

Praktikum analitičke kemije 2

Skripta

Preddiplomski sveučilišni studij Kemija

Sanda Rončević

Ivan Nemet

Zavod za analitičku kemiju

Kemijski odsjek

Prirodoslovno-matematički fakultet

Zagreb

2023.

SADRŽAJ

KVANTITATIVNA ANALIZA

VJEŽBA 1. GRAVIMETRIJA	3
VJEŽBA 2. NEUTRALIZACIJSKE TITRACIJE	5
VJEŽBA 3. REDOKS TITRACIJE – Metode oksidacije analita	11
VJEŽBA 4. REDOKS TITRACIJE – Metode redukcije analita	14
VJEŽBA 4. TALOŽNE TITRACIJE	16
VJEŽBA 5. KOMPLEKSOMETRIJSKE TITRACIJE	20

INSTRUMENTNE METODE ANALIZE

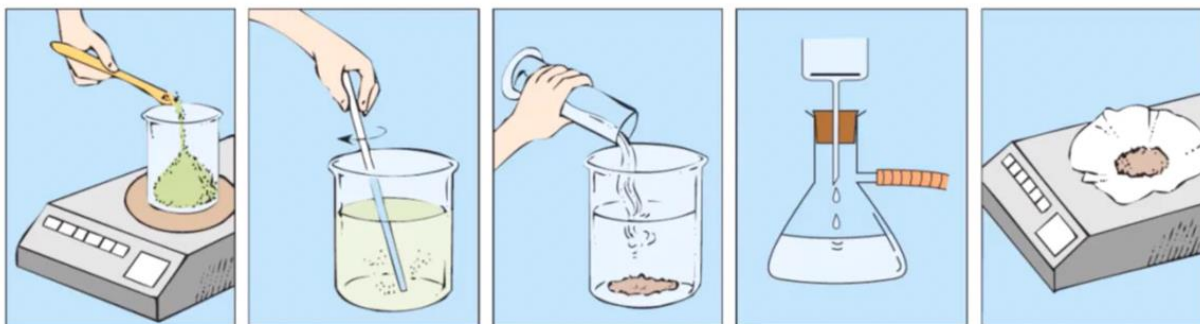
VJEŽBA 6. SPEKTROFOTOMETRIJA	24
VJEŽBA 7. INFRACRVENA (IR) SPEKTROSKOPIJA	27
VJEŽBA 8. PLAMENA FOTOMETRIJA	29
Literaturna vrela	32

VJEŽBA 1. GRAVIMETRIJA

Gravimetrijske metode analize uključuju sve analitičke metode kvantitativnog određivanja mase analita ili spoja koji sadrži analit u svojem sastavu. Uobičajena je podjela gravimetrijskih metoda na:

- TALOŽNE (PRECIPITACIJSKE) METODE - izolacija i određivanje mase taloga poznatog sastava
- METODE ISHLAPLJIVANJA (VOLATILIZACIJSKE) - masa produkta određuje se iz gubitka mase uzorka
- ELEKTROGRAVIMETRIJSKE METODE - masa depozita na katodi, anodi ili u elektrokemijskoj ćeliji
- GRAVIMETRIJE SKUPINA (ČESTIČNA GRAVIMETRIJA) - masa analita određuje se nakon odvajanja od matrice postupcima filtracije ili ekstrakcije

Temeljni postupci taložne gravimetrije su: 1. Priprava uzorka, 2. Taloženje analita, 3. Zagrijavanje nastalog taloga (digeriranje), 4. Filtriranje i ispiranje taloga, 5. Sušenje i/ili žarenje taloga, 6. Mjerenje mase taloga, 7. Izračunavanje mase analita.



ANALIZA SMJESE ŽELJEZA I ALUMINIJA

Pribor

Čaša od 400 cm³

Stakleni štapić

Filter papir (crna vrpca)

Graduirana pipeta od 20 cm³

Pipeta od 20 cm³

Porculanski lončić

Erlenmeyerova tikvica od 250 cm³

Menzura od 10 cm³

Reagensi

NH₄OH (1:1)

NH₄Cl p.a.

Otopina amonijeva nitrata; $w(\text{NH}_4\text{NO}_3) = 2\%$ neutralizirana dodatkom otopine NH₃

Otopina klorovodične kiseline (u volumnom omjeru HCl: H₂O = 1:1)

Otopina indikatora bromtimol modro (100 cm³ otopine sadrži 0,1 g indikatora i 1,6 cm³ otopine c(NaOH) = 0,1 mol dm⁻³).

Postupak

Određivanje ukupne količine oksida

Otpipetira se 20 cm³ uzorka i razrijedi destiliranom vodom u čaši od 400 cm³ na volumen od oko 150 cm³, doda 2 g krutog NH₄Cl i 2-3 kapi otopine indikatora bromtimol modro. Zagrije se skoro do vrenja, te se željezo i aluminij talože s NH₄OH u obliku hidroksida. Otopinu amonijaka treba dodavati oprezno, kap po kap, do promjene boje indikatora od žute u plavu ili zelenu. Ostavi se stajati oko 10 min da se talog slegne, a zatim se filtrira preko filter papira (crna vrpca). Ispire se vrućom 2 %-tnom otopinom amonijeva nitrata, koja je prethodno neutralizirana amonijevim hidroksidom (pH 7). Isprani talog prebaci se zajedno sa filter papirom u prethodno žareni i izvagani porculanski lončić. Filter papir se oprezno spali i ostatak žari na 900 °C do konstantne mase.

Reakcije: Taloženje	Žarenje
$\text{Fe}^{3+} + 3 \text{OH}^- \leftrightarrow \text{Fe}(\text{OH})_3$	$2 \text{Fe}(\text{OH})_3 \leftrightarrow \text{Fe}_2\text{O}_3 + 3 \text{H}_2\text{O}$
$\text{Al}^{3+} + 3 \text{OH}^- \leftrightarrow \text{Al}(\text{OH})_3$	$2 \text{Al}(\text{OH})_3 \leftrightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 + 3 \text{H}_2\text{O}$

Određivanje željeza

Željezo se određuje titracijom sa $c(\text{KMnO}_4) = 0,01 \text{ mol dm}^{-3}$

Treba odrediti masu željeza i masu aluminija koju sadrži 25 cm³ otopine.

Račun

$$m_1 = m(\text{Fe}_2\text{O}_3) + m(\text{Al}_2\text{O}_3)$$

$$m_2 = m(\text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ u } 20 \text{ cm}^3 \text{ otopine}) = \frac{m(\text{Fe u } 20 \text{ cm}^3 \text{ otopine}) \times M(\text{Fe}_2\text{O}_3)}{2 \times M(\text{Fe})}$$

$$m(\text{Al}_2\text{O}_3 \text{ u } 20 \text{ cm}^3) = (m_1 - m_2)$$

$$m(\text{Al u } 25 \text{ cm}^3) = \frac{m(\text{Al}_2\text{O}_3) \times 2M(\text{Al}) \times 25}{M(\text{Al}_2\text{O}_3) \times 20}$$

VJEŽBA 2. NEUTRALIZACIJSKE TITRACIJE

Titrimetrijske metode analize uključuju sve analitičke metode u kojima se količina analita u uzorku određuje iz količine utrošenog reagensa potrebne za potpunu reakciju s analitom. Obzirom na način mjerenja signala završetka reakcije, metode se dijele na:

