO4, kvantitativno prelijemo v 100ml bučko, dodamo 2ml difenilkarbazida in razredčimo do oznake. Vzorec za spektrofotometrično določitev pripravimo z 100 kratno razredčitvijo že razredčenega vzorca in 50 ml tako pripravljenega vzorca odpipetiramo v 150 ml čašo in tako kot standardnim raztopinam naravnamo pH, prelijemo v 100 ml bučko in dodamo 2ml difenilkarbazida in razredčimo do oznake. Po 10 minutah merimo absorbanco standardnih raztopin in vzorca pri valovni dolžini 540 nm.

Rezultati:

Celokupni krom, Cr3+ in Cr6+

**4.Mikrovalovni razkroj biološkega vzorca za dolčevanje sledov Pb in Cd z ETAAS**

Mikrovalovni razkroj posušene zelenjave:

V dva avtoklava odmerimo 8 ml koncentrirane HNO3, in ju zapremo.Po končanem razkroju HNO3 prenesemo v dve 25 ml bučki in razredčimo do oznake z MQ vodo. To sta slepi probi za ETAAS.

V druge štiri očiščene in posušene avtoklave odtehtamo 200 do 300 mg vzorca, dodamo 8 ml koncentrirane HNO3, avtoklave zapremo, postavimo v mikrovalovno pečico in poženemo program za razkroj.

Po končanem razkroju, ko se avtoklavi ohladijo, prenesemo vzorce v štiri 25 ml bučke.

Dve bučki razredčimo do oznake, v drugi dve pa bomo dodali standardni dodatek za Pb in Cd, če bo to potrebno, ali pa vzorce še dodatno razredčimo.

Določitev Pb in Cd z ETAAS:

Iz osnovnih standardov pripravimo standardni raztopini za Cd in Pb.

 Umeritveno krivuljo pripravimo s pripravo standardnih raztopin za Cd ali Pb z razredčevanjem standardne raztopine z 1% HNO3. Cd – od 0,4 do 5µ/L, Pb – od 20 do 80 µg/L.

Izmerite koncentracijo Pb ali Cd v prvih dveh bučkah, nato v drugi dve bučki dodajte standardni dodatek za Pb oz. Cd, izmerite in izračunajte koncentracijo za enega od izbranih elementov.

 S pomočjo enačb izračunajte linearno regresijo za premico, določite napako premice (naklon, odsek), določite ponovlijvost meritev pri eni koncentraciji za umeritveno krivuljo ( pet meritev) ter ocenite pravilnost.

Za merjenje izberete en element.

