

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 absorpcijsko 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 elektrofilterskega pepela in določitev Ca, Mg in Fe

Priprava taline:

V čist in suh platinski lonček dodamo najprej mešanico KNaCO_3 , boraksa in KNO_3 , 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 stekleno 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 KMnO_4 :

V čašo odmerimo 50 ml alikvot, segrejemo do vrenja in oborimo Fe in Al z NH_3 v presežku, oborino filtriramo skozi filtrirni papir črni trak, oborino speremo in damo žaril v stehšan žarilni lonček pri 950°C za eno uro. Po žarjenju ohlajen žarilni lonček z netopnim preostankom stehstamo. 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 ($c=40\text{g/L}$), nato po kapljicah dodajamo NH_3 (1+1) do spremembe barve indikatorja (iz rdeče v rumeno), pustimo stati da se oborina posede (1/2 ure) 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 H_2SO_4 (1+8), segrejemo do vrenja in titriramo s KMnO_4 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 $\mu\text{g/ml}$ z LaCl_3 (5 ml v 50 ml bučko)

Mg: od 0,05 do 0,3 $\mu\text{g/ml}$

Fe: od 2 do 8 $\mu\text{g/ml}$

3.Določitev celokupnega kroma, Cr^{3+} in Cr^{6+} v vzorcu s pomočjo ionske izmenjave, spektrofotometrije in AAS

Najprej določimo pretok črpalke.

Pripravljeni vzorec, ki vsebuje Cr^{3+} in Cr^{6+} 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, naneseemo nanjo 10 ml vzorca. Pretok črpalke je skozi ves postopek 1,0 ml/min, tako vežemo Cr^{3+} 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 Cr^{3+} z izmenjevalca in eluat 10 minut lovimo v 20 ml bučko in nato razredčimo do oznake. Temu vzorcu nato z AAS določimo koncentracijo Cr^{3+} . 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 $\mu\text{g/ml}$.

Spektrofotometrična določitev Cr^{6+} :

Najprej pripravimo standardno raztopino $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ s koncentracijo 50 $\mu\text{g/ml}$ in to desetkrat razredčimo v 100 ml bučko. Iz te raztopine pripravimo standardne raztopine za umeritveno krivuljo s koncentracijami 60, 80 in 100 $\mu\text{g/L}$. Nato 50 ml vsake standardne raztopine odpipetiramo v 150 ml čašo, naravnamo pH na $1\pm 0,3$ z 1M H_2SO_4 , 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, Cr^{3+} in Cr^{6+}

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 5 μ/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 ponovljivost meritev pri eni koncentraciji za umeritveno krivuljo (pet meritev) ter ocenite pravilnost.

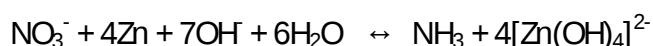
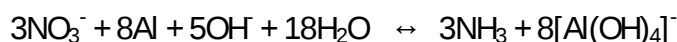
Za merjenje izberete en element.

5. Določanje dušika, celotnega P₂O₅, kalija in natrija v umetnih gnojilih

1. Določanje dušika po Kjeldahlu

0,5 g vzorca raztopimo z deionizirano vodo v 250 mL merilni bučki, dopolnimo do oznake, dobro premešamo in odpipetiramo 50 mL raztopine v destilacijsko bučo, dolijemo toliko deionizirane vode da je skupni volumen približno 250 mL nato dodamo 4 g Dewardove zlitine in bučo priključimo na aparaturo za destilacijo. Skozi lij previdno dolijemo 100 mL 30% raztopine NaOH. Ko se začetna reakcija umiri, prižgemo gorilnik in destilat lovimo v 25 mL 0,1000 M HCl, ki smo ji dodali 1 kapljico metiloranža. Destiliramo toliko časa da je skupni volumen destilata v erlenmajerici približno 170 mL. V času destilacije standardiziramo NaOH z 0,1000 M HCl in indikatorjem metiloranžem. Po končani destilaciji presežno HCl v erlenmajerici titriramo z NaOH. Rezultat podajte kot %N!

Določitev skupnega dušika po Kjeldahlu temelji na redukciji dušika z Dewardovo zlitino (reducent) do amonijevega iona.



2. Določitev P₂O₅

0,5 g vzorca odtehtamo v 400 mL čašo, dodamo 50 mL deionizirane vode, 15 mL konc. HCl in 35 mL konc. HNO₃. Na gorilniku segrejemo do vrenja nato pa na malem plamenu pustimo še 30 minut. Raztopino ohladimo in prefiltriramo skozi filter papir črni trak v 250 mL merilno bučko dopolnimo do oznake in dobro premešamo. V 2 erlenmajerici odpipetiramo dva alikvota po 50 mL, dodamo 18 mL konc. HNO₃ in segrejemo do 50 °C. V posebni čaši segrejemo 60 mL raztopine amonijevega molibdata ter jo toplo počasi med mešanjem prilivamo k raztopini vzorca. Raztopino nato nekoliko ohladimo in jo močno stresamo nekaj minut da pospešimo izločanje oborine. Pustimo da se oborina popolnoma vsede in ohladimo v mrzli vodi. Oborino večkrat spiramo z deionizirano vodo (dekantiramo) in filtriramo skozi filter papir beli trak, oborino nato speremo na filterin jo spiramo z vodo toliko časa da filtrat ne obarva več kapljice metiloranža rdeče (v 10 mL raztopine). Filter z oborino prenesemo v erlenmajerico, ki smo jo uporabili za obarvanje. S stekleno palčko razgrnemo filter, dodamo s pipeto 50 mL 0,1 M NaOH in rahlo stresamo da se oborina raztopi, nato dodamo indikator fenolftalein in presežek NaOH titriramo z 0,1000 M HCl dokler se raztopina ne razbarva.

Rezultat podajte kot masni delež P₂O₅ (%) v vzorcu!