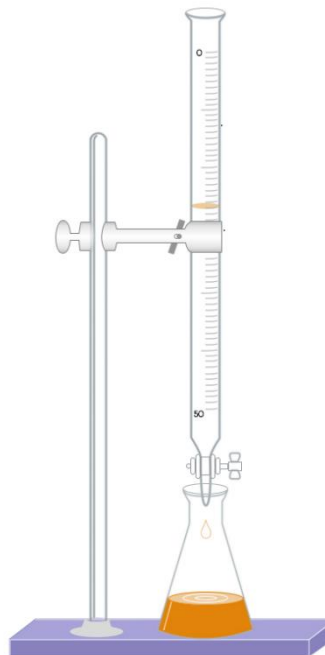
-VOLUMETRIJSKE METODE (mjereni signal je volumen utrošenog reagensa)

-MASENE TITRIMETRIJE (mjereni signal je masa utrošenog reagensa)

-KULOMETRIJSKE TITRIMETRIJE (mjereni signal je vrijeme potrebno za završetak elektrokemijske reakcije)

Volumetrijske postupke dijelimo prema vrsti reakcija na:

1. Neutralizacijske (kiselo-bazne) titracije
2. Redoks titracije
3. Taložne titracije
4. Kompleksometrijske titracije



Titracija (prema franc. *titre*) je postupak dodavanja standardne otopine iz birete ili drugog volumetrijskog pribora u otopinu analita do završetka reakcije. Točku ekvivalencije, tj. točku kada je količina dodanog reagensa upravo ekvivalentna količini analita u uzorku, nije moguće eksperimentalno točno odrediti. Stoga se u volumetrijskim titracijama određuje završna točka titracije pomoću opažanja promjene nekog fizičkog svojstva (promjena boje indikatora ili promjena potencijala elektroda).

a) PRIPREMA STANDARDNE OTOPINE $c(\text{HCl}) \approx 0.1 \text{ mol dm}^{-3}$

Pribor

Odmjerna tikvica od 1000 cm^3 (1 kom)

Odmjerna tikvica od 100 cm^3 (2 kom)

Lijevak

Menzura od 10 cm^3

Erlenmeyerova tikvica od 250 cm^3 (3 kom)

Posudica za vaganje

Bireta od 50 cm^3

Pipeta od 20 cm^3

Staklena boca od 1000 cm^3

Reagensi

Natrijev karbonat, Na_2CO_3 p.a. (sušen 30-60 min na temperaturi $270\text{-}300^\circ\text{C}$ do konstantne mase)

Klorovodična kiselina, p.a.; $w(\text{HCl}) = 36 \%$, $\rho(\text{HCl}) = 1,18 \text{ g cm}^{-3}$

Metiloranž, vodena otopina ($w = 0,1 \%$)

Postupak

Priprema otopine približne koncentracije $c(\text{HCl}) \approx 0,1 \text{ mol dm}^{-3}$

$9,0 \text{ cm}^3$ HCl p.a. gustoće $1,18 \text{ g cm}^{-3}$ razrijedi se sa destiliranom vodom do 1000 cm^3 (najpogodnije u odmjernoj tikvici). Tako pripremljena otopina HCl čuva se u staklenoj boci na koju se napiše što sadrži.

Priprema otopine Na_2CO_3

Oko $1,5 \text{ g}$ osušenog Na_2CO_3 stavi se u posudicu za vaganje. Zatim se odvagne $0,5\text{-}0,6 \text{ g}$ Na_2CO_3 (na $0,2 \text{ mg}$ točno) na taj način, da se važe zatvorena posudica sa Na_2CO_3 , a zatim se isipa približno trećina sadržaja preko lijevka u odmjernu tikvicu od $100,00 \text{ cm}^3$. Posudica se oprezno poklopi i vrati u eksikator, te se nakon nekoliko minuta ponovo izvaže. Masa isipanog Na_2CO_3 dobije se iz razlike prve i druge odvage. Na_2CO_3 zaostao na lijevku ispere se destiliranom vodom u odmjernu tikvicu, otopi i nadopuni do oznake.

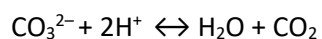
Titracija Na₂CO₃ s HCl - određivanje točne koncentracije HCl

Bireta se napuni otopinom HCl čija se točna koncentracija određuje.

Pripremljena otopina Na₂CO₃ se promućka, a zatim se pipetira 20,0 cm³ otopine u Erlenmeyerovu tikvicu od 250-300 cm³, razrijedi s oko 20 cm³ destilirane vode, doda 1-2 kapi otopine metiloranža i titrira s kiselinom koju se želi standardizirati. Titracija se vrši do promjene boje indikatora od žute u narančastu. Izvode se tri paralelne titracije. Koncentracija kiseline se izračuna iz srednje vrijednosti tri paralelne titracije.

Za kontrolu se ponovi postupak standardiziranja s još jednom odvagom Na₂CO₃ na gore opisani način. Dobivene vrijednosti za koncentraciju ne smiju se razlikovati za više od 1 %.

Reakcija:



$$2n(\text{Na}_2\text{CO}_3) = n(\text{HCl})$$

Račun:

m_1 = masa posudice za vaganje prije odsipavanja Na₂CO₃

m_2 = masa posudice za vaganje nakon odsipavanja Na₂CO₃

$$m(\text{Na}_2\text{CO}_3) = m_1 - m_2$$

$$n(\text{Na}_2\text{CO}_3 \text{ u } 20 \text{ cm}^3) = \frac{m}{5 \cdot M(\text{Na}_2\text{CO}_3)} = \frac{m}{5 \cdot 106,004}$$

$$n(\text{HCl}) = 2 \cdot n(\text{Na}_2\text{CO}_3)$$

$$c(\text{HCl}) = \frac{n(\text{HCl})}{V(\text{HCl utrošen za titraciju})}$$

b) ODREĐIVANJE NATRIJEVE LUŽINE

Pribor

Odmjerna tikvica od 100 cm³

Erlenmeyerova tikvica od 250 cm³

Pipeta od 20 cm³

Bireta od 50 cm³

Reagensi

Standardna otopina $c(\text{HCl}) \cong 0,1 \text{ mol dm}^{-3}$

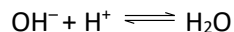
Metiloranž, vodena otopina ($w = 0,1 \%$)

Postupak

Bireta se napuni standardnom otopinom HCl.

Uzorak za analizu se razrijedi destiliranom vodom na volumen od 100,0 cm³. Otpipetira se 20,0 cm³ te otopine u Erlenmeyerovu tikvicu, doda 1-2 kapi metiloranža i titrira sa standardnom otopinom $c(\text{HCl}) \approx 0,1 \text{ mol dm}^{-3}$ do prijelaza boje indikatora od žute u narančastu. Izvode se tri paralelne titracije. Rezultat analize se izračuna iz srednje vrijednosti tri paralelne titracije.

Reakcija:



$$n(\text{NaOH}) = n(\text{HCl})$$

Račun:

Rezultati se predaju u mg NaOH koje sadrži 25 cm³ otopine

$$n(\text{HCl}) = c(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl})$$

$$m(\text{NaOH u } 25 \text{ cm}^3) = \frac{n(\text{NaOH}) \cdot M(\text{NaOH}) \cdot 25}{20}$$

c) PRIPREMA STANDARDNE OTOPINE $c(\text{NaOH}) \approx 0,1 \text{ mol dm}^{-3}$

Pribor

Staklena boca od 1000 cm^3

Satno staklo

Erlenmeyerova tikvica od 200 cm^3

Pipeta od 20 cm^3

Bireta od 50 cm^3

Reagensi

NaOH p.a.

