

NAVODILA
ZA PRAKTIČNO DELO PRI VAJAH PREDMETA MERITVE V DELOVNEM OKOLJU
(Interno)

Ljubljana, 2014

LABORATORIJSKI DNEVNIK

Laboratorijski dnevnik moramo voditi zato, da med potekom analize, zabeležimo vsa za analizo pomembna opažanja in rezultate meritev. Pravilno zabeleženi rezultati meritev in evidentirana opažanja so nam v veliko pomoč pri ponovitvah analiz posameznih vzorcev, kakor tudi pri pri pravilnem vrednotenju rezultatov. Zato morajo biti vpisi v dnevnik kratki in razumljivi.

Osnovna pravila vodenja dnevnika

1. Za vpis datumov, opažanj in meritev vedno uporabljamo kemični svinčnik ali pero s črnilom. Vedno direktno zapisujemo v dnevnik in ne uporabljamo različnih listov papirja ali beležk za vmesni vpis.
2. Vsak zapis ali serijo zapisov opremimo z oznako ali imenom, s pomočjo katerih lahko ugotovimo za katero posodo, serijo, vzorec ali instrument velja zapis.
3. Vsako stran dnevnika, s posameznimi zapisi, moramo opremiti z datumom.
4. Nikoli ne brišemo ali popravljamo vpisov. V primeru nepravilnega ali netočnega vpisa, ta vpis prečrtamo.
5. Iz dnevnika nikoli ne odstranjujemo listov ali strani.

Oblika dnevnika

Vpis v dnevnik mora obsegati:

Kratko ime poskusa ali vaje.

1. kratek opis kemijskih in fizikalnih osnov analizne metode.
2. Vpis vseh rezultatov tehtanja, titracij ali instrumentalnih merilnih vrednosti.
3. Izpis izračunanega rezultata in napake postopka.
4. Osnovne kemijske reakcije analiznega postopka.
5. Računsko enačbo, s pomočjo katere izračunamo rezultat.
6. Zaključna opažanja, ki lahko vplivajo na dobljeni rezultat analize.

NEKAJ NAVODIL ZA VARNO DELO

1. Pri delu bodite zbrani in preudarni!
2. Upoštevajte pisna navodila in ustne napotke učnega osebja!
3. V laboratoriju ne jejte in pijte!
4. Pri delu vedno nosite zaščitne halje, rokavice in očala!
5. Pri delu s koncentriranimi jedkimi snovmi uporabljajte posebne zaščitne halje!
6. Pri pipetiranju uporabljajte nastavke za pipetiranje!
7. Pazljivo ravnejte s steklenim laboratorijskim priborom!
8. Uporabljajte le kemikalije iz embalaže, na katerih je jasno označena vsebina!
9. Po uporabi vedno zaprite embalažo iz katere ste odvzeli kemikalijo!
10. Po uporabi kemikalijo vrnite na določeno mesto!
11. V primeru poškodovane embalaže, o tem obvestite asistenta ali laboranta!
12. Električne naprave po uporabi izklopite razen, če navodila predpisujejo drugače!
13. S plinskimi gorilniki in posodami s plini ravnejte v skladu z varnostnimi pravili!
14. O nezgodah, tudi najmanjših, takoj obvestite asistenta ali laboranta!
15. Po končanem delu operite vso uporabljeno steklovino in jo postavite na predpisano mesto!

1. Vaja: Kvalitativna analiza

Namen kvalitativne analize je ugotoviti sestavo vzorca. V prvem delu laboratorijskih vaj boste spoznali del klasičnih načinov (metod, pristopov) za identifikacijo nekaterih pomembnejših anionov in kationov. V grobem jih delimo na dva dela: t.i. **suhe teste**, ki jih izvajamo v trdnih vzorcih, ponavadi pri povišani temperaturi, ter t.i. **mokre teste**, ki jih izvajamo v raztopinah. Za analizo bomo potrebovali približno 0,05 g ali 1 mL vzorca, takim analizam pravimo **semi mikro analize**. Večino dokaznih reakcij bomo izvajali v raztopini, pri čemer bomo po dodatku izbranih reagentov opazovali kemijske spremembe v raztopini, kot so: tvorba oborine, sproščanje plinov in barvne spremembe

Razlaga nekaterih osnovnih operacij pri kvalitativni analizi:

raztapljanje vzorca:

vzorec pred analizo homogeniziramo (dobro premešamo in zdrobimo večje kristale). Majhen del vzorca prenesemo v epruveto in ga poskušamo raztopiti v primernem topilu (deionizirana voda, razredčene ali koncentrirane mineralne kisline). V epruveto damo čisto kapalko, ki jo uporabljamo samo za prenašanje vzorca v druge epruvete, da ne onesnažimo vzorca.

obarjanje:

k malemu volumnu (približno 1 mL) vzorca po kapljicah dodajamo reagent in opazujemo nastajanje oborine. Pazite, da reagenta ne dodajate prehitro, ker se v nekaterih primerih nastale oborine v presežku reagenta topijo, pri čemer nastajajo kompleksne, v mediju topne spojine. Nasprotno pa nekatere obarjalne reakcije potekajo počasi. Kristalizacijo v takih primerih izzovemo z drgnjenjem steklene palčke po epruveti ali pa reakcijo pospešimo s segrevanjem raztopine.

segrevanje:

epruvete vedno segrevamo v vodni kopeli v čaši. Pri segrevanju pazimo, da voda ne vre preveč.

centrifugiranje:

centrifuge uporabljamo za ločevanje oborine od čiste raztopine. Bistri raztopini nad oborimo pravimo tudi *supernatant*. Za protiutež moramo v drug nosilec za epruveto v centrifugi namestiti epruveto, ki je približno enako polna.

1.1. Identifikacija jedkih snovi

Natrij - Na⁺

Plamenska reakcija

Natrijeve ione lahko dokažemo s plamensko reakcijo. Reakcija je zelo občutljiva, saj lahko dokažemo že 1 mg Na⁺/mL. Majhne količine natrija so v vseh reagentih, zato moramo biti do rezultatov plamenske reakcije močno kritični. Pozitivni dokaz za natrij je le močan in dalj časa trajajoč plamen. Platinasto žičko ali grafitno palčko najprej v plamenu dobro prežarimo in jo s tem očistimo. Zatem jo pomočimo v preiskovano raztopino ter ponovno žarimo v plamenu. Močna rumena barva plamena je pozitiven dokaz za natrij.

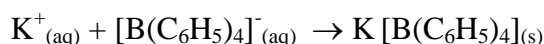
Kalij - K⁺

Plamenska reakcija

Kalij obarva plamen **vijoličasto**. Ob prisotnosti natrija je barva zelo slabo vidna, ker jo prekrije natrijeva intenzivno rumena svetloba. V takem primeru opazujemo barvo plamena skozi **kobaltovo steklo**, ki absorbira rumeno natrijevo svetlobo.

Natrijev tetrafenilborat(III), NaB(C₆H₅)₄ - (kalignost)

Kalij tvori v **ocetno kisli ali nevtralni** raztopini z reagentom belo kristalinično oborino. Z reakcijo lahko dokažemo že 0,01 mg K⁺/mL. Oborina je skoraj netopna v vodi. Kalij lahko kvantitativno oborimo z dodatkom majhnega presežka reagenta:

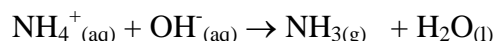


Oborina je topna v močnih kislinah in bazah ter v acetonu. Ioni Hg₂²⁺, Hg²⁺, Ag⁺, NH₄⁺, Tl⁺, Cs⁺, Rb⁺, Cu⁺ motijo določitev kalija, ker tvorijo z reagentom netopne oborine. Tudi kombinacija drugih ionov (Fe³⁺, Mn²⁺, Al³⁺, Zn²⁺, Cr³⁺) v odvisnosti od koncentracije lahko daje pozitivne reakcije.

