

UNIVERZA V LJUBLJANI
BIOTEHNIŠKA FAKULTETA
ODDELEK ZA ŽIVILSTVO

**Zbirka nalog in vprašanj
iz analiznih metod v živilstvu
(I. del)**

Iztok Prislan

Ljubljana, 2020

Naslov: Zbirka nalog in vprašanj iz analiznih metod v živilstvu (I. del)
Avtor: doc. dr. Iztok Prislan
Oblikovanje in računalniški prelom: doc. dr. Iztok Prislan
Naslovnica: doc. dr. Iztok Prislan
Urednik: doc. dr. Iztok Prislan
Naklada: spletni dostop
Dostopno na naslovu: <http://www.bf.uni-lj.si/knjiznice/knjiznice-bf/knjiznica-odd-za-zivilstvo/ucbeniki-v-elektronski-obliki/>

Izdala Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Jamnikarjeva 101, 1000 Ljubljana

Ljubljana, 2020

© (2020) Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta

Vse pravice pridržane. Brez predhodnega pisnega dovoljenja UL-BF so prepovedani reproduciranje, distribuiranje, dajanje v najem, predelava ali vsaka druga uporaba tega avtorskega dela ali njegovih delov v kakršnem koli obsegu ali postopku. Odstranitev tega podatka je kazniva.

Kataložni zapis o publikaciji (CIP) pripravili v Narodni in univerzitetni knjižnici v Ljubljani
COBISS.SI-ID=304233984
ISBN 978-961-6379-55-7 (pdf)

Predgovor

Pred vami je zbirka nalog in vprašanj iz analiznih metod v živilstvu, ki so jih študentje in študentke reševali v letih 2015-2019 v okviru izpitov in priprav na izpite. Zbirka je učni pripomoček, namenjen študentom 1. letnika študijskega programa Živilstvo in prehrana na UL BF in pokriva snov prve polovice predavanj pri predmetu analizne metode v živilstvu. Najlažji način, da študentje razumejo in usvojijo snov, potrebno za uspešno opravljanje izpita, je redno obiskovanje predavanj in vaj. Reševanje nalog in iskanje odgovorov na vprašanja iz te zbirke naj služi le kot pomoč pri pripravi na izpit, ne pa kot glavno gradivo. Je pa reševanje nalog zaželeno, saj študente navaja k večji samostojnosti, z iskanjem odgovorov na vprašanja pa preverjajo razumevanje učne snovi.

Želim vam veliko uspeha pri reševanju nalog.

Iztok Prislan

v Ljubljani, februar 2020

KAZALO

UVOD	1
STATISTIČNA INTERPRETACIJA REZULTATOV	2
Osnovne enačbe za statistično interpretacijo rezultatov.....	7
Osnovne tabele za statistično interpretacijo rezultatov	8
UMERITVENA KRIVULJA IN STANDARDNI DODATEK.....	9
NEVTRALIZACIJSKE IN KOMPLEKSOMETRIČNE TITRACIJE	12
OKSIDACIJSKO –REDUKCIJSKE TITRACIJE IN KONDUKTOMETRIJA	21
OBARJALNE TITRACIJE IN GRAVIMETRIJA.....	25
VIRI IN LITERATURA	28

UVOD

1. Kakšne so prednosti instrumentalnih metod pred klasičnimi kemijskimi analiznimi metodami?
Katere metode so manj obremenilne za okolje in zakaj?
2. Kaj je to delovno območje in kako ga lahko spremenimo?
3. Na kaj moramo biti pozorni pri shranjevanju vzorcev?
4. Kakšna je koncentracija K^+ ionov v vodni raztopini, ki vsebuje 75,5 ppm $K_3Fe(CN)_6$.
 $M(K_3Fe(CN)_6) = 329,2 \text{ g mol}^{-1}$
REŠITEV: $C(K^+) = 6,88 \times 10^{-4} \text{ M}$

STATISTIČNA INTERPRETACIJA REZULTATOV

1. Določiti želimo vsebnost alkohola v dveh sodih z vinom, da bi ugotovili, ali je vino istega izvora. Rezultate naše analize prikazuje spodnja tabela:

oznaka meritve	1. sod Delež alkohola v vinu [%]	2. sod Delež alkohola v vinu [%]
1	12,48	12,35
2	12,81	12,72
3	12,52	12,54
4	12,44	12,51
5	12,76	/
6	12,65	/

- a) Ali podatki kažejo na razliko med vinom v dveh sodih (pri 95 % stopnji zaupanja je $t_{\text{tab}}=2,31$)?
 REŠITEV: $t_{\text{izračunana}} < t_{\text{tabelirana}} \Rightarrow$ podatki ne kažejo na razliko v vsebnosti alkohola v obeh sodih
- a) Pred seboj imamo dva vzorca vina. t-test rezultatov, dobljenih z neko analitsko tehniko, je pokazal, da med vzorcema ni razlik. Vzorca smo analizirali še z drugo analitsko tehniko in t-test je pokazal, da sta vzorca različna. Pojasni, kako je to mogoče, če so meritve zanesljive.
 REŠITEV: imamo dve različni vrsti vin (belo in rdeče)

2. V spodnji tabeli so prikazani rezultati tehtanja 9 kovancev ameriškega centa:

št. kovanca	1	2	3	4	5	6	7	8	9
masa / g	3,067	3,049	3,039	2,514	3,048	3,079	3,094	3,109	3,102

Ali lahko s 95 % verjetnostjo zatrdimo, da znotraj niza meritev obstaja odstopajoča vrednost? Kakšna je povprečna masa kovanca ameriškega centa?

REŠITEV: Q-test: $Q_{\text{eksp}} = 0,88 > Q_{\text{tab}} = 0,493 \Rightarrow$ vrednost 2,514 odstopa
 $m(\text{povprečna}) = 3,073$ g

3. Varianca postopka, ki ga uporablja proizvajalec za določitev vsebnosti acetosalicilne kisline (ASA) v tabletah, znaša 20. Izberemo 10 tablet in v njih določimo vsebnost ASA:

št. tablete	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$m(\text{ASA}) / \text{mg}$	255	248	253	251	249	249	251	246	253	252

Ali lahko s 95 % verjetnostjo zatrdimo, da je z našimi meritvami in vzorčenjem vse v redu?

REŠITEV: F-test: $F_{\text{eksp}} = 2,72 < F_{\text{tab}} = 3,333 \Rightarrow$ izgleda, da sta vzorčenje in analiza bili pravilno izvedeni

4. Dve skupini študentov tehtata kovanec za 2 centa. Dobita naslednje rezultate:

1. skupina	2. skupina
$m_{\text{kovanca}} / \text{g}$	$m_{\text{kovanca}} / \text{g}$
3,109	3,040
3,125	3,033
3,119	3,044
3,126	3,018
3,121	3,026
3,120	3,025

- a) Izračunaj meje zaupanja za podatke 1. skupine pri upoštevanju 90 % stopnje zanesljivosti ($t=2,02$ za $N=6$ in 90 % stopnjo zanesljivosti). Pri zapisu rezultata ne pozabi na zaokroževanje.

REŠITEV: $CL = (3,120 \pm 0,005) \text{ g}$

- b) Katera skupina je bila bolj natančna in katera bolj točna pri meritvah, če je »prava« masa kovanca za 2 centa enaka 3,06 g?

REŠITEV: 2. skupina je bolj točna, 1. skupina je bolj natančna

5. Želimo določiti količino kositra v hrani. Tekom priprave, smo vzorce morali kuhati v vreli klorovodikovi kislini (pod reflukso). Prvo serijo vzorcev smo kuhali 30 minut, drugo pa 75 minut. Po analizi, smo dobili naslednje vsebnosti kositra v hrani:

Čas kuhanja / min	Količina kositra v vzorcu / mg kg^{-1}					
30	55	57	59	56	56	59
75	57	55	58	59	59	59

Ali je določena vsebnost kositra odvisna od časa kuhanja v vreli klorovodikovi kislini?

REŠITEV: t-test: $t_{\text{eksp}} = 0,88 < t_{\text{tab}} = 2,23 \Rightarrow$ vsebnost kositra ni odvisna od časa kuhanja

6. Po nesreči v Kemisu so inšpektorji na terenu vzeli 5 vzorcev rastlinja, da bi določili vsebnost kroma. V laboratoriju so v vsakem vzorcu določili vsebnost kroma s pomočjo dveh različnih metod. Rezultati so zbrani v spodnji tabeli:

Metoda	Povprečna vsebnost Cr / mg kg^{-1}	standardna deviacija
1	1,48	0,28
2	2,33	0,31

Ali lahko s 95 % verjetnostjo zagotovimo, da sta rezultata, dobljena iz uporabljenih metod, med seboj primerljiva?

REŠITEV: t-test: $t_{\text{eksp}} = 4,56 > t_{\text{tab}} = 2,31 \Rightarrow$ rezultata nista primerljiva

7. Iz Soče ste ulovili 3 postrvi in v njih določili naslednje količine živega srebra:

Postrv	Število vzorcev	Količina Hg / ppm					
1	3	1,80	1,58	1,64	/	/	/
2	6	2,06	1,93	2,12	2,16	1,89	1,95
3	5	2,35	2,44	2,70	2,48	2,44	/

a) S pomočjo spodnje enačbe izračunaj standardno deviacijo za podatke iz vseh treh nizov in nato izračunaj 95 % mejo zaupanja za povprečje meritev živega srebra v prvi postrvi ($t_{(N=3)} = 4,30$)

REŠITEV: $CL = 1,70 \pm 0,30$

b) Razvrsti zgornje serije meritev po natančnosti (od najbolj natančne do najmanj natančne).

REŠITEV: serija 2 je najbolj natančna, serija 3 pa najmanj natančna

8. Količino Na_2CO_3 v vzorcu določamo s pomočjo nevtralizacijske titracije. Dva analitika dobita naslednje rezultate:

	w/w (Na_2CO_3) / %					
Analitik A	86,82	87,04	86,93	87,01	86,20	87,00
Analitik B	81,01	86,15	81,73	83,19	80,27	83,94

Ali lahko s 95 % gotovostjo zatrdite, da sta niza rezultatov med seboj primerljiva ali pa med njima obstaja statistično pomembna razlika?

REŠITEV: t-test: $t_{eksp} = 4,615 > t_{tab} = 2,23 \Rightarrow$ niza nista primerljiva

9. Upravnika dveh trgovin se prepirata, kateri je bolj optimalno razvrstil prodajne police. Vsak od njiju vpraša nekaj strank, koliko denarja so zapravile za stvari, ki jih pred vstopom v trgovino niso imele namena kupiti (impulzivni nakup). Spodnja tabela prikazuje odgovore strank v prvi in drugi trgovini.

	Znesek / EUR						
Trgovina 1	15,80	17,70	10,60	15,80	13,50		
Trgovina 2	15,20	18,20	15,40	21,90	12,90	13,70	18,40

Ali lahko s 95 % gotovostjo zatrdite, da je razporeditev prodajnih polic vplivala na količino zapravljenega denarja za impulzivne (nepotrebne) nakupe?