Standardna otopina $c(\text{HCl}) \approx 0,1 \text{ mol dm}^{-3}$

Metiloranž, vodena otopina ($w = 0,1 \%$)

Postupak

Priprema otopine približne koncentracije

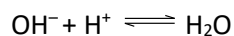
Na tehničkoj vagi na satnom staklu odvažuje se 4,5 g NaOH i otopi u prokuhanoj i ohlađenoj destiliranoj vodi, te nadopuni na volumen od 1000 cm^3 . Otopina se čuva u dobro zatvorenoj staklenoj boci.

Standardiziranje sa standardnom otopinom $c(\text{HCl}) \approx 0,1 \text{ mol dm}^{-3}$

Bireta se napuni standardnom otopinom HCl.

Otpipetira se 20,00 ml otopine NaOH, koju se želi standardizirati, u Erlenmeyerovu tikvicu od 250 ml, doda 1-2 kapi metiloranža i titrira sa standardnom otopinom $c(\text{HCl}) \approx 0,1 \text{ mol dm}^{-3}$ do promjene boje indikatora od žute u narančastu. Izvode se tri paralelne titracije.

Reakcija:



$$n(\text{NaOH}) = n(\text{HCl})$$

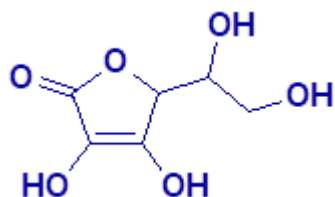
Račun:

$$n(\text{HCl}) = n(\text{NaOH})$$

$$c(\text{NaOH}) = \frac{c(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl utrošen za titraciju})}{V(\text{NaOH})}$$

d) ODREĐIVANJE SADRŽAJA ASKORBINSKE KISELINE U TABLETI VITAMINA C KLASIČNOM KISELO-BAZNOM TITRACIJOM

Askorbinska kiselina je slaba kiselina ($pK_a = 4,17$), te se može uspješno određivati titracijom s 0,1 M NaOH. Prisutnost drugih kiselina u uzorku prouzrokuje smetnje i onemogućuje uspješnu analizu askorbinske kiseline.



askorbinska kiselina, $C_6H_8O_6$

Reakcija:



Postupak:

- odvagati tabletu vitamina C na analitičkoj vagi
- tabletu prebaciti u Erlenmayerovu tikvicu
- menzurom dodati 50 cm³ tople destilirane vode (ne vruće! razgradnja!)
- smrviti tabletu staklenim štapićem (otopina mutna - ostaje neotopljeni vezivni materijal!)
- pH-papirom odrediti kiselost
- titrirati s 0,1 M NaOH uz fenolftalein kao indikator

Rezultati:

- izračunati masu askorbinske kiseline u tableti vitamina C
- usporediti rezultate svih učinjenih analiza i odrediti prosječnu masu askorbinske kiseline u tabletama vitamina C (statistička obrada!)

VJEŽBA 3. REDOKS TITRACIJE – Metode oksidacije analita

a) PRIPREMA STANDARDNE OTOPINE $c(\text{KMnO}_4) = 0,01 \text{ mol dm}^{-3}$

Pribor

Čaša od 1 dm^3

Tamna staklena boca

Erlenmeyerova tikvica od 250 cm^3

Stakleni filter lijevak

Pipeta od 20 cm^3

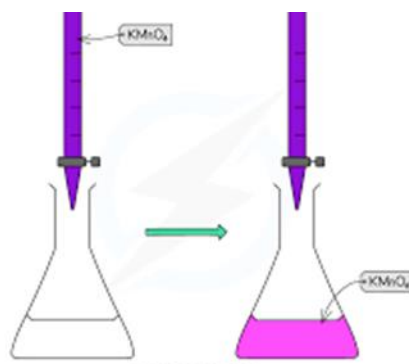
Bireta od 50 cm^3

Reagensi

$\text{KMnO}_4 \text{ p.a.}$

$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 \text{ p.a.}$

Otopina $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,5 \text{ mol dm}^{-3}$



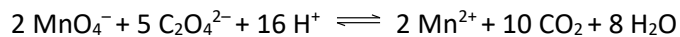
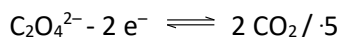
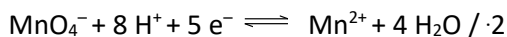
Postupak

Prpriema otopine približne koncentracije

Odvagne se $1,7 \text{ g KMnO}_4 \text{ p.a.}$ na tehničkoj vagi i otopi u 1 dm^3 destilirane vode. Otopina se ostavi stajati 7-10 dana, a zatim se filtrira i standardizira. Otopina se može pripremiti i bržim postupkom. U tom slučaju odvagne se gore navedena količina KMnO_4 i otopi u 1 dm^3 destilirane vode. Otopina se zagrije u čaši skoro do vrenja i drži na toj temperaturi oko 1 sat, a zatim se ostavi poklopljena satnim staklom još 2-3 sata (na hladnom). Otopina se nakon toga profiltrira preko staklenog ili azbestnog filtra u čistu tamnu staklenu bocu i dobro začepi staklenim ili polietilenskim čepom (guma, pluto, i papir ne smiju doći u dodir s otopinom).

Standardiziranje s $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

Oko $0,34 \text{ g Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ osušenog na $110 \text{ }^\circ\text{C}$ do konstantne mase odvagne se na $0,2 \text{ mg}$ točno i otopi u oko 40 cm^3 destilirane vode (uz dodatak 1-2 kapi konc. H_2SO_4). Otopina se kvantitativno prenese u odmjernu tikvicu od 100 cm^3 i nadopuni destiliranom vodom do oznake. Zatim se otpipetira 20 cm^3 ove otopine u Erlenmeyerovu tikvicu od 250 cm^3 , doda 20 cm^3 otopine H_2SO_4 koncentracije $1,5 \text{ mol dm}^{-3}$, zagrije se na $80 \text{ }^\circ\text{C}$ i titrira otopinom KMnO_4 čija se koncentracija određuje. Titrira se do pojave blijedo ružičaste boje koja se zadrži najmanje 30 sekundi.

Reakcija:

$$n(\text{KMnO}_4) = 2/5 n(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)$$

b) ODREĐIVANJE ŽELJEZA PREMA ZIMMERMANN-REINHARDTU-u**Pribor**

Erlenmeyer tikvica od 250 cm³

Čaša od 400 cm³

Menzura od 100 cm³

Menzura od 10 cm³

Pipeta od 20 cm³

Bireta od 50 cm³

Reagensi

Otopina $w(\text{HgCl}_2) = 5 \%$

Otopina SnCl_2 (150 g $\text{SnCl}_2 + 500 \text{ cm}^3$ konc. $\text{HCl} + \text{H}_2\text{O}$ do 1000 cm³)

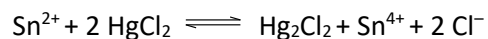
Otopina prema Zimmerman-Reinhardt-u (70 g $\text{MnSO}_4 \cdot 4 \text{H}_2\text{O} + 125 \text{ cm}^3$ konc. $\text{H}_3\text{PO}_4 + 125 \text{ cm}^3$ konc. $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}$ do 1000 cm³)

HCl (1:1)

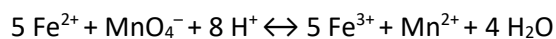
Standardna otopina $c(\text{KMnO}_4) = 0,01 \text{ mol dm}^{-3}$

Postupak**1. KORAK Redukcija željeza**

U Erlenmeyerovu tikvicu od 250 cm³ otpipetira se 20 cm³ uzorka, doda se 10 cm³ HCl (1:1) i otopina se zagrije skoro do vrenja. Vrućoj otopini se dodaje kap po kap otopina SnCl_2 dok otopina postane bezbojna, a zatim još jedna kap SnCl_2 u suvišku. U ohlađenu otopinu doda se u mlazu 10 cm³ 5 %-tne otopine HgCl_2 . Nastaje bijeli svilenasti talog Hg_2Cl_2 . Ako je talog siv ili izostane, otopina se baci i postupak se ponovi s alikvotnim dijelom uzorka.