Amonij - NH₄⁺

NaOH ali KOH

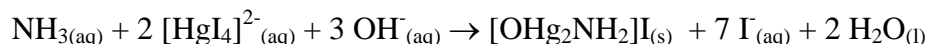
Če raztopini amonijevega iona dodamo presežek NaOH ali KOH in segrevamo, uhaja iz raztopine amoniak:



Zaznamo ga po karakterističnem vonju. V lonček ali izparilnico kanemo nekaj kapljic raztopine, ki jo analiziramo, in NaOH. Pokrijemo ga z urnim steklom, ki ima na spodnji strani z vodo ovlažen rdeč lakmusov papir. Raztopino počasi segrevamo in opazujemo spremembo barve. Modra barva papirja KKKje pozitiven dokaz za amonijev ion.

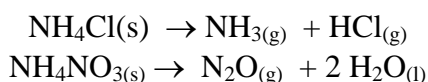
Kalijev tetrajodomerkurat (II) - Nesslerjev reagent

Nesslerjev reagent je občutljiv za amoniak. Z njim dokažemo že 1 ppm amoniaka.



Če dodamo **alkalni raztopini** amonijevega iona Nesslerjev reagent, se pojavi **rdeče-rjava amorfna oborina**. Pri zelo nizkih koncentracijah dobimo le rjavo ali rumeno barvo. Reakcijo motijo ioni, ki dajejo z **NaOH obarvane oborine hidroksidov** (Fe³⁺, Cr³⁺, Co²⁺, Ni²⁺). V njihovi prisotnosti dokažemo amonijev ion tako, da kanemo Nesslerjev reagent na stekleno palčko, ki jo držimo nad raztopino, iz katere izhaja amoniak. Kapljica reagenta na palčki se obarva rdeče. Reagent je zelo občutljiv, zato lahko tako dokažemo že amoniak v zraku.

Amoniak iz odprte posode počasi izhlapi. Amonijev ion dokazujemo vedno direktno iz originalnega vzorca. Če je prisoten, ga moramo pred identifikacijo kalija odstraniti. Alikvot analize raztopine previdno izparimo v izparilnici do suhega in segrevamo nekaj minut z močnim plamenom. Večina amonijevih soli je termično neobstoje in razpade na amoniak ali oksidacijske produkte amoniaka, če ima anion oksidacijske lastnosti:

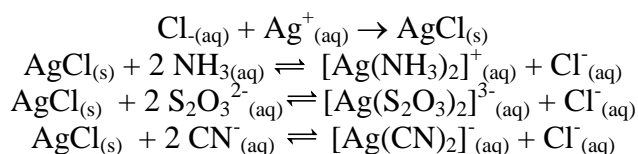


Izparilni preostanek topimo z nekaj kapljicami razredčene očetne kisline. Pri termičnem razkroju amonijevih soli moramo biti previdni, ker so nekatere amonijeve soli obstojne tudi pri visokih temperaturah. V tem primeru se raje lotimo razkroja z močnimi lugji.

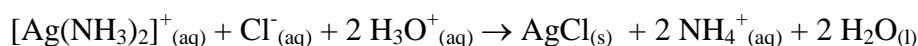
Klorid - Cl⁻

AgNO₃

Srebrov nitrat, AgNO₃, daje v razredčeni HNO₃ s kloridnimi ioni belo amorfnu oborino. Oborina je topna v 2M NH₃, Na₂S₂O₃ in KCN:



Iz raztopine se oborina ponovno izloči ob dodatku raztopine HNO₃:

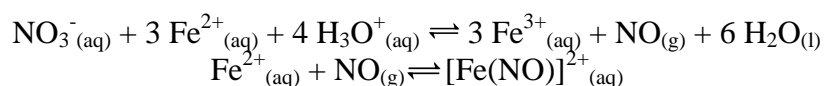


Obarjanje je **selektivno** za klorid v **kisli raztopini HNO₃**. S srebrovimi ioni dajejo tudi drugi anioni, kot so **SO₄²⁻**, **SO₃²⁻**, **PO₄³⁻**, **CO₃²⁻**, **C₂O₄²⁻**, **BO₂⁻**, bolj ali manj podobne oborine, ki pa so **topne v razredčeni HNO₃**.

Nitrat - NO₃⁻

Železov(II) sulfat in žveplova(VI) kislina

V raztopini nitrata daje kristal železovega (II) sulfata na stični površini s H₂SO₄ rjav obroč:



Če raztopino pomešamo, adicijski produkt takoj razpade. Reakcija ni specifična za nitrat, ker reagira podobno tudi nitrit. Prav tako motijo bromid in jodid, ker se s konc. H₂SO₄ lahko sprostita obarvana halogena. Tako nastali obroč bi lahko zamenjali za dokaz nitrata. Sulfitni in sulfidni ioni ter drugi reducenti motijo reakcijo, ker ovirajo nastanek kompleksne spojine.

Izvedba reakcije:

V raztopino nitrata iona, nakisano s H₂SO₄, stremo nekaj kristalčkov FeSO₄ in pomešamo. Ob steni epruvete previdno dodamo konc. H₂SO₄ tako, da se raztopini ne zmešata. Na njunem stiku se počasi tvori obroč rjave barve. Moteče ione pred dokazom oborimo kot netopne svinčeve soli. Oborino odcentrifugiramo. V bistri raztopini izvedemo dokazno reakcijo.

Difenilamin

Reagent se uporablja za določevanje nizkih koncentracij nitrata. Reakcija temelji na oksidaciji difenilamina v modro obarvano spojino difenilbenzidina. Reakcija ni specifična. Podobno reagira nitrit in razni oksidanti (klorat, kromat, permanganat, molibdat, Sb(V), Fe(III) in drugi).

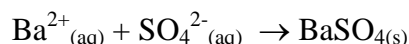
Izvedba reakcije:

Raztopini nitrata dodamo nekaj kapljic reagenta. Na meji obeh raztopin se pojavi moder obroč. Intenzivnost barve je odvisna od koncentracije nitratnega iona.

Sulfat(VI) - SO₄²⁻

BaCl_{2(aq)}

Iz **solno kisle raztopine**, v kateri so prisotni sulfatni ioni, se ob dodatku raztopine barijevega klorida obori netopni barijev sulfat:



Če je koncentracija HCl previsoka, se lahko izloči BaCl₂. Oborina ob dodatku vode izgine.

Identifikacija nekaterih jedkih snovi

V vzorcu z lakmusovim papirjem določite ali imate v vzorcu kislino ali bazo ter s pomočjo identifikacijskih reakcij določite za katero snov gre.