REŠITEV: $t_{eksp} = 1,058 < t_{tab} = 2,23$

10. Vsebnost maščobe v čipsu določiš posredno s tehtanjem vzorca pred in po ekstrakciji maščobe s pomočjo superkritičnega CO₂. Dobiš naslednje podatke:

Številka vzorca	Začetna masa / g	Končna masa / g
1	1,1661	0,9253
2	1,1723	0,9252
3	1,2525	0,9850
4	1,2280	0,9562
5	1,2837	1,0119

Določi povprečno vsebnost maščobe (w/w) v čipsu in rezultat podaj s standardno deviacijo. Iz predhodnih meritev je znano, da je vsebnost maščobe v analiziranem čipsu 22,7 % (w/w). Ali lahko s 95 % gotovostjo zatrdite, da je vsebnost maščobe, dobljena na podlagi zadnjih meritev, primerljiva s predhodnimi analizami?

REŠITEV: t-test: $t_{\text{eksp}} = 5,88 > t_{\text{tab}} = 2,31 \Rightarrow$ rezultati niso primerljivi

11. Med odraslimi nad 70 let in odraslimi, ki so stari med 20 in 30 let izvedete raziskavo o srečnem življenju. Ocena 60 označuje najbolj srečno življenje, ocena 0 pa označuje najbolj nesrečno življenje. Anketa je dala naslednje rezultate:

Starejši odrasli	45	38	52	48	25	39	51
Mlajši odrasli	34	22	15	27	37	41	24

Ali lahko s 95 % verjetnostjo trdimo, da so starejši odrasli in mlajši odrasli enako srečni v življenju?

REŠITEV: $t_{\text{eksp}} = 2,6847 > t_{\text{tab}} = 2,18$

12. Za novo poljščino pričakujete donos 12,0 tone na hektar obdelane površine. Na koncu sezone preverite donos pri 10 naključno izbranih kmetijah. Rezultati so zbrani v tabeli:

Kmetija	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Donos [t/ha]	14,3	12,6	13,7	10,9	13,7	12,0	11,4	12,0	12,6	13,1

Ali lahko s 95 % verjetnostjo trdimo, da so vaša pričakovanja izpolnjena?

REŠITEV: $t_{\text{eksp}} = 1,836 < t_{\text{tab}} = 2,26$

13. Raziskovalka je primerjala višino rastlin, razdeljenih v dve skupini, ki sta bili obsevani s svetlobo različnih jakosti. Njeni rezultati so prikazani v spodnji tabeli. Ali lahko s 95 % gotovostjo zaključiš, da moč svetlobe vpliva na višino rastlin?

	Višina / cm								
Šibka svetloba	49	35	43	31	40	44	49	48	33
Močna svetloba	45	40	59	58	55	50	46	53	43

REŠITEV: $t_{\text{eksp}} = 2,635 > t_{\text{tab}} = 2,12$

14. Nariši krivuljo, s katero prikažemo Gaussovo porazdelitev, označi koordinatne osi in na kratko razloži, kaj nam krivulja prikazuje. Skiciraj, kako se krivulja spreminja z večanjem in manjšanjem variance.
15. Razloži razliko med natančnostjo in točnostjo. Kaj je pokazatelj točnosti in kaj natančnosti? (NAMIG: Spomni se na napake.)
16. Predstavi en primer s proporcionalno napako in en primer s konstantno napako. Kaj je bistvena razlika med obema napakama?
17. Kako bi matematično ugotovil, ali je povezava med koncentracijo/maso ter signalom detektorja linearna? Naštej dve analitski metodi, kjer s pomočjo premice določimo koncentracijo/maso analita.
18. Kaj so to sistematične napake in kako jih lahko odpravimo?
19. Skozi dve točki narišemo premico. Kakšen je korelacijski koeficient? Razloži!

Osnovne enačbe za statistično interpretacijo rezultatov

$$g(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{x-\mu}{\sigma}\right)^2}$$

$$S_{xx} = \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2 = \sum_{i=1}^N x_i^2 - \frac{1}{N} \left(\sum_{i=1}^N x_i \right)^2$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \mu)^2}{N}}$$

$$S_{yy} = \sum_{i=1}^N (y_i - \bar{y})^2 = \sum_{i=1}^N y_i^2 - \frac{1}{N} \left(\sum_{i=1}^N y_i \right)^2$$

$$s_d = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N-1}}$$

$$\begin{aligned} S_{xy} &= \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y}) \\ &= \sum_{i=1}^N x_i y_i - \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i \sum_{i=1}^N y_i \end{aligned}$$

$$s_d = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N x_i^2 - \frac{(\sum_{i=1}^N x_i)^2}{N}}{N-1}}$$

$$k = \frac{\sum_{i=1}^N \{(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})\}}{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2} = \frac{S_{xy}}{S_{xx}}$$

$$CL(\mu) = \bar{x} \pm \frac{z\sigma}{\sqrt{N}}$$

$$\sigma_k = \sqrt{\frac{S_{yy} - k^2 S_{xx}}{(N-2)S_{xx}}}$$

$$Q_{\text{eksp}} = \frac{|x_{\text{dvomljiva}} - x_{\text{najblizja}}|}{(x_{\text{maks}} - x_{\text{min}})}$$

$$\sigma_n = \sqrt{\frac{S_{yy} - k^2 S_{xx}}{(N-2)}} \sqrt{\frac{1}{N - (\sum x_i)^2 / \sum x_i^2}}$$

$$F_{\text{eksp}} = \frac{\sigma_1^2}{\sigma_2^2} \text{ ali } F_{\text{eksp}} = \frac{s_{d1}^2}{s_{d2}^2}$$

$$r = \sqrt{\frac{S_{xy}^2}{S_{xx} S_{yy}}}$$

$$t = \frac{(\bar{x}_A - \bar{x}_B)}{s_{\text{zdruzena}}} \times \left(\frac{NM}{N+M} \right)^{1/2}$$

$$s_{\text{zdruzena}} = \left\{ \frac{[(N-1)s_A^2 + (M-1)s_B^2]}{[N+M-2]} \right\}^{1/2}$$

$$t_{\text{eksp}} = \frac{(\bar{x} - \mu)}{s_d} \times N^{1/2}$$

Osnovne tabele za statistično interpretacijo rezultatov

TABELA 1: Vrednosti Q za 95 % verjetnost

Velikost niza	4	5	6	7	8
Mejna vrednost Q	0,831	0,717	0,621	0,570	0,524

TABELA 2: Porazdelitev t za 95 % verjetnost

Prostostna stopnja	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
t (95 %)	4,30	3,18	2,78	2,57	2,45	2,36	2,31	2,26	2,23	2,20	2,18

TABELA 3: Kritične vrednosti F za 95 % verjetnost

št. meritev	števec						
imenovalec	5	6	7	8	9	10	∞
5	9,605	9,364	9,197	9,074	8,980	8,905	8,257
6	7,388	7,146	6,978	6,853	6,757	6,681	6,015
7	6,227	5,988	5,820	5,695	5,600	5,523	4,849
8	5,523	5,285	5,119	4,995	4,899	4,823	4,142
9	5,053	4,817	4,652	4,529	4,433	4,357	3,670
10	4,718	4,484	4,320	4,197	4,102	4,026	3,333
∞	2,786	2,567	2,408	2,288	2,192	2,114	1,000

UMERITVENA KRIVULJA IN STANDARDNI DODATEK

1. Tekom elektrokemijske analize raztopine z Ni^{2+} ioni, smo izmerili tok $2,36 \mu\text{A}$. Ko $25,0 \text{ ml}$ te raztopine dodamo $1,0 \text{ ml}$ $0,03 \text{ M}$ raztopine Ni^{2+} ionov, se izmerjen tok povzpne na $3,79 \mu\text{A}$.

- a) Izračunaj koncentracijo Ni^{2+} v prvotni raztopini.

REŠITEV: $c_{\text{začetna}} = 1,9 \times 10^{-3} \text{ M}$

- b) Ni^{2+} lahko določimo tudi s titracijo z EDTA. Stabilnostna konstanta kompleksa znaša $2,5 \times 10^{18}$. Kako bi določil koncentracijo Ni^{2+} ob hkratni prisotnosti Ca^{2+} ionov, ki z EDTA tvorijo kompleks, katerega stabilnostna konstanta znaša $4,5 \times 10^{10}$?

2. Sestavimo potenciometrično celico iz kalomelske in svinčeve elektrode. Napetost med referenčno in indikatorsko elektrodo se spreminja v skladu z enačbo:

$$E = K + 0,0296 \times \log[\text{Pb}^{2+}],$$

kjer je K konstanta, lastna uporabljenemu galvanskemu členu. Celico potopimo v $50,00 \text{ ml}$ vzorca in voltmeter pokaže napetost $-0,4706 \text{ V}$. Če v merjeno raztopino dodamo $5,00 \text{ ml}$ raztopine Pb^{2+} ionov ($c=0,0200 \text{ M}$), izmerjena napetost naraste na $-0,4490 \text{ V}$.

- a) Izračunaj koncentracijo svinca v vzorcu.

REŠITEV: $c(\text{Pb}^{2+}) = 0,41 \text{ mM}$

- b) Razloži, kakšna je razlika med indikatorsko in referenčno elektrodo (na splošno). Prav tako pojasni, ali bi se napetost celice spremenila, če bi npr. kalomelsko elektrodo zamenjali z drugo referenčno elektrodo?

3. Želimo določiti količino svinca, ki se izloči iz keramične posode. V posodo najprej nalijemo 4% očetno kislino in jo pustimo stati 24 ur . Z merilnim valjem odmerimo $50,0 \text{ ml}$ raztopine, jo prenesemo v merilno celico in izmerimo odziv instrumenta. Nato z merilnim valjem znova odmerimo $50,0 \text{ ml}$ raztopine iz keramične posode, ji dodamo $25 \mu\text{l}$ raztopine s koncentracijo svinca 1000 ppm , jo prenesemo v merilno celico in izmerimo odziv instrumenta. Postopek ponovimo še dvakrat, le da tokrat dodamo 50 in $75 \mu\text{l}$ raztopine s koncentracijo svinca 1000 ppm . Rezultate meritev prikazuje spodnja tabela:

$V_{\text{standardna raztopina (1000 ppm Pb}^{2+}\text{)}}$	odziv instrumenta / μA
0	2,5
25	3,7
50	4,9
75	6,0

- a) Izračunaj koncentracijo svinca v 4% očetni kislini.

REŠITEV: $C_{\text{vzorec}} = 1,074 \text{ ppm}$

- b) Razloži razliko med indikatorsko in referenčno elektrodo. Naštej vsaj dve referenčni elektrodi, ki sta pogosto v uporabi.