Reakcija:**2. KORAK Titracija**

U čašu od 600 cm³ stavi se 100 cm³ H₂O i doda 10 cm³ otopine prema Zimmermann-Reinhardt-u. Toj otopini doda se 1-2 kapi c(KMnO₄) = 0,01 mol dm⁻³, odnosno toliko da se otopina oboji slabo ružičasto. Zatim se u tu čašu kvantitativno prenese reducirana otopina željeza i titrira standardnom otopinom c(KMnO₄) = 0,01 mol dm⁻³ do slabo ružičaste boje, koja se zadrži najmanje 30 sekundi.

Reakcija:

$$n(\text{Fe}^{2+}) = 5n(\text{KMnO}_4)$$

Potrebno je odrediti masu željeza u 25 cm³.

VJEŽBA 4. REDOKS TITRACIJE – Metode redukcije analita

a) PRIPREMA STANDARDNE OTOPINE $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$

Pribor

Tamna staklena boca od 1 dm^3

Erlenmeyerova tikvica od 250 cm^3

Menzura od 25 cm^3

Odmjerna tikvica od 1000 cm^3

Pipeta od 20 cm^3

Bireta od 50 cm^3

Reagensi

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}$ p.a.

Standardna otopina $c(\text{KMnO}_4) \approx 0,01 \text{ mol dm}^{-3}$

Otopina sumporne kiseline, $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 20 \%$

Otopina kalijeva jodida, $w(\text{KI}) = 5 \%$

Otopina škroba $w = 0,2 \%$

Postupak

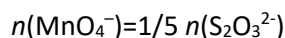
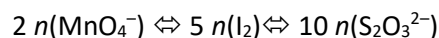
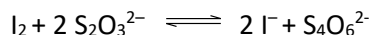
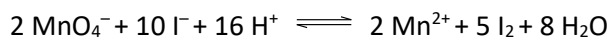
Priprema otopine približne koncentracije

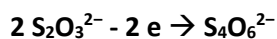
Odvagne se $6,2 \text{ g Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}$ i otopi u 500 cm^3 prokuhane i ohlađene destilirane vode. Otopini se doda približno $0,1 \text{ g Na}_2\text{CO}_3$, a zatim se prelije u tamnu staklenu bocu i pusti stajati 10 dana i nakon toga se standardizira.

Standardiziranje sa standardnom otopinom $c(\text{KMnO}_4) = 0,01 \text{ mol dm}^{-3}$

U Erlenmeyer tikvicu od 250 cm^3 otpipetira se $20,0 \text{ cm}^3$ standardne otopine kalijeva permanganata $c(\text{KMnO}_4) = 0,01 \text{ mol dm}^{-3}$, doda se 10 cm^3 otopine sumporne kiseline $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 20 \%$ i 10 cm^3 otopine kalijeva jodida $w(\text{KI}) = 5 \%$. Titrira se otopinom $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dok otopina ne postane svijetlo žuta. Zatim se doda $2\text{-}3 \text{ cm}^3$ otopine škroba i tirira dalje dok otopina ne postane bezbojna.

Reakcije:

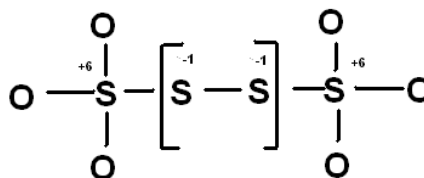




tiosulfat tetracionat

naboj: S^{+6} i S^{-2} S^{+6} i S^{-1}

Samo elementarni jod oksidira S^{2-} do S^{1-} !



b) JODOMETRIJSKO ODREĐIVANJE BAKRA

Pribor

Erlenmeyerova tikvica od 250 cm³

Pipeta od 20 cm³

Bireta od 50 cm³

Menzura od 25 cm³

Reagensi

Standardna otopina natrijeva tiosulfata, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$

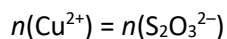
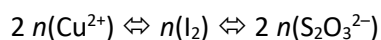
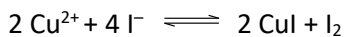
Otopina kalijeve jodida, $w(\text{KI}) = 5 \%$

Otopina škroba, $w = 0,2 \%$

Postupak

U Erlenmeyerovu tikvicu od 250 cm³ otpipetira se 20,0 cm³ uzorka, doda 15 cm³ otopine kalijeve jodida, $w(\text{KI})=5 \%$ i titrira standardnom otopinom $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$ do svijetlo žute boje otopine. Nakon toga doda se 2-3 cm³ otopine škroba, što rezultira stvaranjem plavog obojenja, a titracija se nastavlja do nestanka plave boje. Otopina mora ostati bezbojna najmanje 30 sekundi.

Reakcije:



Treba odrediti masu bakra u 25 cm³ otopine.

VJEŽBA 4. TALOŽNE TITRACIJE

a) PRIPREMA STANDARDNE OTOPINE $c(\text{AgNO}_3) = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$

Pribor

Tamna boca sa staklenim čepom od 500 cm³

Odmjerna tikvica od 500 cm³

Odmjerna tikvica od 100 cm³

Lijevak

Lađica za vaganje

Posudica za vaganje

Porculanski lončić

Erlenmeyerova tikvica od 250 cm³

Bireta od 50 cm³

Pipeta od 20 cm³



Reagensi

AgNO₃ p.a.

NaCl p.a.

Otopina kalijeva kromata, w (K₂CrO₄)=5 %

Postupak

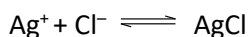
Priprema otopine približne koncentracije

Odvagne se oko 4,3 g AgNO₃ i otopi u 500 cm³ destilirane vode. Otopina se čuva u tamnoj boci.

Standardiziranje s NaCl prema Mohrovoj metodi

Standardiziranje se izvodi s NaCl p.a. koji je prethodno usitnjen i izaren na 500°C do konstantne mase. Odvagne se oko 0,3 g NaCl na 0,2 mg točno i otopi u odmjernoj tikvici od 100 cm³. Otpipetira se 20,0 cm³ ove otopine u Erlenmeyerovu tikvicu od 250 cm³, doda se 1 cm³ otopine K₂CrO₄ i titrira se otopinom AgNO₃ čija se točna koncentracija određuje uz neprestano mućkanje, dok talog ne postane stalno slabo crveno-smeđe boje.

Reakcija:



$$n(\text{Ag}^+) = n(\text{Cl}^-)$$

b) ODREĐIVANJE KLORIDA PREMA FAJANSOVOJ METODI

Pribor

Bireta od 50 cm³

Pipeta od 20 cm³

Erlenmeyerova tikvica od 250 cm³

Reagensi

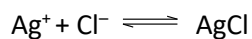
Standardna otopina $c(\text{AgNO}_3) \approx 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$

Otopina diklorfluoresceina $w(\text{Dkf}) = 0,2 \%$ otopina u etanolu $\varphi(\text{EtOH})=70 \%$

Postupak

U Erlenmeyerovu tikvicu od 250 cm³ otpipetira se 20,0 cm³ uzorka, doda 5 kapi otopine diklorfluoresceina i titrira sa standardnom otopinom AgNO_3 dok se talog ne oboji u ružičasto.