1.1. Priprava pasivnih vzorčevalnikov

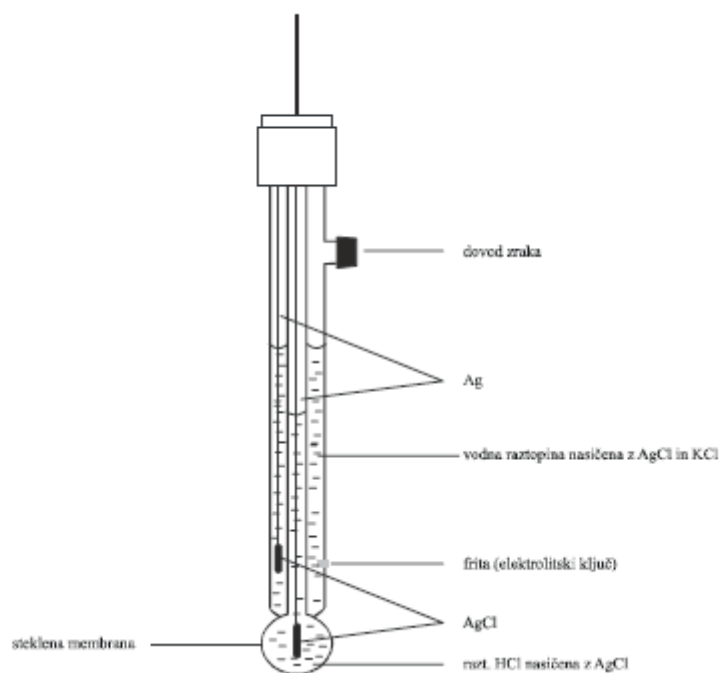
Pasivni vzorčevalnik je sestavljen iz štirih delov: cevke, mrežice in dveh pokrovčkov. Najprej očistimo mrežico tako, da jo postavimo v čašo z deionizirano vodo ter čašo postavimo v ultrazvočno kopalnico za 5 minut. Nato mrežico posušimo in jo pomočimo v razredčeno raztopino trietanolamina (raztopljen v acetonu). Suho mrežico postavimo na čist pokrovček in nato previdno pokrovček z mrežico pritrdimo na odebeljen del cevke. Na drugo stran cevke pritrdimo še drugi pokrovček, ki ga odstranimo, ko pasivni vzorčevalnik namestimo na želeno mesto.

Pri namestitvi pasivnega vzorčevalnika moramo paziti, da ni pod direktnim vplivom vremena (npr. dežja), da je postavljen vertikalno z odprtim delom cevke navzdol in da je odmaknjen vsaj 5 cm od površine, na katero je pritrjen. Za čas izpostavljenosti pasivnega vzorčevalnika moramo spremljati temperaturo okolice. Za izračun D vzamemo povprečno temperaturo.

2.Vaja: Osnovna karakterizacija vod

2.1.Merjenje pH in električne prevodnosti

Za merjenje pH vrednosti uporabljamo stekleno membransko elektrodo z visoko upornostjo. Na membrani se ustvarja potencialna razlika, ki nastane zaradi izmenjave oksonijevih ionov z natrijevimi, v hidratiziranem sloju membrane. Steklена elektroda reagira na razliko v aktivnosti (koncentracijah) oksonijevih ionov na obeh straneh membrane. Ker je aktivnost oksonijevih ionov na notranji strani membrane konstantna, so spremembe napetosti na membrani posledica spremembe pH analita. Člen za merjenje pH sestavljajo steklena elektroda z notranjo referenčno elektrodo, analit in zunanja referenčna elektroda (slika 1).



Slika 1. Shema steklene elektrode

Potencial takega člena je odvisen od koncentracije oksonijevih ionov na zunanji strani elektrode. Pri standardnih pogojih je potencial elektrode enak:

$$E = E' - 0,0591 \text{ pH}$$

Poleg meritve absolutne pH vrednosti se stekleno elektrodo uporablja tudi pri titrimetrični analizi, za določitev končne točke titracije. Večina komercialno dostopnih pH elektrod je kombiniranih, to pomeni, da sta v skupnem ohišju združeni steklena in zunanja referenčna elektroda.

Električna prevodnost vode je odvisna od prisotnosti nosilcev električnega toka v njej. Nosilci električnega toka morajo biti nabiti delci (ioni). Električna prevodnost je tako odvisna od koncentracije ionov, ionskih oblik zvrsti in njihove gibljivosti, ki je povezana z velikostjo nosilcev naboja in temperaturo raztopine. Dobri prevodniki električnega toka so raztopine anorganskih spojin, ki so ponavadi močno disocirane, medtem ko je pri raztopinah organskih

spojin prevodnost močno odvisna od stopnje disociacije. Na električno prevodnost tehnološki voda običajno vplivajo koncentracije kalcijevih, magnezijevih, natrijevih, kalijevih, hidrogenkarbonatnih, sulfatnih in kloridnih ionov. Enota za električno prevodnost je $\mu\text{S}/\text{cm}$ (mikro Siemens na centimeter). Električna prevodnost je indikatorski parameter, ki nam nakazuje količino raztopljenih anorganskih snovi v njej. Električna prevodnost morske vode je približno $50.000 \mu\text{S}/\text{cm}$, deževnice $5 - 30 \mu\text{S}/\text{cm}$. Električna prevodnost površinskih voda je med $300 - 500 \mu\text{S}/\text{cm}$. Te vrednosti se lahko bistveno spremenijo glede na vrsto kamnin po katerih teče površinska voda.

Naloga:

Vzorcu boste določili njegov pH in izmerili električno prevodnost. V ta namen si boste umerili pH meter in konduktometer ter ju uporabili za meritev električne prevodnosti in pH vašega vzorca.

Umerjanje pH metra

Ker ne poznamo točne vrednosti potenciala E' , ne moremo absolutno izmeriti pH vrednosti. Zato pH meter umerjamo s pufrji, ki imajo svojo pH vrednost v bližini pH vrednosti raztopin, ki jih merimo. Umerite pH meter s pufrima, ki imata pH vrednost 3 in 9. Po končanem umerjanju izmerite pH vrednost v vašem pripravljnem vzorcu. pH vzorca prav tako določite s pH papirjem.

Meritev električne prevodnosti

Vzorec zlijemo v 150 ml stekleno čašo in vanj potopimo elektrodo merilnika električne prevodnosti. Paziti moramo, da ob elektrodi ni mehurčkov, saj bi ti motili določitev. Ko se vrednost na ekranu umiri odčitamo vrednost električne prevodnosti. Rezultat podamo v $\mu\text{S}/\text{cm}$.

2.2. Kompleksimetrično določevanje trdote vode

Za pravilno tehnološko pripravo industrijskih vod je potrebno poznati trdoto vode, ki jo določimo s kompleksimetrično titracijo, pri kateri pride do reakcije med ligandom (donor elektronskega para) in kovinskim ionom, ki sprejme elektronski par (akceptor elektronskega para). Reakcija vodi do nastanka koordinacijske spojine - kompleksa.

Stabilne koordinacijske spojine, ki nastanejo pri reakciji med EDTA in kovinskimi ioni, so osnova za njihovo kvantitativno določitev. Ne glede na naboj kationa je stehiometrično razmerje med EDTA in kovinskim ionom vedno 1:1. Ker EDTA ni selektiven reagent, dosežemo pogoje kvantitativne reakcije z uravnavanjem pH raztopine, ustreznim indikatorjem ter dodatkom spojin za kompleksiranje interferenčnih ionov. Standardne raztopine EDTA pripravljamo iz dinatrijeve soli EDTA, ki se v vodi dobro topi.

Pri kompleksometričnih titracijah uporabljamo kot indikatorje organske reagente, ki tvorijo s kovinskimi ioni obarvane kelate. Ti kelati morajo biti manj stabilni kot ustrezni kompleks med EDTA in kovinskim ionom. Do ekvivalentne točke titracije ima raztopina barvo kelata med indikatorjem in kovinskim ionom, v ekvivalentni točki pa, ko vsi kovinski ioni zreagirajo z EDTA, dobi raztopina barvo samega indikatorja.