4. S pomočjo kombinirane ionoselektivne elektrode želite določiti koncentracijo Ca^{2+} ionov v vodi. V navodilih preberete, da se napetost kombinirane elektrode spreminja po enačbi:

$$E = E' + k \times \log[\text{Ca}^{2+}]$$

Najprej izmerite napetost kombinirane elektrode v standardnih raztopinah Ca^{2+} ionov. Dobite naslednje rezultate:

$[\text{Ca}^{2+}] / \text{M}$	$1,00 \times 10^{-5}$	$1,00 \times 10^{-4}$	$1,00 \times 10^{-3}$	$1,00 \times 10^{-2}$
E / V	-0,125	-0,093	-0,065	-0,033

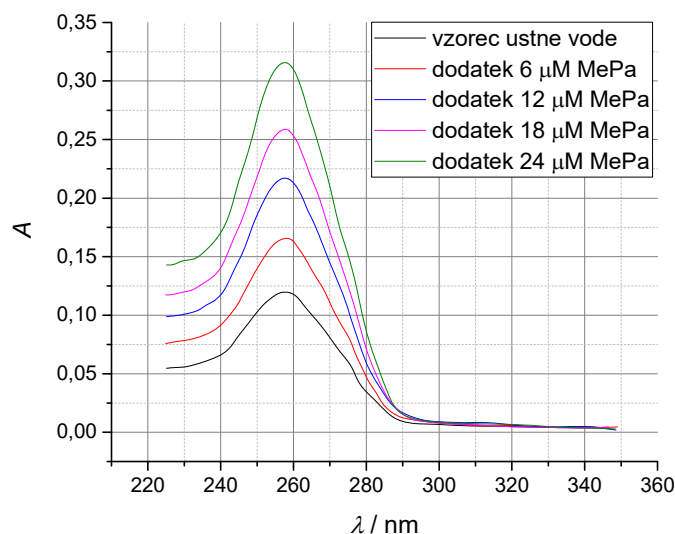
Nato izmerite napetost kombinirane elektrode v vzorcu vode. Voltmeter pokaže napetost -0,084 V.

- a) S pomočjo metode umeritvene krivulje določi neznano koncentracijo Ca^{2+} ionov v vzorcu vode (lahko uporabiš linearno regresijo ali pa rešitev pridobiš grafično).

REŠITEV: $[\text{Ca}^{2+}] = 2,17 \times 10^{-4} \text{ M}$

- b) Kaj si predstavljaš pod izrazom »kombinirana ionoselektivna elektroda«?

5. Metilparaben (MePa) je ester hidroksibenzojske kisline in se uporablja kot konzervans v kozmetičnih izdelkih ter izdelkih za osebno nego. MePa ste najprej s posebno metodo ekstrahirali iz ustne vode in ga raztopili v etanolu. Po 2 ml tako pripravljene založne raztopine ste odpipetirali v vsako od 5 kivet z volumnom 3 ml. V prvo kiveto ste odpipetirali še 1 ml etanola, v drugo kiveto 1 ml $6 \mu\text{M}$ raztopine MePa v etanolu, v tretjo kiveto 1 ml $12 \mu\text{M}$ raztopine MePa v etanolu, v četrto kiveto 1 ml $18 \mu\text{M}$ raztopine MePa v etanolu in v peto kiveto 1 ml $24 \mu\text{M}$ raztopine MePa v etanolu. S pomočjo spektrofotometra ste izmerili absorbanco vseh petih raztopin v območju od 225 do 350 nm in od spektrov odšteli absorbanco slepe raztopine. Dobljene rezultate prikazuje grafikon na desni. Izračunaj koncentracijo MePa v založni raztopini.



REŠITEV: $C (\text{MePa}) = 7,3 \mu$

6. Se(IV) v vodi določamo s pomočjo tvorbe kompleksa, ekstrakcije ter merjenja intenzitete fluorescenčne emisije pri 520 nm, pri vzbujevalni svetlobi valovne dolžine 380 nm. Kalibracijo izvedemo z dodajanjem znane količine Se(IV) v vzorce vode pred analizo. Upoštevajoč podatke v spodnji tabeli, izračunaj koncentracijo Se(IV) v vzorcu.

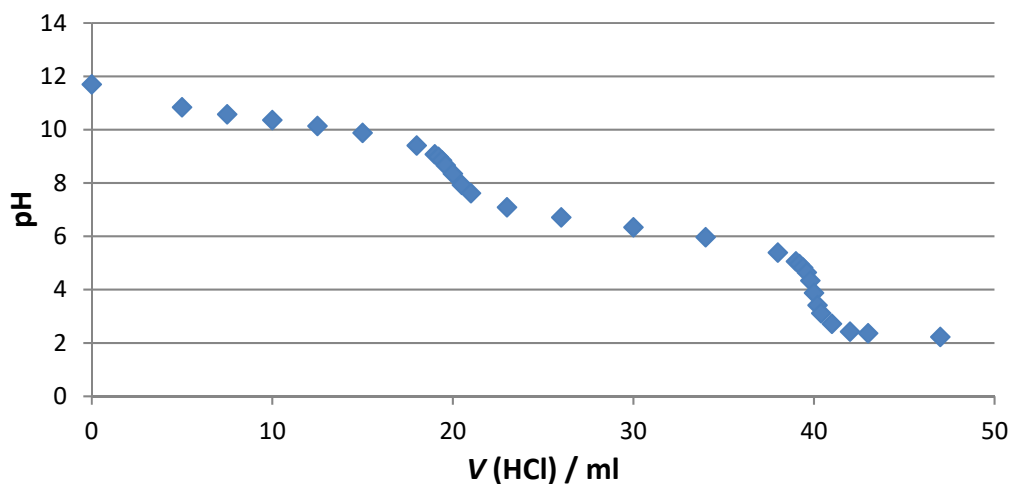
koncentracija dodanega Se(IV) v vzorcu / nM	Intenziteta emisije
0,0	323
2,0	597
4,0	862
6,0	1123

REŠITEV: $C(\text{Se(IV)}) = 2,45 \text{ nM}$

7. Razloži razliko med umeritveno krivuljo in standardnim dodatkom ter skiciraj, kako s pomočjo obeh metod določiš neznano koncentracijo analita v vzorcu.

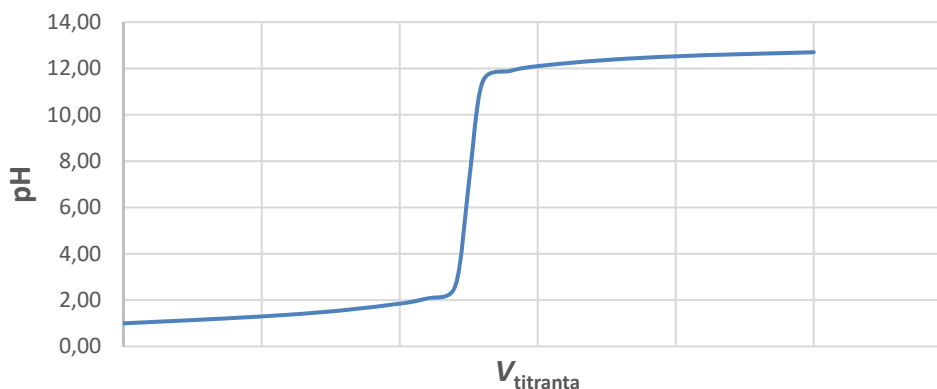
NEVTRALIZACIJSKE IN KOMPLEKSOMETRIČNE TITRACIJE

1. Zatehtamo 0,5 g neznanega vzorca, ki vsebuje med 40 % in 70 % Na_2CO_3 . Raztopimo ga v 75 ml vode in izvedemo titracijo z 0,125 M HCl. Spremljamo pH v odvisnosti od volumna dodane kisline, v vzorcu pa razen Na_2CO_3 ni snovi, ki bi vplivale na pH ali reagirale s kislino. Potek titrationske krivulje prikazuje spodnja slika:



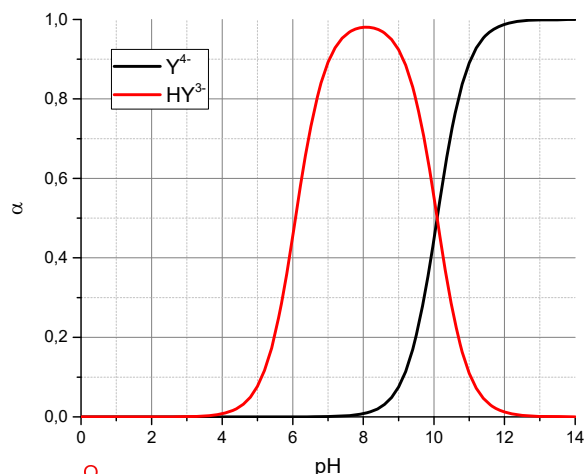
- a) Izračunaj delež Na_2CO_3 v neznanem vzorcu ($M(\text{Na}_2\text{CO}_3)=106 \text{ g mol}^{-1}$).
REŠITEV: $w(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,53$
- b) Iz grafa določi $\text{p}K_{a1}$ in $\text{p}K_{a2}$ ter s pomočjo Henderson-Hasselbalchove enačbe razloži, kaj predstavlja $\text{p}K_a$.
REŠITEV: $\text{p}K_{a1} = 10,3$ $\text{p}K_{a2} = 6,3$
- c) Na zgornji sliki skiciraj potek titrationske krivulje, če bi neznan vzorec vseboval 20 % več Na_2CO_3 .
2. Titrimo 50,0 ml kisline z 0,200 M raztopino baze. Rezultat titracije je prikazan na spodnji sliki. Območje okoli ekvivalentne točke lahko opišemo s pomočjo polinoma $\text{pH} = -0,3488V^3 + 26,155V^2 - 649,06V + 5336$.

- a) Izračunaj začetno koncentracijo kisline.
REŠITEV: $c = 0,10 \text{ M}$
- b) Določi $\text{p}K_a$ in s pomočjo Henderson-Hasselbalchove enačbe razloži, kako je definiran.
REŠITEV: $\text{p}K_a \approx 1,3$

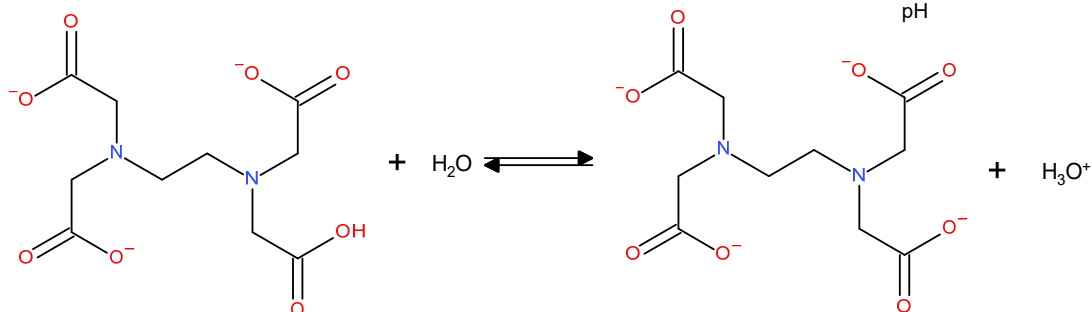


3. V časi zmešamo 50,0 ml 0,030 M raztopine Ni^{2+} ionov in 50,0 ml 0,050 M raztopine EDTA. pH mešanice znaša 9. Privzemi, da sta pri omenjenem pH-ju prisotni samo popolnoma deprotonirane in enkrat protonirane molekule EDTA (glej spodnjo sliko).