Reakcija:



$$n(\text{Ag}^+) = n(\text{Cl}^-)$$

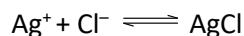
Treba odrediti masu klorida u 25 cm³ otopine.

c) ODREĐIVANJE KLORIDA U VODOVODNOJ VODI MOHROVOM METODOM

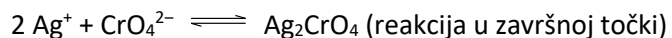
Postupak

- pipetirati u Erlenmayerovu tikvicu 20,0 cm³ uzorka vode (pH 6,5-7,5)
- dodati nekoliko kapi K_2CrO_4 (0,1 M)
- titrirati standardnom otopinom AgNO_3 ($c = 0,05 \text{ M}$ u H_2O di.) do pojave narančastosmeđeg taloga
- izračunati sadržaj klorida u analiziranom uzorku

Reakcija:



$$n(\text{Ag}^+) = n(\text{Cl}^-)$$



d) PRIPREMA STANDARDNE OTOPINE $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$

Pribor

Boca od 500 cm^3

Erlenmeyer tikvica od 250 cm^3

Bireta od 50 cm^3

Pipeta od 20 cm^3

Reagensi

NH_4SCN p.a.

Standardna otopina $c(\text{AgNO}_3) \approx 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$

Zasićena otopina $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$

Otopina HNO_3 (u volumnom omjeru $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}=1:2$)

Postupak

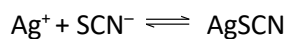
Priprema otopine približne koncentracije

Odvagne se $2,0 \text{ g}$ NH_4SCN i otopi u 500 cm^3 destilirane vode.

Standardiziranje standardnom otopinom $c(\text{AgNO}_3) = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$

Otpipetira se $20,0 \text{ cm}^3$ standardne otopine AgNO_3 u Erlenmeyerovu tikvicu od 250 cm^3 , doda se 5 cm^3 HNO_3 (1:2) i 1 cm^3 zasićene otopine $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$. Titrira se sa otopinom NH_4SCN čija se točna koncentracija određuje do promjene boje otopine u slabo crvenkasto smeđu, koja se ne gubi ni nakon nekoliko minuta snažnog mućkanja.

Reakcija:



$$n(\text{Ag}^+) = n(\text{SCN}^-)$$

e) ODREĐIVANJE BROMIDA PREMA VOLHARDOVOJ METODI

Pribor

Bireta od 50 cm^3

Pipeta od 20 cm^3

Kapalica

Erlenmeyerova tikvica od 250 cm^3

Reagensi

Standardna otopina $c(\text{AgNO}_3) = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$

Standardna otopina $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$

Zasićena otopina $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$

Otopina HNO_3 (u volumnom omjeru $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O} = 1 : 2$)

Postupak

U Erlenmeyerovu tikvicu od 250 cm^3 otpipetira se $20,0 \text{ cm}^3$ uzorka i doda iz birete $25,00$ standardne otopine $c(\text{AgNO}_3) = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$. Zatim se doda $5 \text{ cm}^3 \text{ HNO}_3 (1:2)$, dobro se promućka i kada se talog koagulira doda se 1 cm^3 otopine $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$, te se suvišak AgNO_3 retitrira sa standardnom otopinom $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$ do promjene boje otopine u slabo crvenkasto-smeđu koja se ne gubi ni nakon nekoliko minuta snažnog mućkanja.

Reakcije: Taloženje otopinom AgNO_3	Retitracija suviška Ag^+
$\text{Ag}^+ + \text{Br}^- \leftrightarrow \text{AgBr}$	$\text{Ag}^+ + \text{SCN}^- \leftrightarrow \text{AgSCN}$
$n(\text{Ag}^+) = n(\text{Cl}^-)$	$n(\text{Ag}^+) = n(\text{SCN}^-)$

Treba odrediti masu bromida koju sadrži 25 cm^3 analizirane otopine.

Račun

$$n(\text{AgNO}_3 \text{ dodano}) = c(\text{AgNO}_3) \cdot V(\text{AgNO}_3)$$

$$n(\text{AgNO}_3 \text{ suvišak}) = n(\text{NH}_4\text{SCN}) = c(\text{NH}_4\text{SCN}) \cdot V(\text{NH}_4\text{SCN})$$

$$n(\text{Br}) = n(\text{AgNO}_3 \text{ dodano}) - n(\text{AgNO}_3 \text{ suvišak})$$

$$m(\text{Br}) = n(\text{Br}) \times M_r(\text{Br}) \times 25$$

$$m(\text{Br}) = \frac{n(\text{Br}) \times M_r(\text{Br}) \times 25}{20}$$

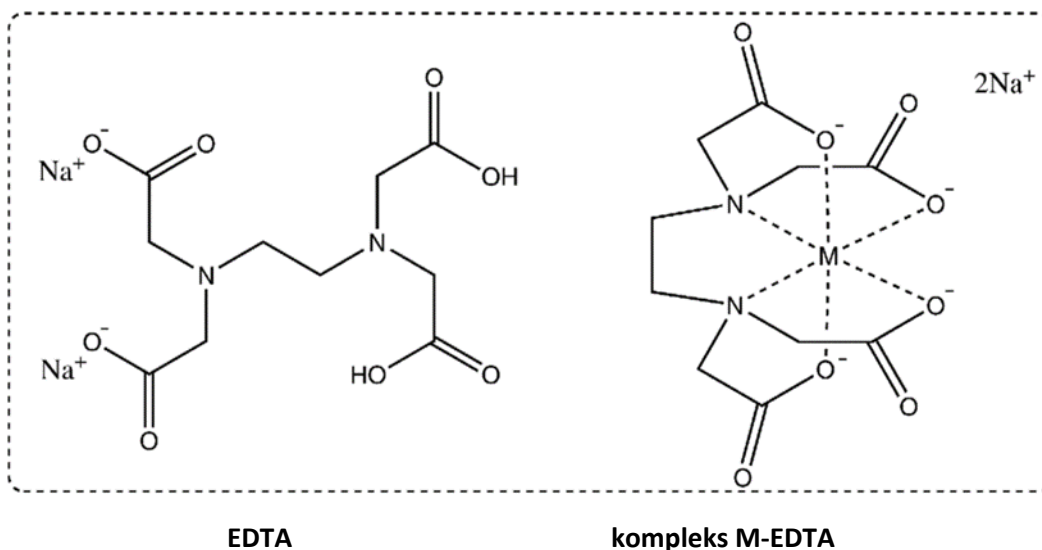
VJEŽBA 5. KOMPLEKSOMETRIJSKE TITRACIJE

a) PRIPREMA STANDARDNE OTOPINE $c(\text{EDTA}) = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$

Dinatrijeva sol etilendiamintetraoctene kiseline ili *kompleksal III*, ako je *p.a.* čistoće, može se upotrijebiti kao primarni standard. Nakon sušenja na $80 \text{ }^\circ\text{C}$ do konstantne mase sastav tvari odgovara bruto formuli $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Sušenjem između 120 i $140 \text{ }^\circ\text{C}$ spoj gubi kristalnu vodu i dobije se u bezvodnom stanju.

Koncentracija otopine EDTA može se odrediti i standardiziranjem. Za standardiziranje obično se upotrebljavaju približno neutralne otopine cinkova ili magnezijeva sulfata i magnezijeva ili manganova klorida.

Za pripremu standardne otopine treba upotrijebiti redestiliranu ili deioniziranu vodu koja ne sadrži tragove kationa teških metala. Standardnu otopinu EDTA treba čuvati u bocama od *pyrex* stakla, a razrijeđene otopine u polietilenskim bocama.