Barva indikatorja je odvisna od pH raztopine. Ker med reakcijo z EDTA narašča koncentracija oksonijevih ionov, navadno titriramo v prisotnosti pufrnih zmesi, tako da je pH raztopine v obsegu, ki ustreza optimalnim pogojem za nastanek koordinacijske spojine. Pogosto uporabljamo indikatorja eriokrom črno T ali erio T in mureksid.

Pri titracijah z EDTA poznamo več načinov izvedbe titracije:

- a) Direktna titracija pri kateri raztopini, ki vsebuje kovinske ione, dodamo pufrno zmes in ustrezeni indikator ter jo titriramo z EDTA.
- b) Povratna titracija, ki jo uporabljamo za titracijo kovin, ki jih ne moremo direktno titrirati (koordinacijska spojina nastaja prepočasi, nimamo primernege indikatorja, kovina se obarja pri pogojih nastajanja kelata).
- c) Substitucijsko titracijo uporabljamo takrat, kadar pri titraciji kovinskega iona nimamo na voljo primernege indikatorja.
- d) Z indirektno titracijo določamo halide (Cl^- , Br^- , I^-), tiocianat, sulfat in druge zvrsti tako, da jih najprej oborimo z ustreznim kationom, oborino kasneje topimo in sproščeni kation v ustreznih pogojih titriramo z EDTA.

Vsebnost kalcijevih in magnezijevih soli v vodovodni vodi označujemo kot trdoto vode (drugih večvalentnih ionov je precej manj). Glede na kation ločimo kalcijevo in magnezijevo trdoto. Glede na slabo topnost CO_2 in posledično izločanje netopnih karbonatov iz topnih hidrogenkarbonatov pri segrevanju vode:



ločimo karbonatno trdoto, ki povzroča izločanje vodnega kamna, in nekarbonatno trdoto (permanentna trdota), ki jo predstavljajo tudi pri višjih temperaturah topne kalcijeve in magnezijeve soli.

Trdoto podajamo v mol/m^3 ali v nemških trdotnih stopinjah. Trdoto 1°d ima raztopina z 10 mg/L CaO oziroma ekvivalentom Mg ionov ali karbonata. Stehiometrična razmerja so v vseh primerih 1:1. Seštevek karbonatne in nekarbonatne ter kalcijeve in magnezijeve trdote je enak in ga imenujemo totalna trdota:

$$^\circ d_{\text{tot}} = ^\circ d_{\text{Mg}} + ^\circ d_{\text{Ca}}$$

$$^\circ d_{\text{tot}} = ^\circ d_{\text{nekarb}} + ^\circ d_{\text{karb}}$$

Naloga:

Vzorcu vode boste določili trdoto v nemških stopinjah ter izmerili vsebnost kalcija z atomsko plamensko emisijsko spektrometrijo.

Reagenti:

klorovodikova kislina, amonijakalni pufer, natrijev hidroksid, erio T črno, mureksid, raztopina EDTA

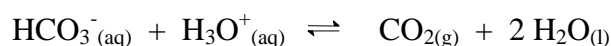
Priprava vzorca:

Vzorec v 500 ml merilnih bučkah boste razredčili do oznake z deionizirano vodo.

Določevanje trdote vode

Karbonatna trdota

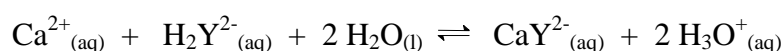
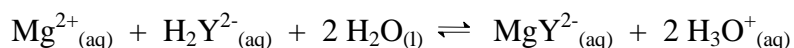
Hidrogenkarbonata Ca in Mg titriramo z 0,1 mol/L HCl. Kot indikator uporabimo metiloranž:



Iz 500 mL buče odmerite v erlenmajerico 100 mL raztopine, dodajte 2 – 3 kapljice indikatorja metiloranža in titrirajte z 0,1 mol/L raztopino HCl do barvnega preskoka. Povprečno porabo dveh paralelk uporabite pri izračunu nemških trdotnih stopinj.

Totalna trdota

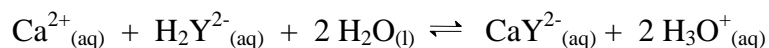
Določimo jo s kompleksometrično titracijo kalcijevih in magnezijevih ionov v vzorcu z EDTA in indikatorjem erio-T pri pH 10:



Postopek: Od razredčenega vzorca v 500 mL buči odpipetirajte v erlenmajerico 100 mL in nevtralizirajte s toliko mL 0,1 mol/L HCl, kolikor ste porabili kisline pri določitvi karbonatne trdote. Nato v raztopino dodajte 2 mL pufrne raztopine (NH_4Cl / NH_3), indikator erio-T in titrirajte z raztopino EDTA koncentracije 0,0178 mol/L. V ekvivalentni točki se barva raztopine spremeni iz vinsko rdeče v modro. Trdotne stopinje določite iz porabe EDTA.

Kalcijeva trdota

Ugotovimo jo s kompleksometrično titracijo kalcijevih ionov z raztopino EDTA koncentracije 0,0178 mol/L in indikatorjem mureksid pri pH 12:



Postopek: Od razredčenega vzorca v 500 mL buči odpipetirajte v erlenmajerico 100 mL in nevtralizirajte s toliko mL 0,1 mol/L HCl, kolikor ste porabili kisline pri določitvi karbonatne trdote. Nato dodajte 5 mL 2 mol/L NaOH, indikator mureksid in titrirajte z raztopino EDTA koncentracije 0,0178 mol/L. V ekvivalentni točki se spremeni barva raztopine iz rožnate v vijolično. Tudi tu trdotne stopinje določite iz porabe EDTA.

3. vaja: Spektrofotometrija

3.1. Spektrofotometrično določevanje nitrta v vodi

Molekularna absorpcijska spektrometrija (kolorimetrija, fotometrija, spektrofotometrija) temelji na merjenju absorpcije svetlobe, ki prehaja skozi preiskovano raztopino. Absorpcijo merimo v ultravijoličnem, vidnem in infrardečem spektralnem območju, navadno pri absorpcijskem maksimumu, ali pa posnamemo spekter - $A = f(\lambda)$ v širšem spektralnem območju in sklepamo iz njegove oblike na kvantitativno in kvalitativno sestavo preiskovane raztopine (ali trdnega vzorca). Spektrofotometrijo v vidnem območju uporabljamo predvsem za kvantitativno določevanje posameznih elementov (ionov), ki jih prevedemo v obarvano obliko s primerno kemično reakcijo. Spektrofotometrija v ultravijoličnem in infrardečem spektralnem območju je pomembna za analizo organskih spojin.

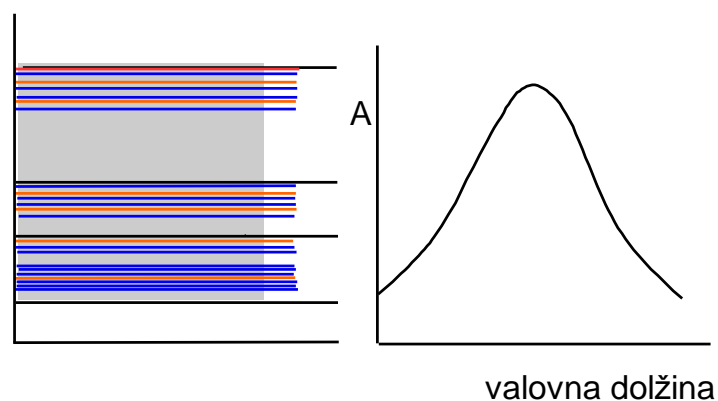
Za absorpcijo svetlobe velja Beerov zakon:

$$\log \frac{I_o(\lambda)}{I(\lambda)} = A = k \cdot b \cdot c$$

kjer je I_o jakost svetlobe vpadnega žarka, I jakost svetlobe po prehodu skozi snov, A je absorbanca (ekstinkcija), k molarni absorpcijski (ekstinkcijski) koeficient, b dolžina svetlobne poti skozi snov in c koncentracija določane zvrsti. Molarni absorpcijski koeficient je značilen za zvrst, ki absorbira svetlobo in se spreminja z valovno dolžino.