- a) Izračunaj koncentracijo prostih Ni^{2+} ionov v raztopini, če tvorben konstanta za nastanek kompleksa Ni^{2+} z EDTA znaša $4,2 \times 10^{18}$.
REŠITEV: $[\text{Ni}^{2+}] = 4,5 \times 10^{-18}$ M



- b) S pomočjo slike na desni določi pK_a za spodnjo reakcijo:



REŠITEV: $pK_a = 10,1$

4. Indikator fenolftalein spremeni barvo v pH območju med 8,3 in 10, indikator metiloranž pa spremeni barvo v pH območju med 3,1 in 4,4. V 50 ml destilirane vode zatehtaš 1 g Na_2CO_3 , 1g NaHCO_3 in 1g NaOH. Raztopino titriraš z 1 M HCl. $pK_{a1}(\text{H}_2\text{CO}_3) = 6,37$, $pK_{a2}(\text{H}_2\text{CO}_3) = 10,33$

- a) Izračunaj volumen porabljene HCl, če za indikator uporabiš samo fenolftalein in če za indikator uporabiš samo metiloranž.
REŠITEV: Fenolftalein (titriramo NaOH + Na_2CO_3): $V(\text{HCl}) = 34,4$ ml
Metiloranž (titriramo NaOH + Na_2CO_3 + NaHCO_3): $V(\text{HCl}) = 55,8$ ml
- b) Razloži mehanizem, zaradi katerega navedena indikatorja spremenita barvo in oceni pK_a obeh indikatorjev.

5. V 250 ml čaši zmešaš 40,00 ml 0,237 M raztopine HCl in 75,00 ml 0,133 M raztopine NaOH.

- a) Izračunaj pH dobljene raztopine. Privzemi idealno obnašanje raztopin.
REŠITEV: $\text{pH} = 11,63$
- b) V čašo naliješ raztopino neznane kisline in jo titriraš z raztopino NaOH. Kako bi lahko iz oblike titracijske krivulje ugotovil, ali spada neznana kislina v skupino šibkih ali močnih kislin? Skiciraj titracijski krivulji in izpostavi/razloži razlike.

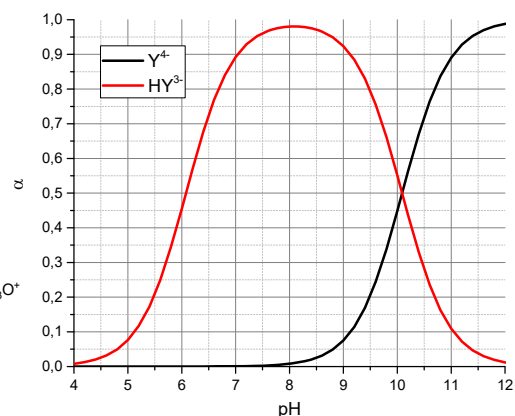
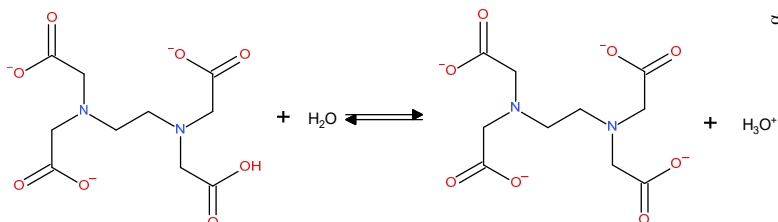
6. Da je titracija poljubne kovine z EDTA uspešna, mora biti praktična tvorbeni konstanta vsaj 10^8 . Tvorbeni konstanta Fe^{2+} kovine z EDTA znaša $2,0 \times 10^{14}$, deleži popolnoma deprotonirane EDTA pri različnih pH-jih, pa so zbrani v spodnji tabeli:

pH	3	4	5	6	7	8	9	10
$\alpha(\text{Y}^{4-})$	$2,1 \times 10^{-11}$	$3,0 \times 10^{-9}$	$2,9 \times 10^{-7}$	$1,8 \times 10^{-5}$	$3,8 \times 10^{-4}$	$4,2 \times 10^{-3}$	0,041	0,30

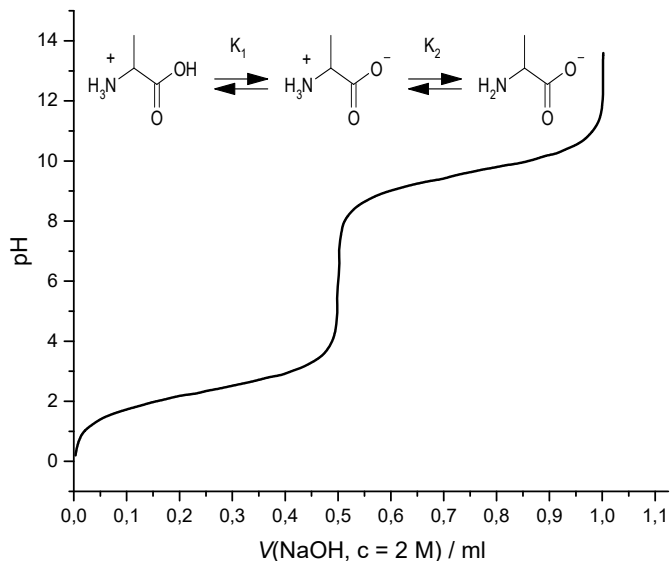
- a) Kakšen je najnižji pH, pri katerem še lahko izvedem titracijo Fe^{2+} ionov z EDTA?

REŠITEV: Najnižji pH je nekoliko nad 5 ($\text{pH} \geq 5,01$)

- b) Določi pK_a za spodnjo reakcijo, če imaš podan graf deležev popolnoma deprotonirane in enkrat protonirane EDTA v odvisnosti od pH. Svoje rešitev pojasni.



7. Organsko molekulo z eno karboksilno skupino ($-\text{COOH}$) in eno aminske skupino ($-\text{NH}_2$) označimo kot aminokislino GLICIN. Popolnoma protoniran glicin lahko odda dva protona (en se nahaja na amino skupini, drugi pa na karboksilni skupini), ki pa imata različni konstanti disociacije (glej reakcijo na desni sliki). V laboratoriju ste izvedli pH-titracijo glicina. Kot merilni inštrument ste uporabili kombinirano elektrodo priključeno na pH-meter. Na koncu vašega eksperimenta ste dobili krivuljo, ki je prikazana na desni sliki.



- a) Zaradi dodajanja NaOH se volumen raztopine večja, koncentracija glicina pa manjša. V točki pK_2 je bila koncentracija glicina 0,093 M. Kolikšna je bila koncentracija glicina na začetku?
REŠITEV: $c_0 = 0,1 \text{ M}$
- b) Določi pH raztopine, ko bo v njej delež nevtralne oblike glicina 70%.
REŠITEV: Dve takšni točki; $\text{pH} = 2,8$ in $\text{pH} = 8,3$

8. Izvedeš dve titraciji 0,050 M raztopine Ca^{2+} ionov z 0,050 M raztopino EDTA in dobimo dve titracijski krivulji (glej sliko na desni).

- a) Za obe krivulji določi volumen začetne raztopine Ca^{2+} ionov in koncentracijo prostih Ca^{2+} ionov po dodanih 30 ml raztopine EDTA.

REŠITEV:

$V = 25 \text{ ml}$ (za obe raztopini)

$[\text{Ca}^{2+}] = 2,0 \times 10^{-10}$ (črna kriv.)

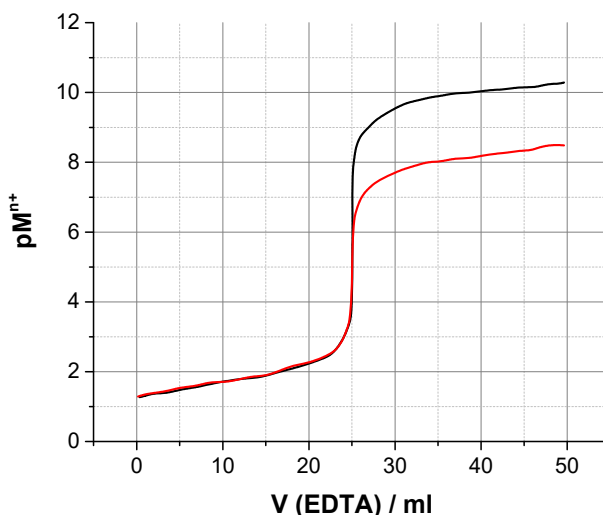
$[\text{Ca}^{2+}] = 1,6 \times 10^{-8}$ (rdeča kriv.)

- b) Iz oblike titracijskih krivulj ugotovi, katera titracija je bila izvedena pri $\text{pH} = 10$ in katera pri $\text{pH} = 8$. Svojo odločitev pojasni.

REŠITEV:

$\text{pH} = 10 \rightarrow$ črna krivulja

$\text{pH} = 8 \rightarrow$ rdeča krivulja

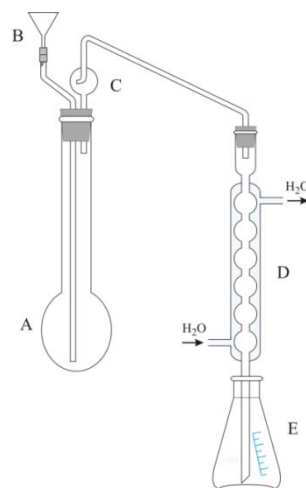


9. S pomočjo Kjeldahlovega postopka smo določali delež dušika v pšenični moki. V bučko zatehtate 0,9092 g vzorca moke, v erlenmajerico za titracijo pa nalijete 50,00 ml raztopine klorovodikove kisline s koncentracijo 0,05063 M. Po končanem eksperimentu, smo presežek kisline v erlenmajerici nevtralizirali z 7,46 ml raztopine natrijevega hidroksida s koncentracijo 0,04917 M).

- a) Izračunaj delež dušika v vzorcu moke.

REŠITEV: $w(\text{N}) = 0,033$

- b) Opiši Kjeldahlov postopek za določanje dušika (pomagaj si s sliko na desni).



10. S pomočjo Kjeldahlovega postopka smo določali delež proteinov v fižolu. Eksperiment smo izvedli v dveh paralelkah (rezultat druge paralelke je zabeležen v oklepaju). V bučko zatehtate 1,015 g (1,025 g) zdrobljenega fižola, v erlenmajerico za titracijo pa nalijete 50,00 ml raztopine klorovodikove kisline s koncentracijo 0,1120 M. Po končanem eksperimentu, smo presežek kisline v erlenmajerici nevtralizirali s 12,0 ml (11,8 ml) raztopine kalcijevega hidroksida s koncentracijo 0,1050 M). Izračunaj masni delež proteinov v fižolu, če privzameš, da je povprečni masni delež dušika v proteinih 17,5 %.

REŠITEV: $w(\text{proteini}) = 0,243$

11. Količino kalcija v krvnem serumu lahko določimo s pomočjo kompleksometrične titracije z EDTA. 1 ml vzorca krvnega seruma odpipetiraš v 50 ml čašo, razredčiš z 9 ml vode in dodaš 2 kapljici 4 M NaOH. Izvedeš potenciometrično titracijo z EDTA. Da si dosegel ekvivalentno točko, si porabil 2,47 ml $1,09 \times 10^{-4}$ M EDTA.

- a) Izračunaj koncentracijo kalcija v krvnem serumu (v mg / l).
 REŠITEV: $\gamma = 10,8$ mg/l
 b) Razloži, zakaj si tekom eksperimenta dodal dve kapljici 4 M NaOH.

12. Izračunaj koncentracijo prostih magnezijevih kationov in pMg^{2+} , če 50,0 ml 0,0500 M raztopine Mg^{2+} ionov v pufri s $\text{pH} = 10,0$ dodamo 50,0 ml 0,0500 M raztopine EDTA. Pomagaj si s tabelama 1 in 2.