Pribor

Odmjerna tikvica od 500 cm^3

Erlenmeyerova tikvica od 250 cm^3

Lijevak

Pipeta od 20 cm^3

Bireta od 50 cm^3

Reagensi

Dinatrijeva sol etilendiamintetraoctene kiseline – $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \times 2\text{H}_2\text{O}$ p.a.

Standardna otopina $c(\text{ZnSO}_4) = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$

Indikator eriokrom crno T (čvrsta smjesa indikatora i NaCl u omjeru 1:200)

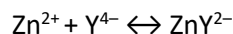
Priprema otopine – EDTA kao primarni standard

Odvagne se oko 9 g *kompleksala III* p.a. čistoće, osušenog na 80°C do konstantne mase na 0,2 mg točno i otopi u odmjernoj tikvici od $500,0 \text{ cm}^3$ u destiliranoj vodi. Koncentracija otopine izračuna se iz odvage i volumena otopine.

Priprema otopine približne koncentracije i standardiziranje otopinom cinka

Priredi se otopina EDTA koncentracije približno $0,05 \text{ mol dm}^{-3}$ otapanjem oko 9 g *kompleksala III* u 500 cm^3 redestilirane vode. Otopina se zatim standardizira sa standardnom otopinom cinka.

U Erlenmeyerovu tikvicu od 250 cm^3 otpipetira se ili doda iz birete $20,00 \text{ cm}^3$ standardne otopine cinka $c(\text{ZnSO}_4) = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$ (neutralna otopina cinkova sulfata). Otopini se doda 10 cm^3 pufer otopine pH = 10 i na vrhu spatule indikatora (eriokrom crno T + NaCl) te se titrira otopinom EDTA do promjene boje otopine od crvenoljubičaste do plave. Točna koncentracija otopine EDTA izračuna se iz volumena EDTA, te volumena i koncentracije otopine cinka.



$$n(\text{Zn}) = n(\text{EDTA})$$

b) ODREĐIVANJE SMJESE KALCIJA I MAGNEZIJA KOMPLEKSOMETRIJSKOM TITRACIJOM S EDTA

Pribor

Odmjerna tikvica od 100 cm^3

Erlenmeyerova tikvica od 250 cm^3

Pipeta od 20 cm^3

Reagensi

Standardna otopina $c(\text{EDTA}) = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$

Otopina natrijeva hidroksida, $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol dm}^{-3}$

Pufer-otopina pH=10

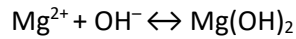
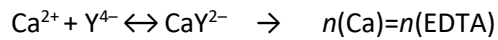
Indikator- eriokrom crno T (kruta smjesa indikatora i NaCl u omjeru 1:200)

Otopina indikatora kalcon karboksilna kiselina $w = 0,4\%$ otopina u metanolu



Određivanje kalcija

Otpipetira se 20,0 cm³ otopine uzorka razrijedi se s oko 20 cm³ destilirane vode, doda NaOH do pH=12 (oko 10 cm³ otopine natrijeva hidroksida $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol dm}^{-3}$) pri čemu dolazi do taloženja magnezija što ne smeta određivanju kalcija. Nakon dodatka 5 kapi indikatora kalcon karboksilne kiseline, otopina se titrira standardnom otopinom $c(\text{EDTA}) = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$ uz snažno miješanje do promjene boje otopine od crvenoljubičaste u kobaltnoplavu koja se ne gubi nakon miješanja. Utrošak EDTA odgovara sadržaju kalcija.

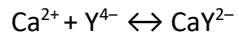


$$K_{\text{sol}} \{\text{Mg}(\text{OH})_2\} = 1,8 \times 10^{-11}; K_{\text{sol}} \{\text{Ca}(\text{OH})_2\} = 5,5 \times 10^{-5}$$

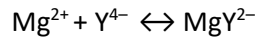
$$n_1(\text{EDTA}) = n(\text{Ca}^{2+}) = V_1(\text{EDTA}) \times c(\text{EDTA})$$

Određivanje ukupne količine kalcija i magnezija

Otpipetira se 20,0 cm³ otopine uzorka, razrijedi se s oko 20 cm³ destilirane vode, doda 10 cm³ otopine pufera pH=10 te oko 0,1 g (na vrhu spatule) indikatora eriokrom crno T. Titrira se standardnom otopinom $c(\text{EDTA}) = 0,05 \text{ mol dm}^{-3}$ do promjene boje od ljubičastocrvene do plave. Utrošak EDTA odgovara ukupnoj količini kalcija i magnezija.



$$n(\text{Ca}) = n(\text{EDTA})$$



$$n(\text{Mg}) = n(\text{EDTA})$$

$$n_2(\text{EDTA}) \text{ za } \{n(\text{Mg}^{2+}) + n(\text{Ca}^{2+})\} = V_2(\text{EDTA}) \times c(\text{EDTA})$$

$$n(\text{Mg}^{2+}) = n_2 - n_1$$

Treba odrediti masu kalcija i masu magnezija u 25 cm³ otopine.

c) ODREĐIVANJE UKUPNE TVRDOĆE PRIRODNE VODE KOMPLEKSOMETRIJSKOM TITRACIJOM S EDTA

Tvrdoća vode definirana je kao zbroj masenih koncentracija kalcijevih i magnezijevih soli. Pojam tvrdoća vode obuhvaća tri podpojma: ukupnu, karbonatnu i stalnu tvrdoću vode.

Ukupnu tvrdoću čine sve soli kalcija i magnezija (stroncija, mangana, željeza i aluminija).

Karbonatnu ili prolaznu tvrdoću čine kalcijevi i magnezijevi karbonati i hidrogenkarbonati. Naziv prolazna tvrdoća proizlazi iz činjenice da se takova tvrdoća može ukloniti prokuhavanjem vode.

Nekarbonatnu ili stalnu tvrdoću u pristustvu navedenih kationa uvjetuju sulfati, kloridi, nitrati, a u manjoj mjeri borati, jodidi i ostali anioni. Stalna tvrdoća vode je razlika ukupne i karbonatne tvrdoće. Ova se tvrdoća ne može ukloniti iskuhavanjem vode.

Tvrdoća vode izražava se u stupnjevima:

- njemački 1 stupanj = 10 mg CaO/ L
- francuski 1 stupanj = 10 mg CaCO₃/ L
- engleski 1 stupanj = 10 mg CaCO₃/ 700 cm³

U svim slučajevima ukupna količina kalcija i magnezija izražava se putem ekvivalente količine kalcija. U nas su najviše u uporabi njemački stupnjevi tvrdoće.

Postupak

U Erlenmayerovu tikvicu pipetirajte 20,0 cm³ otopine uzorka i dodajte 20 cm³ vode. Ako je otopina uzorka jako kisela, potrebno ju je neutralizirati otopinom NaOH (univerzalni indikator papir). U tikvicu dodajte 10 cm³ amonijačnog pufera pH 10 i oko 0,1 g (na vrhu spatule) indikatora eriokrom crnila T.

Otopinu titrirajte s 0,05 M EDTA do promjene boje otopine iz ljubičastocrvene u plavu.

Utrošak odgovara zbroju kalcija i magnezija u uzorku.

Izračunajte ukupnu količinu kalcija i magnezija u uzorku.

Izrazite ukupnu tvrdoću vode u njemačkim, engleskim i francuskim stupnjevima.