Koncentracijo določenih spojin v spektrofotometriji določamo relativno. Koncentracijo snovi v raztopini neznanega vzorca določimo posredno iz umeritvene krivulje, Umeritveno krivuljo pripravimo s pomočjo serije standardnih raztopin znanih koncentracij.

Če snov močno absorbira v UV ali vidnem območju, jo lahko s spektrofotometrijo kvantitativno določimo (aromske spojine, MnO_4^- , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$). V drugih primerih dodamo reagent, ki tvori z določano snovjo obarvano spojino. Velike organske molekule često služijo kor kolorimetrični reagenti v anorganski analizi. Za določitev je bistveno, da je absorbanca stabilna, dokler ne izvršimo meritve. Absorbanca se tudi ne sme spreminjati pri manjših spremembah pH, temperature, množine dodanega reagenta itd.

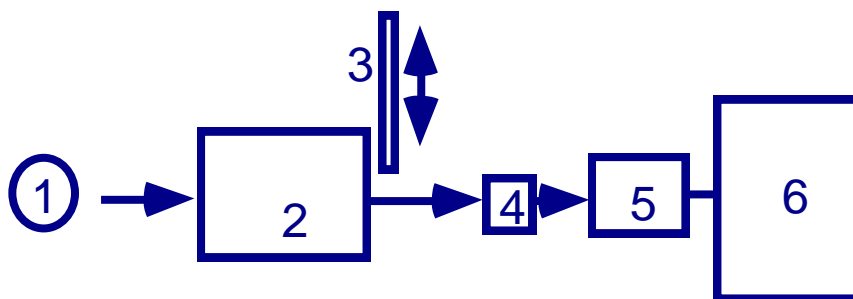


Slika 1: Molekulski absorpcijski spekter

Glavni problem v molekularni absorpcijski spektrometriji so motnje zaradi drugih komponent v vzorcu. Te namreč lahko tudi absorbirajo svetlobo pri izbrani valovni dolžini ali pa tvorijo z reagentom take spojine. V molekularnih spektrih imamo bistveno več prekrivanj kot pri atomskih in govorimo, da imamo opravka z zveznimi spektri (slika 1).

Inštrument za merjenje molekulske absorbance imenujemo spektrofotometer. Poznamo eno in dvožarkovne inštrumente. Glavni sestavni deli so vir svetlobe, monokromator, kiveta z vzorcem, detektor in rekorder (slika 2).

ENOŽARKOVNI SPEKTROFOTOMETER



1 svetlobni izvor
2 izbira valovne dolžine
3 zaklop

4 kiveta
5 detektor
6 zapis signala

Slika 2, Shema enožarkovnega spektrofotometra

Naloga:

Vzorcu boste določili vsebnost nitrita z uporabo molekularne spektrofotometrije. Pri reakciji med sulfanilno kislino in α -naftilaminom nastane v prisotnosti nitrita rdeče azo barvilo α -naftilamin-p-azobenzen-p-sulfonska kislina.

Postopek:

Odpipetiramo 25 ml vzorca v 50 ml bučko, dodamo 2 ml sulfanilne kisline in počakamo 5 minut. Nato dodamo še 2 ml α -naftilamina, 2 ml natrijevega acetate ter dopolnimo do oznake. Po 10 minutah izmerimo absorbanco pri 520 nm. Za umeritveno krivuljo si pripravite standardno raztopino nitrita s koncentracijo 1 mg/l iz osnovne raztopine 1 g/l. V pet 50 ml bučk odpipetirajte 1, 2, 3, 5 in 10 ml razredčene raztopine. Preostali postopek je enak kot pri vzorcu.

3.2. Uporaba hitrih testov za določevanje anorganskih spojin v vodi

S hitrimi testi bomo določevali koncentracije sledečih ionov v vodi: amonijak, nitrat, fosfat in sulfat.

Amonijak (NH_4^+)

Postopek temelji na tvorbi barvila indofenol modro, ki nastaja v alkalnem mediju pri reakciji med amonijakom, klorom in timolom.

Postopek

- V dva valja nalijemo 5 ml vzorca. Enega od njih postavimo na pozicijo A.
- V valj na poziciji B dodamo 10 kapljic reagenta NH_4 -1, ga zapremo in premešamo.
- V valj na poziciji B dodamo 1 žličko reagent NH_4 -2. Valj zapremo in premešamo, da se reagent raztopi ter počakamo 5 minut.
- V valj na poziciji B nato dodamo 4 kapljice reagent NH_4 -3, ga ponovno zapremo in premešamo ter počakamo 7 minut.
- Valj odpremo in damo na pozicijo B.
- Komparator premikamo toliko časa, dokler se barvi v valjih A in B ne ujemata.
Obarvanost v valjih opazujemo z vrha.

Nitrat (NO_3^-)

Postopek temelji na redukciji nitrata do nitrita, ki ga določamo kot azo barvilo. Teoretične osnove so že opisane pri prejšnji nalogi.

Postopek

- V dva valja nalijemo 5 ml vzorca. Enega od njih postavimo na pozicijo A.
- V valj na poziciji B dodamo 5 kapljic reagenta NO_3 -1, ga zapremo in premešamo.
- V valj na poziciji B dodamo 1 žličko reagent NO_3 -2. Valj zapremo in tako pričenemo mešati raztopino. Mešamo jo 5 minut.
- Počakamo 5 minut. Valj odpremo in damo na pozicijo B.
- Komparator premikamo toliko časa, dokler se barvi v valjih A in B ne ujemata.
Obarvanost v valjih opazujemo z vrha.

Fosfat (PO_4^{3-})

Pri opisanem poostopku tvorimo fosfomolibdenovo modro pri redukciji fosfomolibdenove kisline. Ta nastane pri reakciji med amonijevim molibdatom in fosfatnimi ioni.

Postopek

- V dva valja nalijemo 5 ml vzorca. Enega od njih postavimo na pozicijo A.

- V valj na poziciji B dodamo 6 kapljic reagenta PO₄-1, ga zapremo in premešamo.
- V valj na poziciji B dodamo 6 kapljic reagenta PO₄-2, ga zapremo in premešamo.
- Počakamo 10 minut. Valj odpremo in damo na pozicijo B.
- Komparator premikamo toliko časa, dokler se barvi v valjih A in B ne ujemata. Obarvanost v valjih opazujemo z vrha.

Sulfat (SO₄²⁻)

Postopek temelji na meritvi motnosti barijevega sulfata. Reakcijo ste spoznali že pri prejšnji vaji.

Postopek

- Valj večkrat speremo z vzorcem in ga napolnimo do 20 ml.
- Valj držimo navpično in počasi dodamo 10 kapljic reagenta SO₄-1, ga zapremo in premešamo.
- Dodamo 1 žličko reagenta SO₄-2 in ga raztopimo z rahlim mešanjem. Raztopina postane motna.
- Po 1 minuti zlivamo raztopino iz valja v merilno epruveto in opazujemo izginjanje črnega križca na dnu epruvete. Ko križec izgine, nehamo prelivati. Raztopino opazujemo navpično z vrha. Koncentracijo odčitamo kot nivo spodnjega meniskusa.