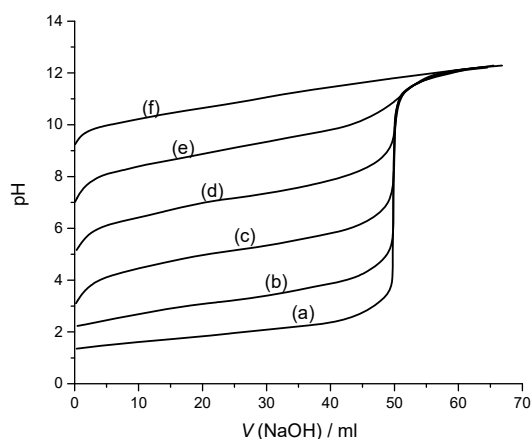
ion	$\log K_f$	ion	$\log K_f$
Li^+	2,95	V^{3+}	25,9
Na^+	1,86	Cr^{3+}	23,4
K^+	0,8	Mn^{3+}	25,2
Be^{2+}	9,7	Fe^{3+}	25,1
Mg^{2+}	8,79	Co^{3+}	41,4
Ca^{2+}	10,65	Zr^{4+}	29,3

pH	$\alpha (\text{Y}^{4-})$
0	$1,3 \times 10^{-23}$
1	$1,4 \times 10^{-18}$
2	$2,6 \times 10^{-14}$
3	$2,1 \times 10^{-11}$
4	$3,0 \times 10^{-9}$
5	$2,9 \times 10^{-7}$
6	$1,8 \times 10^{-5}$
7	$3,8 \times 10^{-4}$
8	$4,2 \times 10^{-3}$
9	0,041x
10	0,30
11	0,81
12	0,98

REŠITEV: $\text{pMg}^{2+} = 4,93$

13. Kakšne so prednosti in slabosti uporabe kombinirane pH elektrode za spremljanje titracije, v primerjavi z uporabo indikatorjev?
14. Razloži razliko med indikatorsko in referenčno elektrodo. Naštej vsaj dve referenčni elektrodi, ki sta pogosto v uporabi.
15. Kaj so to pufri? Zakaj jih uporabljamo? Kako bi lahko izračunal pH pufra, če poznaš koncentracije njegovih sestavnih delov?

16. Desna slika prikazuje spreminjanje pH-ja raztopine različnih kislin (označenih od a do f) tekom titracije z raztopino NaOH. Ugotovi, katera kislina je najmočnejša in katera ima $\text{p}K_a = 5$. Svoje odločitev pojasni. Za katero kislino oz. katere kisline bi lahko določil ekvivalentno točko, če bi za indikator uporabil fenolftalein, ki se pri $\text{pH} \approx 8$ obarva vijolično?



17. Opiši Kjeldahlov postopek za določanje dušika (pomagaj si s sliko na desni).

18. Razloži razliko med aktivnostjo in koncentracijo topljenca. Kdaj sta ti dve količini enaki?

19. V 100 ml čaši zatehtamo NaOH in Na₂CO₃ in dodamo 50 ml vode. Dobljeno raztopino, v kateri je koncentracija obeh komponent enaka, titriramo s kislino HCl. Skiciraj titracijsko krivuljo.

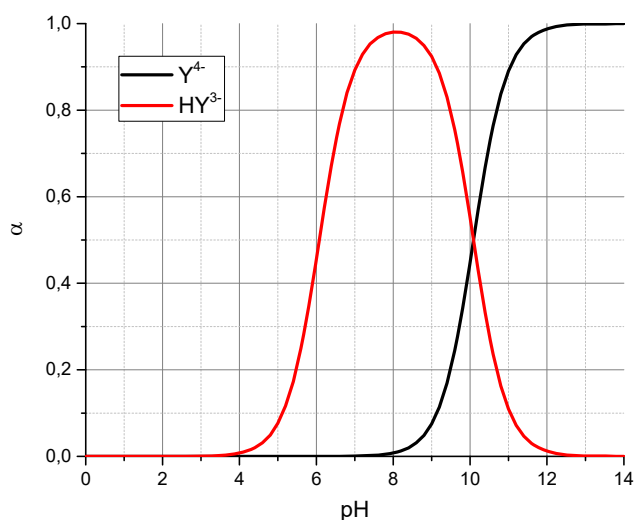
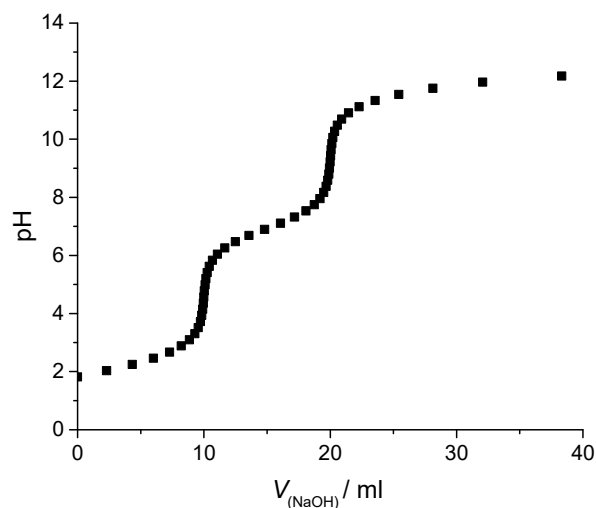
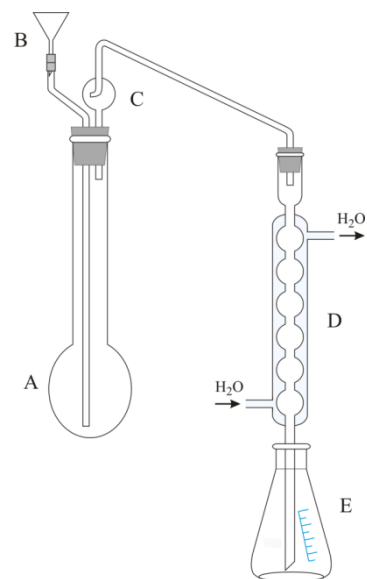
20. Konstanta za tvorbo kompleksa Fe²⁺ z EDTA znaša $2,0 \times 10^{14}$, konstanta za tvorbo kompleksa Fe³⁺ z EDTA pa $1,3 \times 10^{25}$. Koliko molekul EDTA potrebujemo za titracijo 1 mola Fe²⁺ ionov in koliko za titracijo 1 mola Fe³⁺ ionov? Pri kateri titraciji lažje določimo ekvivalentno točko?

21. Izvedemo titracijo 20 ml 0,05 M triprotične kisline z 0,1 M NaOH. Ugotovi, katere pK_a lahko odčitaš iz grafa na desni, jih označi in zapiši. Prav tako označi točko na krivulju, kjer je titracija končana (kislina je oddala vse protone).

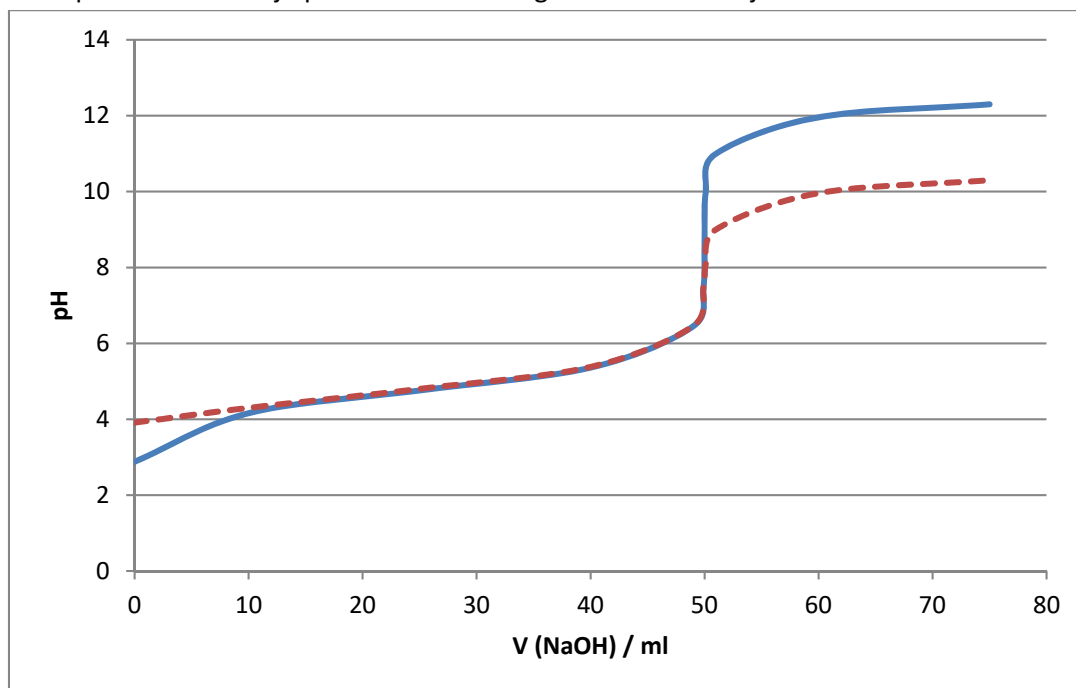
22. Kako lahko vplivamo na napetost galvanskega člana, ne da bi zamenjali elektrode. Razloži!

23. V tri čase zmešamo raztopino Ni²⁺ ionov in prebitek raztopine EDTA. V prvi čaši je pH = 9,0, v drugi je pH = 10,0 in v zadnji je pH = 11,0. S pomočjo grafa na desni razloži, v kateri čaši je največ prostih Ni²⁺ ionov.

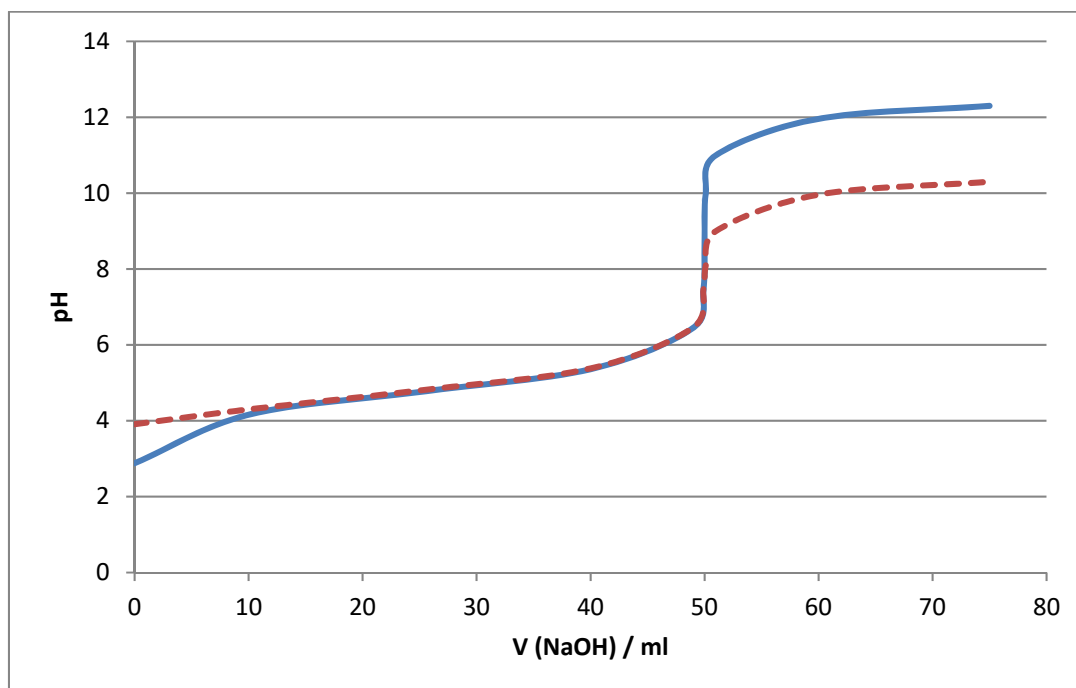
24. Na istem grafu skiciraj titracijski krivulji za titracijo 0,1 M očetne kisline in 0,1 M HCl z 0,1 M raztopino NaOH.