VJEŽBA 6. SPEKTROFOTOMETRIJA

a) Spektrofotometrijsko određivanje fosfata

Fosfor i dušik su osnovni hranidbeni sastojci za biljke i životinje. Prirodne vode sadrže fosfor u vrlo niskim koncentracijama (tragovima). Povećanje sadržaja fosfora u vodi može prouzročiti niz neželjenih zbivanja, uključujući ubrzani rast biljaka, cvjetanje alga, sniženje sadržaja otopljenog kisika, te pomor nekih riba i ostalih vrsta koje obitavaju u vodama. Mnogi su izvori fosfora, prirodni i oni koji su rezultat ljudskog djelovanja. Tu su uključeni tlo i stijene, industrijske otpadne vode, otpadne vode iz kućanstva, odvodi gnojenih uzgojnih površina i slično. Fosfor se u prirodi obično pojavljuje u obliku fosfatnih specija, a postoji u obliku anorganskih i organskih fosfata. U okolišu fosfor mijenja kemijski oblik tijekom svog prirodnog ciklusa.

Fosfati se u vodi najčešće određuju osjetljivom spektrofotometrijskom metodom, nakon nastajanja fosformolibdenskog modrila. Metoda se temelji na reakciji ortofosfatnog iona s amonijevim molibdatom pri čemu nastaju žuto obojene soli heteropolikiselina, koje redukcijom pomoću pogodnih reducensa prelaze u plavo obojene produkte nedefiniranog sastava, tzv. fosformolibdensko modrilo.

Na intenzitet obojenja utječe niz čimbenika, primjerice priroda reducensa, kiselost otopine, koncentracija molibdata, koncentracija reducensa, temperatura reakcijske smjese, vrijeme razvijanja boje, i slično. Međutim, ako se određivanje provodi pod strogo kontroliranim uvjetima, dobivaju se vrlo precizni i točni rezultati.

Heteropolimolibdati nastaju kada otopina molibdata sadrži neki drugi oksoanion (na pr. PO_4^{3-}).

Tada nastaje anion općenite formule: $(X^{n+}Mo_{12}O_{40})^{(8-n)-}$.

Općenito:



Redukcijom heteropolimolibdata nastaje fosformolibdensko modrilo:



Ovom se općenitom metodom fosfor može određivati i u drugim vrstama uzoraka.

Određivanje sadržaja fosfora u uzorcima umjetnih gnojiva

OTOPINE

- standardna otopina fosfata ($\gamma = 0,01 \text{ mg P / cm}^3$)
- standardna otopina amonijeva molibdata: 10 g; $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \times 4\text{H}_2\text{O} / 500 \text{ cm}^3$
- otopina kalijevog antimonitartarata: 0,35 g; $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \times 0,5\text{H}_2\text{O} / 100 \text{ cm}^3$
- askorbinska kiselina ($w = 10 \%$; svježe pripravljena)

Standardne otopine treba pripremiti prema priloženoj Tablici.

Pipetira se u odmjerne tikvice od 50 cm^3 (otopine treba nadopuniti do oznake destiliranom vodom).

Otopina	V(H ₂ O, dest.) / cm ³	V(fosfata) / cm ³	V(amon. molibdat) / cm ³	V(K-SbO-tartarat) / cm ³	V(askorb. kiselina) / cm ³	A _{λ max.}
“slijepi” uz.	25	0	5,00	5,00	5,00	
1	25	1,0	5,00	5,00	5,00	
2	25	2,0	5,00	5,00	5,00	
3	25	3,0	5,00	5,00	5,00	
4	25	4,0	5,00	5,00	5,00	
5	25	5,0	5,00	5,00	5,00	
UZORAK	25	1,0-3,0	5,00	5,00	5,00	

Pripravljene standardne otopine ostaviti stajati na sobnoj temperaturi približno 10 minuta (razvijanje boje!)

Priprava uzorka umjetnog gnojiva:

- izvagati na analitičkoj vagi 10 mg uzorka umjetnog gnojiva
- prenjeti u Erlenmayerovu tikvicu i miješanjem otopiti u 50,00 cm³ dest. vode
- filtrirati
- filtrat pipetirati prema tablici
- mjernu otopinu uzorka, isto kao i standardne otopine, ostaviti stajati sa sobnoj temperaturi približno 10 minuta.

Svim pripremljenim standardnim otopinama i otopinama uzorka potrebno je snimiti UV/VIS apsorpcijske spektre prema "slijepom" uzorku i očitati vrijednosti apsorbancije u apsorpcijskom maksimumu (pri 710 nm i pri 885 nm).

Obrada rezultata:

- nacrtati baždarni dijagram(ovisnost $A_{\lambda_{max}}$ o koncentraciji $\gamma(P)$)
- odrediti sadržaj fosfata u ishodnom uzorku i izraziti ga kao maseni udio:
 - % PO_4^{3-}
 - % P
 - % P_2O_5

VJEŽBA 7. INFRACRVENA (IR) SPEKTROSKOPIJA

ODREĐIVANJE ACETILSALICILNE KISELINE U TABLETAMA INFRACRVENOM SPEKTROKOPIJOM

Aspirin je najčešće korišteni farmaceutski pripravak koji je prisutan u svakoj kućnoj ljekarni. Svaka tableta aspirina sadrži acetilsalicilnu kiselinu koju povezuje inertna tvar, najčešće škrob. Osim analgetskog i antipiretičkog djelovanja, aspirin smanjuje rizik od srčanog udara i raka debelog crijeva. Neke osobe su alergične na acetilsalicilnu kiselinu pa moraju rabiti druge antipiretike i analgetike.

U starom vijeku je žvakanje lišća i kore vrbe bio uobičajeni postupak za snižavanje tjelesne temperature. U srednjem vijeku (400.-1400.) su bol ublažavali napitcima pripravljenim od kore i lišća vrbe. Engleski svećenik Edward Stone pripremio je 1763. ekstrakt iz vrbine kore koji snižuje temperature.

1898. Fridrich Bayer je iz vrbinog drveta ekstrahirao salicilnu kiselinu, tvar neugodnog okusa i nadražujućeg djelovanja koja ima analgetičko i antipiretičko djelovanje. Felix Hoffmann 1899. je sintetizirao acetyl salicilnu kiselinu koja se od 1900. prodaje u tabletama pod trgovačkim imenom aspirin.

KVALITATIVNO ODREĐIVANJE

Pribor i kemikalije:

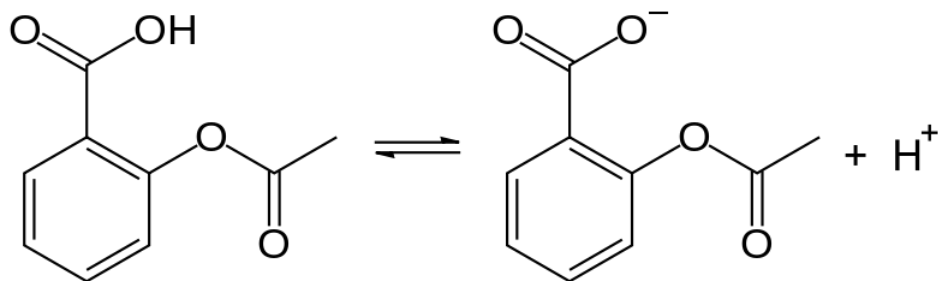
Pribor za izradu KBr pastila

IR spektrometar

Tarionik

Acetilsalicilna kiselina

Tabletirani farmaceutski pripravak koji sadrži acetilsalicilnu kiselinu (Andol, Aspirin, itd.)



Acetilsalicilna kiselina

Acetilsalicilatni ion



KVALITATIVNO ODREĐIVANJE

Pribor i kemikalije:

Pribor za izradu KBr pastila

IR spektrometar

Tarionik

Acetilsalicilna kiselina



Tabletirani farmaceutski pripravak koji sadrži acetilsalicilnu kiselinu (Andol, Aspirin, itd.)