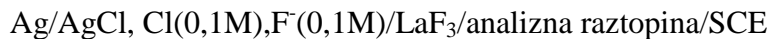
4. vaja: Elektrokemijski senzori

Najpomembnejšo skupino ionoselektivnih elektrod predstavljajo trdne elektrode, ki jih delimo na homogene (membrana je iz monokristala, npr. fluoridna elektroda, kjer je membrana iz monokristala LaF_3) in heterogene (membrana je sestavljena iz nosilne neaktivne mase, npr. silikonska guma, v kateri je dispergirana ionsko selektivna membranska komponenta, npr. AgJ ali AgCl)

Princip delovanja ionoselektivnih elektrod:

Vsaka ionoselektivna elektroda sestoji iz naslednjih delov: membrane, notranje referenčne elektrode in notranje referenčne raztopine, ki je med referenčno elektrodo in membrano. Odvisnost potenciala ionoselektivne elektrode od koncentracije ionov v analizni raztopini lahko prikažemo na primeru fluoridne elektrode. Membrana je iz monokristala LaF_3 , ki je zaradi večje prevodnosti dopiran z La ali drugimi elementi iz skupine redkih zemelj. Notranja referenčna raztopina je mešanica raztopin z določeno koncentracijo Na^+ , F^- in Cl^- ionov (npr. 0,1M NaF in 0,1M NaCl). Notranja referenčna elektroda je srebrova elektroda, katere potencial določa koncentracija kloridnega iona v referenčni raztopini. Ko elektrodo pomočimo v raztopino z določeno koncentracijo (aktivnostjo) fluoridnih ionov, je potencial elektrode odvisen od koncentracije fluoridnih ionov v analizni raztopini. Potential fluoridne elektrode merimo proti zunanji referenčni elektrodi (SCE).

Celico ponazorimo na naslednji način:



Napetost (EMS) člena definira Nernstova enačba

$$E = K + \frac{RT}{F} \cdot \ln \frac{a_{\text{F}^- \text{ razt.}}}{a_{\text{F}^- \text{ vzorec}}}$$

Ker je aktivnost F^- v notranji raztopini konstantna, lahko enačbo pišemo v obliki:

$$E = E' - \frac{RT}{F} \cdot \ln a_{\text{F}^- \text{ vzorec}}$$

Enačba kaže, da je merjena napetost člena odvisna od aktivnosti F^- v analizirani raztopini. Če poznamo E' in izmerimo E , lahko torej določimo aktivnost – koncentracijo F^- v vzorcu. Ker vrednosti E' ne moremo točno izračunati, običajno uporabljamo za določevanje koncentracije (aktivnosti) umeritvene krivulje.

Potencial ionoselektivne elektrode pa pogosto ni odvisen samo od aktivnosti iona, ki ga določujemo, ampak vplivajo na njegovo vrednost tudi nekateri ostali ioni. Za vsako ionoselektivno elektrodo moramo zato poznati konstanto selektivnosti. Selektivnostna konstanta je merilo za spremembo elektrodnega potenciala ionoselektivne elektrode v prisotnosti interferenčnega iona v raztopini. Razen tega je potencial ionoselektivne elektrode

odvisen še od ionske moči raztopine ter kemijskih reakcij v raztopini. Vse te vplive moramo pri praktičnem delu upoštevati.

4.1. Določevanje vsebnosti fluorida s pomočjo umeritvene krivulje

Za merjenje s fluoridno elektrodo pripravimo za umeritveno krivuljo po 100 mL naslednjih raztopin: 10^{-2} M, 10^{-3} M, 10^{-4} M in 10^{-5} M. Osnovna raztopina fluorida s koncentracijo 10^{-1} M je že pripravljena. Nato približno 30 mL vsake raztopine prelijemo v polietilensko čašo, postavimo na magnetno mešalo, v raztopino previdno potopimo fluoridno elektrodo in po 5 minutah odčitamo potencial. Meritev začnemo s standardno raztopino najnižje koncentracije!

Vzorec dobimo v 100 ml bučki in ga dopolnimo do značke z deionizirano vodo. Izmerimo potencial po 5 minutah. Na milimetrski papir narišemo odvisnost potenciala od dekadičnega logaritma koncentracije in odčitamo koncentracijo vzorca iz umeritvene krivulje.

4.2. Potenciometrična analiza karbonatov

Titrimetrične metode so osnovane na ugotavljanju volumna reagent (titranta), ki je stehiometrijsko enakovreden množini merjene snovi (analita). V ekvivalentni točki je množina standardne raztopine reagent enaka – ekvivalentni množini snovi, s katero reagira. Pogoj za uporabo reakcije v titrimetrični analizi je popolnost reakcije (velika ravnotežna konstanta), znan stehiometrijski odnos med komponentami, reakcija mora potekati hitro. Končno točko titracije določimo eksperimentalno na osnovi fizikalnih sprememb, kot so: sprememba barve v raztopino dodanega indikatorja, sprememba toka ali napetosti, tvorba oborine in druge. Razlika med končno in ekvivalentno točko je napaka titracije. Odvisnost merjene količine (pH, napetost) od volumna dodanega reagent ponazarja titracijska krivulja. Napaka titrimetrične določitve je odvisna predvsem od napake pri poznavanju koncentracije reagenta in napake pri določitvi končne točke titracije.

Postopek:

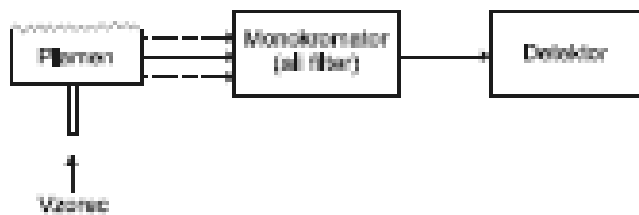
Vzorec je lahko natrijev karbonat (Na_2CO_3) ali natrijev hidrogen karbonat (NaHCO_3). Na ladjico natehtajte 500 do 600 mg vzorca, ga kvantitativno prenesite v 250 mL merilno bučko, raztopite ter dopolnite do oznake z deionizirano vodo. 50 mL alikvota vzorca odmerite v polietilensko čašo. Čašo postavite na magnetno mešalo, v raztopino previdno potopite kombinirano pH elektrodo in titrirajte s približno 0,1 M HCl (točno koncentracijo boste izvedeli na vajah). Po

vsakem dodatku reagent (0,5 mL) odčitajte pH (približno po 3 minutah). Titracijo končajte, ko se po izraziti spremembi pH v kislem območju le ta zopet ustali. Na osnovi oblike titracijske krivulje določite vsebnost natrijev karbonata (Na_2CO_3) oz. natrijeva hidrogen karbonata (NaHCO_3) v vzorcu. Titracijo še enkrat ponovite in rezultat smiselno zaokrožite.

5. Določevanje kovin v prašnih delcih

Atomska emisijska spektrometrija

Pri atomski emisijski spektrometriji (AES) merimo intenziteto svetlobe, ki jo atomi oddajajo pri prehodu elektronov iz vzbujenega stanja v nižje ali osnovno stanje. Valovna dolžina sevane svetlobe je odvisna od razlike energij osnovnega in vzbujenega stanja. Vsak element ima značilna energetska stanja oziroma karakteristične elektronske prehode, zato je tudi spekter emitirane svetlobe za vsak element specifičen in ga lahko uporabljamo za identifikacijo elementov v vzorcu (kvalitativna analiza).