25. Izvedemo titracijo 0,10 M raztopine očetne kisline z 0,10 M raztopino NaOH in titracijo 0,0010 M raztopine očetne kisline z 0,0010 M raztopino NaOH. Potek titracij prikazuje spodnji graf. Ugotovi, kateri indikator je najbolj primeren za posamezno titracijo, če je območje prehoda za indikator brom-krezol zeleno med pH = 4 in 5,5, območje prehoda za bromtimol modro med pH = 6 in 7,5 in območje prehoda za fenolftalein med pH = 8 in 9,5. Ali bi bilo bolje pri kateri od prikazanih titracij uporabiti kakšen drug indikator in zakaj?

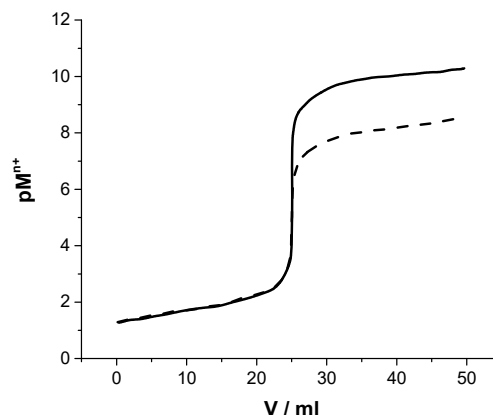


26. Izvedemo titracijo 0,10 M raztopine očetne kisline z 0,10 M raztopino NaOH in titracijo 0,0010 M raztopine očetne kisline z 0,0010 M raztopino NaOH. Ugotovi, kateri titraciji pripada posamezna krivulja na spodnji sliki. Odločitev utemelji.

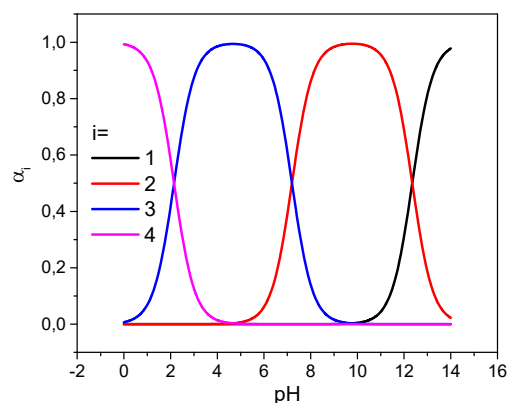


27. Kako lahko dosežemo pogoje za selektivno in kvantitativno titracijo z EDTA?

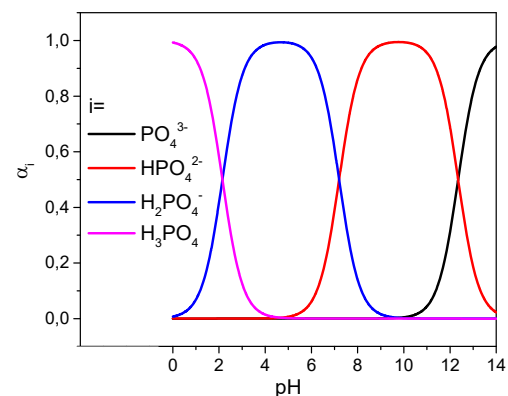
28. Izvedeš dve titraciji raztopine Ca^{2+} ionov z raztopino EDTA. Rezultata sta prikazana na desnem grafu. Ugotovi, katera krivulja pripada titraciji pri nižjem pH-ju in katera titraciji pri višjem pH-ju. Svojo odločitev pojasni.



29. Izvedemo titracijo fosforjeve (V) kisline in spremljamo delež popolnoma protonirane oblike, enkrat deprotonirane, dvakrat deprotonirane in popolnoma deprotonirane oblike (graf na desni). S kemijskimi simboli zapiši posamezne oblike fosforjeve (V) kisline in označi, katera krivulja prikazuje njihov delež v raztopini v odvisnosti od pH. Zapiši vse vrednosti pK_a za fosforjevo (V) kislino.

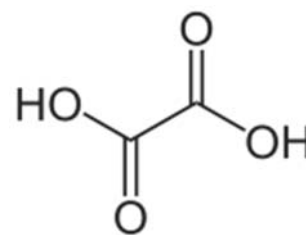
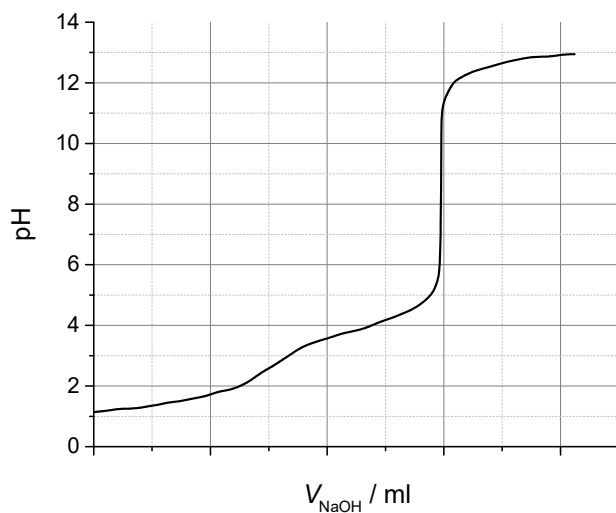


30. Izvedemo titracijo fosforjeve (V) kisline z NaOH in spremljamo delež popolnoma protonirane oblike, enkrat deprotonirane, dvakrat deprotonirane in popolnoma deprotonirane oblike (graf na desni). Zapiši vse vrednosti pK_a za fosforjevo (V) kislino in razloži, kateri indikator bi uporabil za določanje prve ekvivalentne točke in katerega za določanje druge ekvivalentne točke (pK_a (timol modro) = 1,6; pK_a (metiloranž) = 4,2; pK_a (fenol rdeče) = 7,4; pK_a (fenolftalein) = 9,7)



31. Titracijo p-nitrofenola ($\text{pK}_a = 7,0$) lahko spremljamo spektrofotometrično pri $\lambda = 545 \text{ nm}$. p-nitrofenol pri tej valovni dolžini ne absorbira, medtem ko njegova konjugirana baza absorbira. Skiciraj spektrofotometrično titracijsko krivuljo, če 50 ml 0,050 M raztopine p-nitrofenola dodajaš 0,10 M NaOH. Zapiši tudi reakcijo, ki poteka v raztopini.

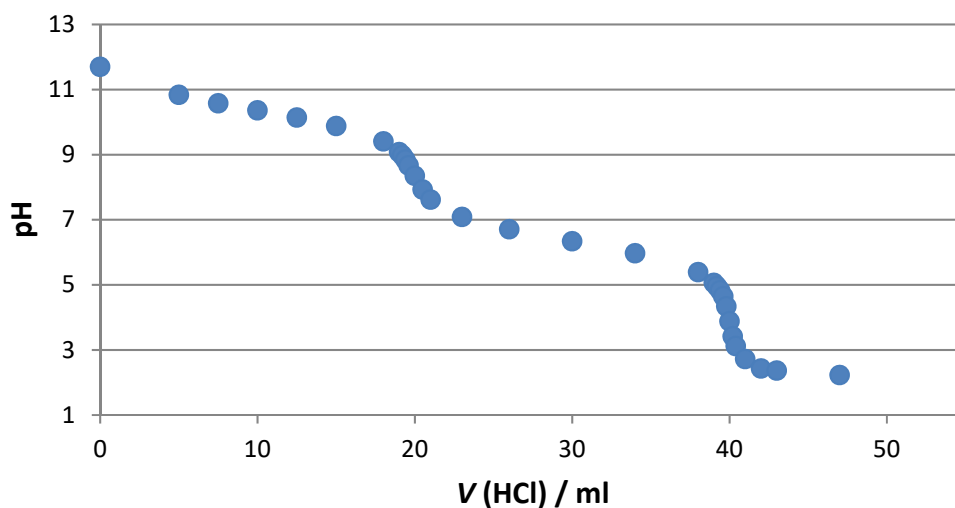
32. V raztopini so prisotni Fe^{3+} in Ca^{2+} ioni. Tvorbena konstanta nastanka kompleksa Fe^{3+} ionov z EDTA znaša 10^{25} , tvorbena konstanta nastanka kompleksa Ca^{2+} ionov z EDTA pa znaša 10^{11} . Zapiši reakciji, na kateri se nanašata omenjeni tvorbeni konstanti in razloži, kako bi s pomočjo titracije z EDTA lahko določil koncentracijo Fe^{3+} in Ca^{2+} ionov v raztopini.
33. Pripraviš 150 ml 0,1 M oksalne kisline in raztopino titriraš z 1 M NaOH. Potek titracijske krivulje prikazuje spodnji graf:



Oksalna kislina

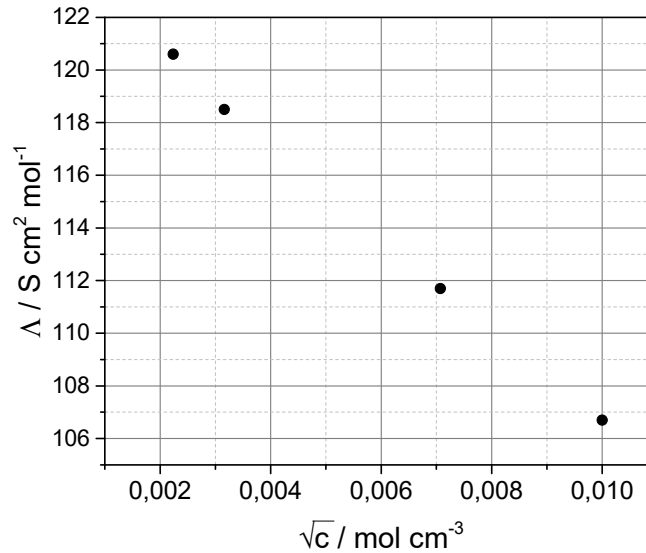
Na grafu pravilno oštevilči x os in odčitaj pK_a oksalne kisline. Ne pozabi na zapis računov!

34. Spodnja slika prikazuje titracijo raztopine Na_2CO_3 z 0,15 M HCl. Skiciraj potek titracijske krivulje, če bi za titracijo uporabil 0,20 M HCl.