Postupak:

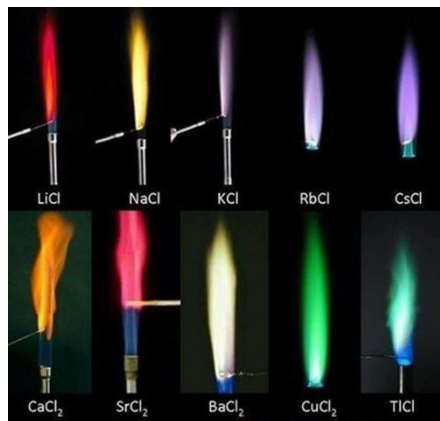
Uzorak tablete se usitni u tarioniku i pripremi se KBr pastila te se snimi infracrveni spektar. Dobiveni spektar uspoređuje se sa infracrvenim spektrom čiste acetilsalicilne kiseline. Na temelju tih spektara potrebno je asignirati najvažnije vrpce acetilsalicilne kiseline te predložiti koja je vrpca najpogodnija za kvantitativno određivanje acetilsalicilne kiseline u farmaceutskim pripravcima infracrvenom spektroskopijom.

VJEŽBA 8. PLAMENA FOTOMETRIJA

Atomska emisijska spektroskopija koja primjenjuje plamen, a naziva se plamenom emisijskom spektroskopijom ili plamenom fotometrijom, vrlo se široko primjenjuje u elementnoj analizi. Najvažnija joj je primjena u određivanju natrija, kalija, litija i kalcija, posebice u biološkim tekućinama i tkivima. Zbog svoje prikladnosti, brzine i relativno malih interferencija, postala je metodom odabira za te elemente, koje je inače teško odrediti. Plamenom se fotometrijom mogu određivati i drugi elementi.

Analitičke tehnike za plamenu emisijsku spektroskopiju uključuju primjenu kako metode baždarne krivulje, tako i metode dodatka standarda. Nadalje, mogu se upotrijebiti i unutrašnji standardi za kompenzaciju varijabla plamena.

Jednostavni filtarski fotometri vrlo su prikladni za rutinska određivanja navedenih elemenata. Za uklanjanje pobude većine drugih metala primjenjuje se niskotemperaturni plamen. Kao posljedica toga, spektri su jednostavni, a interferencijski filtri se mogu upotrijebiti za izdvajanje željene emisijske linije.



Određivanje sadržaja kalija u uzorcima umjetnih gnojiva plamenom fotometrijom

Pribor

plameni fotometar

odmjerene tikvice od 50 cm³

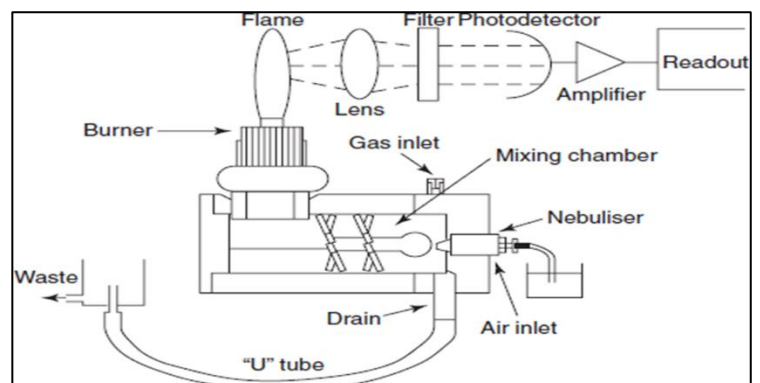
odmjerene tikvice od 10 cm³

čaše od 10 cm³ (10 kom)

pipeta graduirana od 10 cm³

pipeta graduirana od 2 cm³

kapalice



Kemikalije

granulirana ili usitnjena umjetna gnojiva NPK

ishodna otopina KCl koncentracije $\gamma = 100 \mu\text{g cm}^{-3}$ ($w=100 \text{ ppm}$)

deionizirana voda

Kalibracijske otopine

U tikvice od 10 cm^3 pipetirati određeni volumen otopine kalijeve soli koncentracije $\gamma = 100 \mu\text{g cm}^{-3}$ ($w = 100 \text{ ppm}$) (vidi tablicu) i nadopuniti deioniziranom vodom.

<u>Otopine</u>	V / cm^{-3}	$\gamma / \mu\text{g cm}^{-3}$	I / counts
<u>1</u>	0	0	
<u>2</u>	0,2	2	
<u>3</u>	0,4	4	
<u>4</u>	0,6	6	
<u>5</u>	0,8	8	
<u>6</u>	1	10	
<u>Uzorak</u>	Mjerna otopina uzorka		

Priprava uzorka umjetnog gnojiva:

- izvagati na analitičkoj vagi 10 mg uzorka umjetnog gnojiva
- prenijeti u odmjernu tikvicu od $50,0 \text{ cm}^3$ i postupno miješanjem otopiti u deioniziranoj vodi, nadopuniti do oznake
- filtrirati
- pipetirati 5 cm^3 filtrata u odmjernu tikvicu od 50 cm^3 (mjerna otopina uzorka)

Mjerenje emisijskog signala pomoću plamenog fotometra:

- uključiti plameni fotometar sukladno pravilima propisanim u «Uputama»
- ugoditi očitavanje prema slijepom uzorku (otopina s istom matricom, ali bez analita – najčešće deionizirana voda)
- aspirirati otopinu standarda najviše dopuštene koncentracije («top-standard») i ugoditi odziv na 100 jedinica ili koristeći se decimalnim mjestima (1.0 V odgovara očitavanju 100)
- *najviše dopuštene koncentracije: Na 10 ppm; K 10 ppm; Ca 100 ppm; Li 100 ppm; Ba 300 ppm*
- provjeriti očitavanje «slijepog uzorka» i «top-standarda»
- aspirirati pripravljene standardne otopine u nizu rastućih koncentracija i očitati vrijednost stabilnog signala
- aspirirati otopinu uzorka nepoznate koncentracije i očitati vrijednost stabilnog signala
- isključiti plameni fotometar sukladno pravilima propisanim u «Uputama»

PRIKAZ REZULTATA:

- nacrtati baždarni dijagram (grafički prikaz očitavanja, intenziteta, prema koncentraciji standardnih otopina),
- odrediti koncentraciju analita u uzorku interpolacijom vrijednosti očitavanja na kalibracijskoj krivulji.

Literaturna vrela

1. D. A. Skoog, D. M. West, F. J. Holler, *Osnove analitičke kemije*, Školska knjiga, Zagreb, 1999.
2. I. Eškinja, Z. Šoljić, *Kvalitativna anorganska kemijska analiza*, Sveučilišna naklada Liber, Zagreb, 1984.
3. M. Široki, *Laboratorijske vježbe iz analitičke kemije*, interna skripta Zavoda za analitičku kemiju PMF-a, Zagreb,
4. D. A. Skoog, F. J. Holler, Nieman, *Principles of instrumental analysis*, 5th ed., Saunders College Publishing, 1992.
5. V. Allegreti Živčić, S. Rončević, *Viši praktikum iz analitičke kemije*, interna skripta Zavoda za analitičku kemiju PMF-a, Zagreb, 2003.
6. A. Gojmerac Ivšić, *Praktikum analitičke kemije II*, (upute za rad u praktikumu za internu uporabu).
7. Nj. Radić, L. Kukoč Modun, *Uvod u analitičku kemiju*, Školska knjiga, Zagreb, 2016.