Shema atomskega emisijskega spektrometra

Pri plamenski AES raztopino vzorca s pomočjo razpršilnika uvedemo v plamen, ki služi kot vir atomizacije in vzbujanja. Svetlobo, ki jo sevajo vzbujeni atomi, merimo pri valovni dolžini, karakteristični za analit, zato je med plamenom in detektorjem postavljen monokromator, pogosto pa zadostuje že filter.

Vseh spremenljivk, ki vplivajo na meritev ne moremo poznati, da bi lahko neposredno iz merjenih količin z zadovoljivo pravilnostjo izračunali koncentracijo določenega elementa. Zato v praksi uporabimo metodo umeritvene krivulje ali standardnega dodatka. V določenem koncentracijskem območju velja, da je koncentracija analita v vzorcu (c) linearno sorazmerna številu vzbujenih atomov v plamenu in s tem intenziteti emitirane svetlobe (I): $I = k \times c$.

Atomska absorpcijska spektrometrija

Pri atomski absorpcijski spektrometriji (AAS) prosti nevzbujeni atomi absorbirajo svetlobo in prehajajo v vzbujeno stanje. Prosti atomi v plinastem stanju absorbirajo svetlobo tiste valovne dolžine, ki ustreza energetskega prehodu iz osnovnega v vzbujeno stanje. Vir svetlobe mora zato sevati svetlobo iste valovne dolžine. Energetska razlika med osnovnim in vzbujenim stanjem je značilna za posamezen element, zato lahko uporabljamo valovno dolžino absorbirane svetlobe za identifikacijo prisotnega elementa (kvalitativna analiza). Iz deleža absorbirane svetlobe lahko določimo koncentracijo elementa v raztopini (kvantitativna analiza). Absorbanca je podobno kot pri molekularni absorpcijski spektrometriji linearno sorazmerna s koncentracijo elementa v plamenu in s tem tudi v raztopini. Dobimo zvezo:

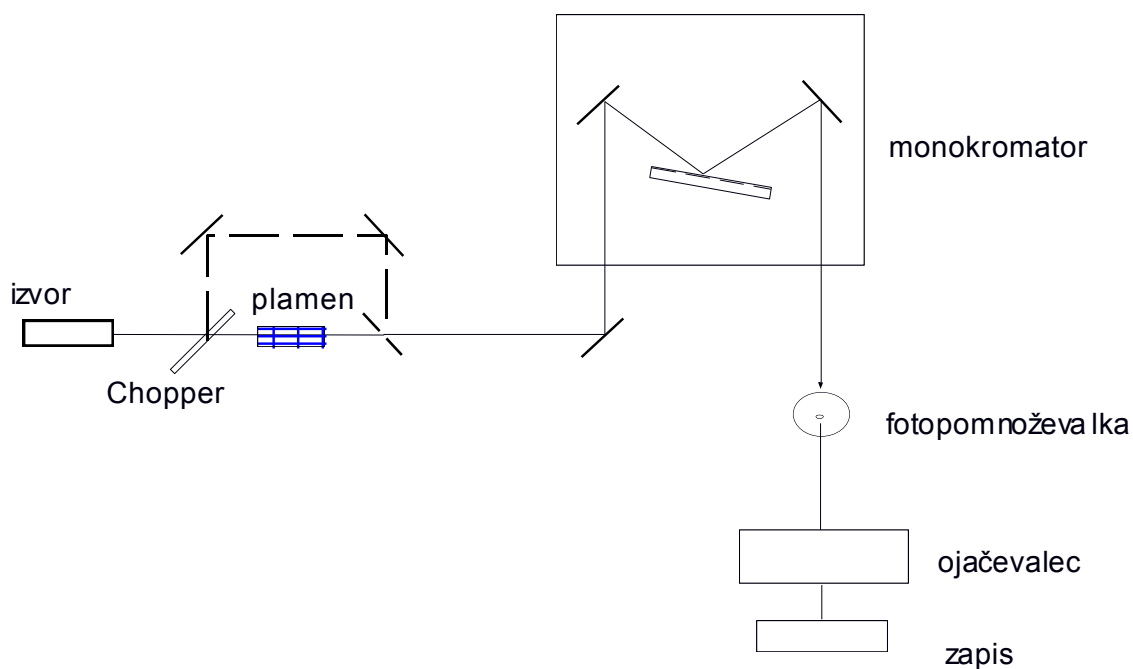
$$A = k \cdot c,$$

kjer je k konstanta in c koncentracija elementa v vzorcu. Koncentracijo elementa lahko določimo z umeritveno krivuljo ali ob uporabi metode standardnega dodatka.

Pri AAS uvajamo vzorec v plamen, kjer se vzorec atomizira. Tako so atomi vzorca v plamenu ločeni drug od drugega. Med njimi ni dodatnih interakcij. Absorbirana svetloba ima tako tisto valovno dolžino, ki odgovarja energetskega prehodu določenega atoma iz osnovnega v vzbujeno

Aparatura za atomsko absorpcijsko spektrometrijo sestoji iz izvora svetlobe, generatorja atomov, monokromatorja in detektorja z ustrežno elektroniko. Načelno shemo kaže spodnja slika 1.

Kot izvor svetlobe navadno uporabljamo žarnice z votlo katodo, za nekatere elemente (Na, K, Rb, Cs) navadne spektralne žarnice, v zadnjih letih pa tudi visokofrekvenčne žarnice brez elektrod. Žarnice na votlo katodo so napolnjene z inertnim plinom (Ne ali Ar), anoda je iz volframa, na katodi pa je neparjen element, ki ga določamo. Za vsak element tako potrebujemo ločeno žarnico.



Slika 1. Shema atomskega absorpcijskega spektrometra

Pri plamenski AAS za produkcijo prostih atomov navadno uporabljamo plamen. Največ uporabljamo mešanice acetilen-zrak in acetilen-didušikov (I) oksid. Slednji ima relativno visoko temperaturo in je zato primeren za spojine, ki tvorijo termično stabilne okside in druge spojine. Vzorec preko razpršilca uvedemo v plamen kjer preide v plinsko stanje in se atomizira. Svetloba iz žarnice na votlo katodo prehaja skozi plamen kjer atomi elementa, ki ga določamo, absorbirajo svetlobo karakteristične valovne dolžine. Za plamenom je postavljen monokromator, ki odstrani svetlobo plamena. Detektor tako zazna le svetlobo tiste valovne dolžine, ki jo uporabljamo za merjenje absorbance določenega elementa.

Motnje v atomski spektrometriji so lahko spektralne, fizikalne in kemične. Medtem ko so prve redkejšje in jih povzročajo predvsem superpozicije absorpcijskih in emisijskih črt oz. trakov, so fizikalne in kemične motnje bolj pogoste, vendar se lahko izognemo njihovem vplivu na pravilnost rezultata s pravilno izdelanimi umeritvenimi krivuljami in izbiro ustreznih eksperimentalnih pogojev.

Fizikalne motnje povzročajo spremembe fizikalnih lastnosti raztopin, in vplivajo na procese pri nastanku aerosola ter na temperaturo plamena.

Kemične motnje pa povzročajo že prej opisane reakcije, ki vplivajo na spremembe ravnotežij v plamenu ter s tem na nepopolno atomizacijo in znižanje absorpcijskega signala. Tovrstne interference so zlasti značilne za snovi z močnimi ionskimi vezmi. Tako npr. prisotnost sulfata ali fosfata močno zmanjša absorpcijski signal kalcija zaradi afinitete med kalcijem in fosfatom oziroma sulfatom. Pri teh pogojih se zmanjša število prostih atomov v plamenu. Vplive sulfata oziroma fosfata lahko znatno zmanjšamo z dodatkom lantanovih ionov, ki vežejo fosfatni oziroma sulfatni ioni ter tako sproščajo kalcij; omilimo pa jih tudi z uporabo tehnike standardnega dodatka.