OKSIDACIJSKO –REDUKCIJSKE TITRACIJE IN KONDUKTOMETRIJA

1. S pomočjo konduktometra in celice za merjenje prevodnosti ste izmerili molsko prevodnost NaCl v odvisnosti od korena koncentracije. Vaše rezultate prikazuje spodnji graf:

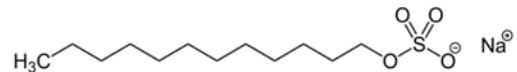
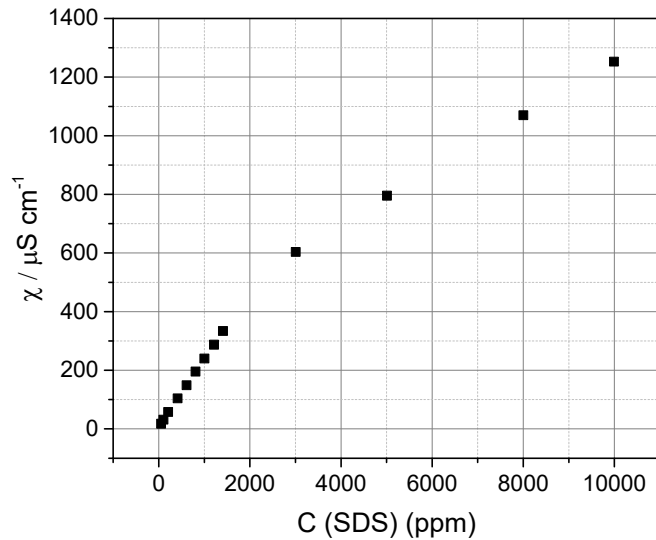


- a) Izračunaj molsko prevodnost pri neskončnem razredčenju in Kohlrauschevo konstanto.
 REŠITEV: $\Lambda = 1735 \text{ S cm}^{7/2} \text{ mol}^{-3/2}$, $\Lambda^\infty = 124 \text{ S cm}^2 \text{ mol}^{-1}$
- b) Kakšna je specifična prevodnost pri $c(\text{NaCl}) = 4 \times 10^{-3} \text{ M}$?
 REŠITEV: $\chi = 4,82 \times 10^{-4} \text{ S cm}^{-1}$
2. S pomočjo konduktometra in celice za merjenje prevodnosti si izmeril specifično prevodnost dveh raztopin NaCl. Dobiš naslednja rezultata:

$c_{\text{NaCl}} / \text{mM}$	$\chi / \mu\text{S cm}^{-1}$
10	1173
50	5560

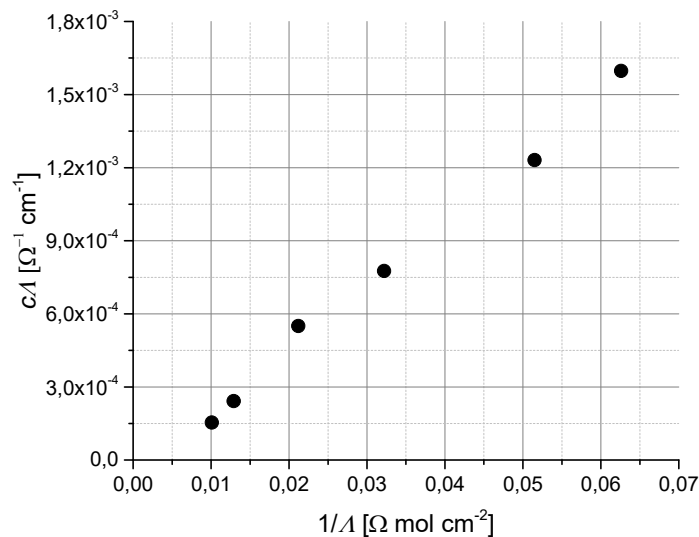
- a) Izračunaj specifično prevodnost 100 mM raztopine NaCl.
 REŠITEV: $\chi = 10700 \mu\text{S cm}^{-1}$
- b) Razloži, zakaj potrebujemo različne celice za merjenje prevodnosti in kako določimo konstanto celice za merjenje prevodnosti.

3. V deionizirano vodo dodajamo topljenec SDS (natrijev dodecilsulfat – glej sliko). S pomočjo konduktometra in celice za merjenje prevodnosti ste izmerili prevodnost vodnih raztopin z različnimi koncentracijami SDS. Vaše rezultate prikazuje spodnji graf:



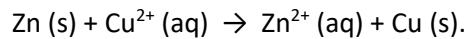
- a) Določi kritično micelno koncentracijo SDS. Rezultat podaj v enotah mol/l.
 REŠITEV: c.m.c = $7,5 \times 10^{-3}$
- b) Zakaj prevodnost po doseženi kritični micelni koncentraciji narašča počasneje kot pred njo?

4. S pomočjo podatkov z grafa spodaj izračunaj stopnjo in konstanto disociacije očetne kisline s $c = 2 \times 10^{-2} \text{ mol dm}^{-3}$.



REŠITEV: $\alpha = 0,17$ (to je rešitev, ki sledi iz grafa, vendar to ni »prava« stopnja disociacije za očetno kislino)

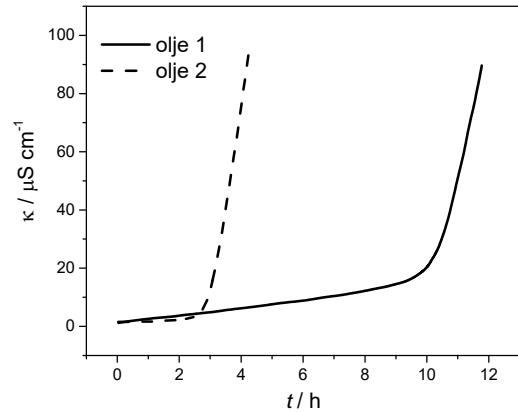
5. Butanojska kislina je šibek elektrolit. Njena disociacijska konstanta pri $T = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ znaša $1,515 \times 10^{-5}$ in molska prevodnost pri neskončnem razredčenju ima vrednost $382,42 \times 10^{-4}\text{ S m}^2\text{ mol}^{-1}$.
- a) Izračunaj specifično prevodnost kisline v 0,01 M raztopini.
REŠITEV: $\chi = 0,0149\text{ Sm}^{-1}$
- b) Opiši eksperiment, s katerim bi ugotovil, ali vzorec z znano koncentracijo spada med močne ali med šibke elektrolite.
6. Razloži, kako deluje prenosni merilnik glutena.
7. Skiciraj celico za merjenje prevodnosti in razloži, kakšna je razlika med celicama za merjenje prevodnosti šibkih ter močnih elektrolitov.
8. S pomočjo Nernstove enačbe razloži, kako lahko spremeniš napetost galvanskega člana.
9. Skiciraj celico za merjenje prevodnosti in pojasni, kako ji določimo konstanto.
10. V Danielovem členu poteka reakcija:



V celico s cinkom dodamo nekaj ZnSO_4 . Razloži, kaj se bo zgodilo z napetostjo člana.

11. S pomočjo grafa opiši, kako lahko z merjenjem prevodnosti določiš kritično micelno koncentracijo.
12. Sestaviš galvanski člen iz raztopin Cd^{2+} in Pb^{2+} ionov ter odgovarjajočih kovinskih elektrod. V napetostni vrste najdete sledeče podatke za standardni potencial kadmija in svinca pri $25\text{ }^{\circ}\text{C}$:
- | | |
|--|------------------------------|
| $\text{Cd}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Cd}$ | $E^{\circ} = -0,40\text{ V}$ |
| $\text{Pb}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Pb}$ | $E^{\circ} = -0,13\text{ V}$ |
- Označi katodo, anodo, zapiši celokupno reakcijo in določi, katera kovina se oksidira in katera reducira.
13. Kako se spreminja specifična prevodnost raztopine med titracijo mešanice šibke in močne kisline z močno bazo? Nariši graf in ga razloži.
14. S pomočjo Nernstove enačbe razloži, kdaj in zakaj se prične spreminjati barva oksidacijsko-redukcijskega indikatorja.
15. Kako se spreminja specifična prevodnost raztopine med titracijo mešanice šibke in močne kisline z močno bazo? Nariši graf in ga razloži.

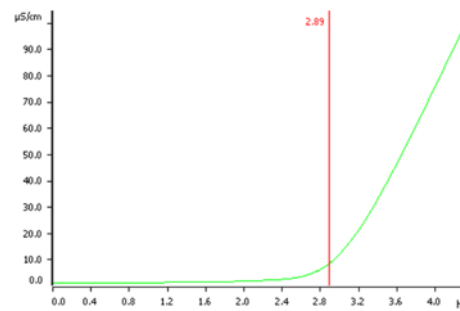
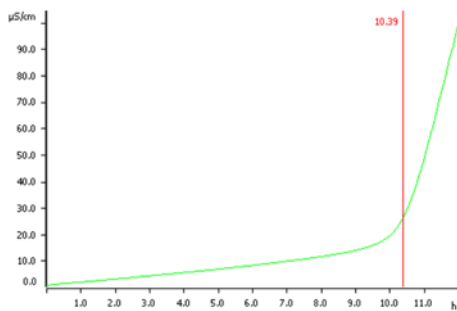
16. Z rancimatom analiziraš dve vrsti olj in dobiš rezultat prikazan na desnem grafu. Katera krivulja pripada oljčnemu in katera sončničnemu olju? Svojo odločitev pojasni.



17. Z rancimatom določiš indukcijski čas sončničnega olja. Nato spremeniš nastavitve rancimata (pogoje eksperimenta) in ponovno izmeriš indukcijski čas enakega vzorca. Tokrat je bil indukcijski čas daljši. Pojasni, katere nastavitve si spremenil na rancimatu. Kaj je to indukcijski čas, ki ga dobimo z meritvijo na rancimatu?

18. S katero metodo bi testiral oksidativno stabilnost živil? Na kratko razloži princip delovanja te metode.

19. Spodaj sta prikazani analizi olivnega in sončničnega olja na Rancimatu. Razloži, katera krivulja pripada kateremu olju. Kaj bi se zgodilo s krivuljama, če bi vsakemu izmed olj dodali enako količino soka granatnega jabolka, ki je znan po visoki vsebnosti antioksidantov? Odgovor pojasni!



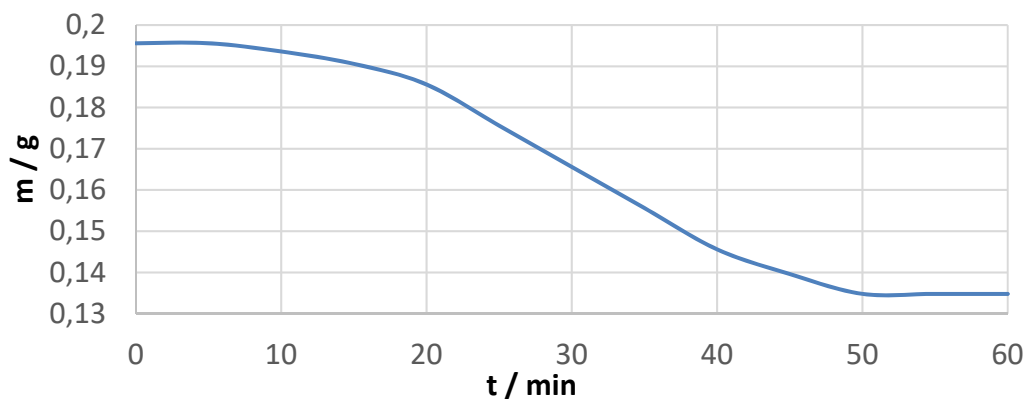
OBARJALNE TITRACIJE IN GRAVIMETRIJA

1. 0,7336 g zlitine, ki vsebuje baker in cink, raztopiš v 8 M raztopini HCl in dobljeno raztopino razredčiš z vodo v bučki do končnega volumna 100 ml. Odpipetiraš 25 ml raztopine in po obarjanju ter sušenju dobiš 0,1163 g oborine z molekulsko formulo $Zn_2P_2O_7$. Nato odpipetiraš še 25 ml raztopine zlitine in po obarjanju ter sušenju dobiš 0,2564 g oborine z molekulsko formulo CuSCN.
- a) Izračunaj delež (w/w) Zn in Cu v analizirani zlitini.
REŠITEV: $w(\text{Zn}) = 0,27$, $w(\text{Cu}) = 0,73$
- b) Pri dani temperaturi lahko pripravimo raztopino CaF_2 z najvišjo koncentracijo $2,14 \times 10^{-4}$ M. Izračunaj topnostni produkt CaF_2 .
REŠITEV: $K_{sp} = 3,9 \times 10^{-11}$
2. 1000 l juhe z 8,67 % w/w deležem suhe snovi in gostoto 1,0183 g/ml želite zgostiti, tako da bo vsebovala 28,63 % suhe snovi. Izhodiščno raztopino segrevate 2 uri in nato odvzamete 10,0 ml vzorca. Stehtate poseben lonček ($m_{\text{lonček}} = 15,231$ g) in vanj kvantitativno prenesete 2,0 ml odvzetega vzorca. Lonček z alikvotom stehtate ($m_{\text{aliquota+posode}} = 17,343$ g) in ga nato postavite v sušilnik. Uparite vso vodo, posodo s suhim preostankom ohladite v eksikatorju in jo ponovno stehtate ($m_{\text{aliquota+posode}} = 15,792$ g).
- a) Koliko vode (v litrih) morate še odstraniti iz izhodiščne raztopine, da boste dosegli želeni delež suhe snovi?
REŠITEV: $V = 24,0$ l
- b) Na kaj vse moramo biti pozorni pri vzorčenju in hranjenju vzorcev?
3. Če sušimo kalcijev oksalat monohidrat ($\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), se mu masa spreminja zaradi naslednjih razpadnih reakcij:

Temperaturno območje	Reakcija
100-250 °C	$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaC}_2\text{O}_4 + \text{H}_2\text{O}$
400-500 °C	$\text{CaC}_2\text{O}_4 \rightarrow \text{CaCO}_3 + \text{CO}$
700-850 °C	$\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$

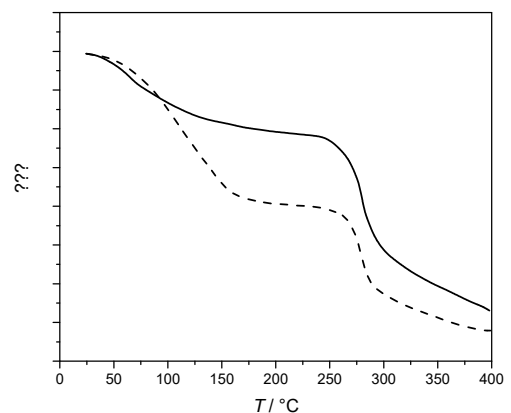
- a) Kalcijev oksalat sušimo na 1000 °C. Ko se masa ne spreminja več, ohladimo lonček in stehtamo vsebino. Tehnica pokaže maso 14,16 mg. Izračunaj maso kalcijevega oksalata monohidrata, ki smo ga dali v peč ($M(\text{Ca})=40$ g/mol, $M(\text{C})=12$ g/mol, $M(\text{O})=16$ g/mol).
REŠITEV: $m(\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 37$ mg
- b) Zakaj je pojav koloidne oborine pri gravimetriji nezaželen? Kako preprečimo nastanek koloidov?

4. Magnetit je mineral, katerega kemijska formula se glasi $\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$. V 100 ml bučko zatehtamo 1,1324 g vzorca rude, ki vsebuje magnetit in dopolnimo do oznake s HCl in dušikovo (V) kislino. Raztopino segrejemo do vrelišča, jo ohladimo in 25 ml tako pripravljene raztopine odpipetiramo v 100 ml čašo. Dodamo 10 ml NH_3 in iz raztopine oborimo $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$. Oborino prefiltriramo, speremo in žarimo pri 200 °C. Spreminjanje mase oborine s časom prikazuje spodnji graf:



- a) Izračunaj masni delež Fe ($M = 55,847 \text{ g/mol}$) v vzorcu ($M(\text{Fe}_2\text{O}_3) = 159,69 \text{ g/mol}$).
REŠITEV: $w(\text{Fe}) = 0,333$
- b) Izračunaj, koliko vode je bilo ujete v prvotni oborini. Z drugimi besedami – izračunaj x v oborini $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$.
REŠITEV: $x = 4$
5. Eden izmed načinov določanja fosfatov je obarjanje v obliki amonijevega fosfomolibdata ($(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3$). Po filtraciji oborino amonijevega fosfomolibdata raztopimo v kislini in ji dodamo $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$. Nastane nova oborina z molekulsko formulo PbMoO_3 , ki jo lahko odfiltriramo, posušimo in stehtamo.
- a) Izračunaj najmanjšo količino vzorca, ki vsebuje 12,5 % Na_3PO_4 , da bomo na koncu opisanega postopka dobili vsaj 0,600 g oborine PbMoO_3 .
REŠITEV: $m_{\text{vzorec}} = 0,187 \text{ g}$
- b) Razloži, kakšne lastnosti mora imeti obarjalni reagent.
6. Amonijev sulfat uporabljamo kot gnojilo. Analiziramo serijo vzorcev, ki vsebujejo med 30 in 60 % amonijevega sulfata. Uporabimo gravimetrično metodo, kjer raztopini amonijevega sulfata ($M = 132,14 \text{ g/mol}$) dodamo barijev nitrat ($M = 261,337 \text{ g/mol}$) in tako oborimo sulfat v obliki barijevega sulfata ($M = 233,38 \text{ g/mol}$).
- a) Kakšna je minimalna masa vzorca, ki jo moramo imeti, da bo oborina tehtala vsaj 0,200 g?
REŠITEV: $m_{\text{vzorec}} = 0,377 \text{ g}$
- c) Kako bi po velikosti razporedil topnostne produkte amonijevega sulfata, barijevega nitrata in barijevega sulfata. Svojo odločitev razloži.

7. Želimo oboriti vse Ag^+ ione v 1500 l odpadne raztopine. Če dodamo v 500 ml presežek NaCl, dobimo po filtraciji in sušenju 3,73 g AgCl.
- a) Koliko NaCl moramo dodati v 1500 l, da oborimo vse Ag^+ ione?
 ($M(\text{Ag}) = 108 \text{ g/mol}$, $M(\text{Na}) = 23 \text{ g/mol}$, $M(\text{Cl}) = 35,5 \text{ g/mol}$)
 REŠITEV: $m = 4,58 \text{ kg}$
- b) Razloži, kakšne lastnosti mora imeti obarjalni reagent.
8. V vodi topno gnojilo vsebuje fosfor v obliki fosfatnih (V) ionov. 5,56 g gnojila zatehtamo v 250,0 ml bučko in dodamo vodo do oznake. 20,00 ml raztopine prenesemo v erlenmajerico in dodamo presežek obarjalnega reagenta. Fosfatni ioni se oborijo v obliki MgNH_4PO_4 . Oborino odstranimo s pomočjo filter papirja, speremo z vodo in segrejemo. Tekom segrevanja nastane 0,0219 g oborine, katere molekulska formula se glasi $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$. Izračunaj masni delež fosforja v gnojilu.
 REŠITEV: $w(\text{P}) = 0,014$
9. 0,924 g vzorca mešanice NaBr, NaI, NaNO_3 ste analizirali s pomočjo gravimetrične metode. Mešanico ste raztopili v 100 ml vode in z dodatkom prebitka AgNO_3 oborili spojini AgBr in AgI. Raztopino ste prefiltrirali in posušili oborino. Masa posušene oborine je znašala 1,122 g. Oborino ste izpostavili pretoku plina Cl_2 in jo v celoti pretvorili v AgCl. Masa tako dobljene oborine je znašala 0,722 g. Izračunaj masni delež natrijevega nitrata v vzorcu.
 REŠITEV: $w(\text{NaNO}_3) = 0,25$
10. Zakaj je pojav koloidne oborine pri gravimetriji nezaželen? Kako preprečimo nastanek koloidov?
11. S pomočjo koncentracije Ba^{2+} ionov izrazi topnostni produkt za reakcijo:
 $\text{Ba}(\text{IO}_3)_2 (\text{s}) \leftrightarrow \text{Ba}^{2+} + 2\text{IO}_3^-$
 V raztopino dodamo nekaj dobro topnega $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$. Razloži, kaj se zgodi s topnostjo $\text{Ba}(\text{IO}_3)_2$.
12. Opiši tehniko obarjanja. S pomočjo katerega fizikalno-kemijskega parametra lahko predvidimo, kdaj bo nastala oborina?
13. S pomočjo termogravimetrične analize spremljamo spremembo neke fizikalne lastnosti dveh vzorcev iste štruce kruha (glej sliko). Katera je ta fizikalna lastnost, ki jo spremljamo? Pojasni razliko v dobljenih krivuljah. Na grafu nariši tudi potek prvega odvoda krivulje, narisane s polno črto.



VIRI IN LITERATURA

1. Brodnjak Vončina D. 2009. Naloge iz analizne kemije I
https://www.fkkt.um.si/egradiva/fajli/naloge_iz_analizne_kemije_i.pdf (16. 2. 2020)
2. Cerar J., Godec A., Hribar B., Livk I., Poklar Ulrich N., Salobir M. 1997. Vaje iz fizikalne kemije: Zbirka računskih nalog. Ljubljana, FKKT: 88 str.
3. Charrondiere U. R., Burlingame B., Berman S., Elmadfa, I. 2011. Food composition study guide questions & exercises
http://www.fao.org/fileadmin/templates/food_composition/documents/upload/StudyGuideEquestionsrevised1July2011.pdf (16. 2. 2020)
4. Francis Cheng I. Quantitative analysis: homework assignments
https://www.webpages.uidaho.edu/ifcheng/Chem%20253/chem_253_homepage.htm
(16. 2. 2020)
5. Harvey D. 2016. Analytical chemistry 2.1
http://dpwadweb.depauw.edu/harvey_web/eTextProject/version_2.1.html (16. 2. 2020)
6. Kealey D., Haines P. J. 2005. Analytical chemistry, instant notes. Oxford, BIOS Scientific Publishers: 353 str.
7. Nielsen S. S. (ed.) 2010. Food analysis. 4th ed., New York, Springer: 585 str.
8. Miller J. N., Miller J. C. 2010. Statistics and chemometrics for analytical chemistry. 6th ed., Harlow, Pearson education limited: 297 str.
9. Skoog D. A., West D. M., Holler F. J., Crouch S. R. 2014. Fundamentals of analytical chemistry. 9th ed., Belmont, Brooks/Cole, CA: 1090 str.
10. Skoog D. A., West D. M., Holler F. J., Crouch S. R. 2014. Student solutions manual, Fundamentals of analytical chemistry. 9th ed., Belmont, Brooks/Cole, CA: 224 str.