5.1. Določite vsebnosti magnezija, kalcija in svinca z atomskimi spektroskopskimi tehnikami

Priprava vzorca

V 150 ml čašo položimo polovico filtra, dodamo 40 ml HNO₃ (1+1) in previdno segrevamo, da odparimo polovico volumna kisline. Raztopino nato filtriramo skozi filtrirni papir beli trak v 50 ml merilno bučko. Oborino speremo z vročo destilirano vodo. Raztopino v bučki nato ohladimo in razredčimo do oznake. Pred meritvijo vzorec dodatno razredčite.

Priprava raztopin za umeritveno krivuljo

V 100 ml bučke pripravite raztopine Mg in Ca z naslednjimi koncentracijami:

Mg: 0.05, 0.1, 0.2, 0.3 mg/ml

Ca: 0.5, 1, 2, 3 mg/ml

Pb: 50, 70, 100 mg/l

Raztopine za umeritveno krivuljo pripravite iz osnovne raztopine s koncentracijo 1 mg/ml.

Meritve

Za določevanje Mg boste uporabili AAS, za določevanje Ca AES in za določevanje Pb ETAAS tehniko.

6. Določevanje onesnaževal v zraku s pasivnimi vzorčevalniki

Tekočinska kromatografija visoke ločljivosti (HPLC)

Tekočinska kromatografija visoke ločljivosti je separacijska tehnika, pri kateri kot mobilno fazo uporabljamo tekočino. Ta je ponavadi mešanica organskega topila in vodnih raztopin (kislina, baza, pufov). Mobilno fazo pod visokim tlakom (več 100 bar) s pomočjo črpalke potiskamo skozi jekleno analitsko kolono, ki je napolnjena z delci silikagela, na katerega je nanešena stacionarna faza. Separacijo spojin dosežemo zaradi različnega porazdeljevanja spojin med stacionarno in mobilno fazo. Delci silikagela s stacionarno fazo so lahko različne velikosti (premera med 1,7 in 10 μm). Optimalno ločbo lahko dosežemo s črpanjem mobilne faze z enako sestavo (t.i. izokratsko spiranje) ali pa med analizo spreminjamo sestavo mobilne faze (gradientno spiranje).

Proces ločbe na kromatografski koloni opišemo z različnimi parametri, kot so zadrževalni čas topljenca na koloni ali ustrezni retencijski volumen mobilne faze, ki je potreben, da se komponenta eluira iz kolone, število teoretskih podov, ki ponazarjajo učinkovitost kolone, kapacitivnost ali porazdelitveno razmerje in selektivnost kolone. Eksperimentalno te parametre določimo iz kromatograma, ki ga dobimo tako, da po injiciranju vzorca časovno spremljamo signal na detektorju, ki je nameščen na izhodu kolone. Serijo kromatografskih vrhov uporabimo za kvalitativno (retencijski čas) in kvantitativno (površina ali višina vrha) določitev.

Vzrok za zadrževanje določene komponente na koloni je njena porazdelitev med stacionarno (delci v koloni) in tekočo (mobilno) fazo na poti skozi kolono. Ravnotežno konstanto porazdeljevanja imenujemo porazdelitveni koeficient K , ki je definiran kot razmerje koncentracije topljenca v stacionarni in v mobilni fazi.

Ionska kromatografija

Ionska kromatografija je zvrst tekočinske kromatografije pri kateri pride do separacije molekul zaradi ionskih interakcij med njimi in stacionarno oziroma mobilno fazo. Stacionarno fazo pri ionsko izmenjevalni kromatografiji predstavljajo pozitivno ali negativno nabite molekule, ki ob mimohodu mobilne faze reverzibilno adsorbirajo njim nasprotno nabite delce v mobilni fazi. Do kromatografske separacije pride, ker se nabite komponente vzorca različno dolgo zadržujejo na stacionarni fazi. Sestavni deli ionskega kromatografa so enaki kot pri klasični tekočinski kromatografiji (z manjšimi variacijami). Najpogosteje uporabljen detektor pri ionski kromatografiji je detektor na električno prevodnost.

Ionsko izmenjevalno kromatografijo uporabljamo za ločevanje od majhnih anorganskih ionov do makromolekul (proteinov).

Uporaba pasivnih vzorčevalnikov

Pri pasivnih vzorčevalnikih ne potrebujemo energije pri jemanju vzorcev. Prvotno so se razvili iz difuzivnih vzorčevalnikov, ki so imeli definirano geometrijo. Edini proces, ki

določal transport merjene snovi do absorpcijskega sredstva je bila difuzija. Prvi pasivni vzorčevalniki na osnovi difuzije so bili razviti za določevanje dušikovega dioksida v zraku. Imenovali so se Palmsove cevke. Enačba za izračun koncentracije na osnovi difuzijske enačbe se glasi

$$C_{zun} = \frac{m \cdot l}{t \cdot S \cdot D}$$

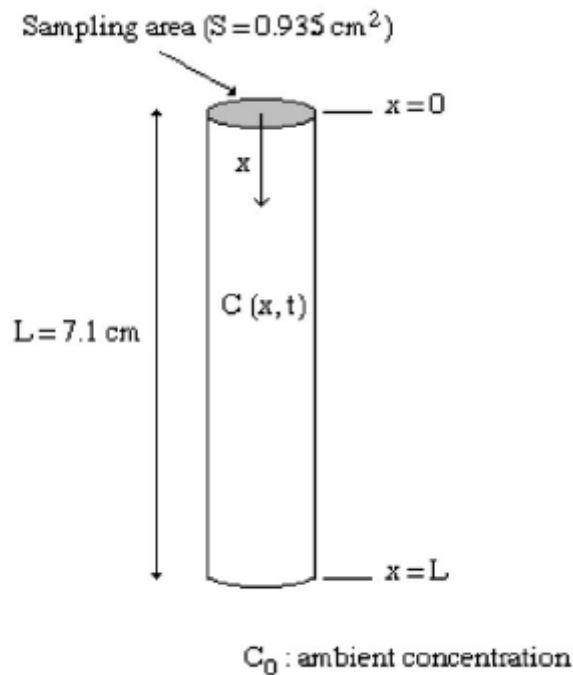


Fig. 1. Geometry of the Palmes tube.

Slika 1. Skica difuzivnega vzorčevalnika

6.1. Analiza pasivnih vzorčevalnikov

Po predpisanem času zapremo spodnji del cevke s pokrovčkom in pasivni vzorčevalnik prinesemo v laboratorij. Prvi del analize obsega ekstrakcijo absorbiranega nitrita iz mrežice v deionizirano vodo tako, da odpipetiramo 3 mL deionizirane vode v cevko. Cevko nato zapremo s pokrovčkom in jo stresamo na vortex mešalcu 10 minut. Paziti moramo, da ne pride do puščanja raztopine iz cevke! Po končanem mešanju del raztopine prelijemo v vialo in določimo koncentracijo nitrita z ionsko kromatografijo. Za kvantifikacijo nitrita si pripravite umeritveno krivuljo s koncentracijo nitrita 5, 10 in 15 mg/l. Dobljeno koncentracijo nitrita v 3 mL raztopine preračunajte na maso absorbiranega dušikovega dioksida in določite povprečno zunanjo koncentracijo dušikovega dioksida.