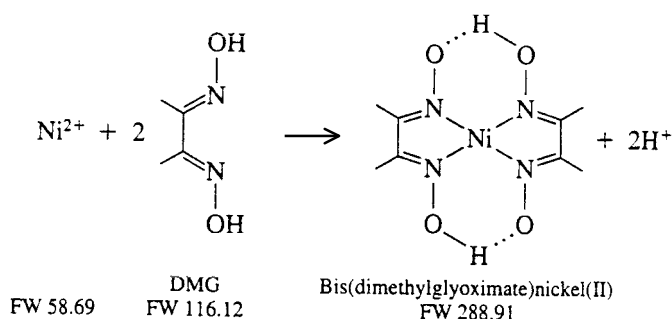


Analyttinen kemia, loppuentti, uusinta 23.2.01

Luentomonisteet saavat olla mukana. Ei laskuharjoituksia eikä laboratoriotyömonisteita.

Opiskelijat, jotka eivät ole osallistuneet projektityöskentelyyn vastaavat myös ylimääräisenä jaettavaan kysymykseen.

1. Teräksen nikkelpitoisuus voidaan määrittää siten, että näyte ensin liuotetaan 12 M HCl:oon, sitten siihen lisätään sitraattia pitämään rauta liukoisena kompleksina ja lopuksi liuos neutraloidaan emäksellä. Liuosta lämmitetään lievästi ja siihen lisätään 1%-ista dimetyyli glyoksiimiin (DMG) alkoholiliuosta. Tällöin nikkeli saostuu kvantitatiivisesti punaisena DMG-nikkelikompleksina. Teräksen tiedetään sisältävän noin 3% nikkeliä ja analysoitavana on 1.00 g terästä.
 - a) Laske montako millilitraa ko. Dimetyyli glyoksiimia on tähän näytteeseen lisättävä, kun sitä halutaan tulevan liuokseen 50%:n ylimäärä. Alkoholiliuoksen tiheys on 0.79 g/ml. (3 p)
 - b) Pohdiskele reagenssylimäärän käyttöä gravimetrisessä analytiikassa yleensä. (2 p)



2. Tris-puskuri valmistetaan liuottamalla 12.43 g Tris-muotoa (emäsmuoto, MP = 121.136) ja 4.67 g Tris-hydrokloridimuotoa (MP = 157.597) 1.00 l:aan vettä.
 - a) Laske syntyvän puskurin pH. (2 p)
 - b) Laske pH, kun edelliseen liuokseen lisätään 12.0 ml 1.00 M HCl-liuosta. (3 p)
3. Kupari (I)-ioni muodostaa neokuproiin (nkupr) kanssa värillisen kompleksin, $(\text{nkupr})_2\text{Cu}^+$, joka absorboi aallonpituudella 454 nm. Kompleksi liukenee erittäin hyvin 3-metyyli-1-butanoliin (tämä taas on käytännössä täysin veteen liukenematon ja vettä kevyempi liuotin). Murskatusta kuparia sisältävästä kivinäytteestä uutetaan metallit vahvalla hapolla. Happoliuos neutraloidaan, siirretään 250.0 ml:n mittapulloon (A) ja pullo täytetään merkkiin, sekoitetaan.

Tästä otetaan 10.00 ml:aa ja siirretään erlenmayeriin (B). Siihen lisätään 10.00 ml:aa pelkistintä, jotta kaikki kupari saadaan hapetusasteelle +1. Sitten lisätään vielä 10.00 ml:aa puskuriliuosta. Sekoitetaan huolellisesti. Tästä liuoksesta otetaan 15.00 ml:aa erotussuppiloon (C). Siihen lisätään 10.00 ml:aa neokuproiin vesiliuosta (riittää kompleksoimaan kaiken kuparin) ja 20.00 ml:aa 3-metyyli-1-butanolia (riittää liuottamaan kvantitatiivisesti ko. kompleksin). Ravistellaan huolellisesti ja annetaan kerrosten erottua. Kaikki kupari on nyt orgaanisessa faasissa.

Ylemmästä kerroksesta otetaan näyte 1.00 cm:n kyvetiin ja sen absorbanssi mitataan aallonpituudella 454 nm.

 - a) Mikä on alkoholifaasin kuparipitoisuus, kun kivinäyte sisältää 1.00 mg:aa kuparia? (3 p)
 - b) Jos kupari-neokuproiinikompleksin molaarinen absorptiviteetti on $7.90 \times 10^3 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$, niin mikä on tällöin em. liuoksen absorbanssi, kun tiedetään, että puhtaan liuotimen absorbanssi samoin mitattuna on 0.056. (2 p)

4. Etanolin, n-propanolin ja n-butanolin seos analysoidaan kaasukromatografilla. Kolonnina on Carbowax-20M stationääri faasi ja kromatografidata on esitetty oheisessa taulukossa. Etanolin suhteellinen detektorivaste on 1.00, n-propanolin 1.37 ja n-butanolin 1.63.
- a) Laske seoksen prosenttinen koostumus. (3p)
- b) Selosta yleisiä periaatteita, joiden mukaan kolonnin stationääri faasi valitaan. Millaisia muita stationääri faaseja tähän analyysiin voitaisiin käyttää. Perustelee. (2 p)

t_R	Area (%)	Area
1.29	14.98	9130
1.57	22.66	13 806
2.23	62.34	37 998

5. Kirjallisuudessa olevien viitearvojen mukaan humaaniseerumin hivenaineiden normaalipitoisuudet vaihtelevat Suomessa seuraavasti:
- kupari 11.0-22.0 μ mol/L
seleeni 1.27-1.65 μ mol/L
magnesium 0.7-1.00 mmol/L
hiusten elohopeapitoisuudet ovat yleensä alle 10 μ g/kg

Mitä atomispektrometrisiä menetelmiä käyttäisit näiden analysoinnissa? Perustelee. Pohdi näyiteiden esikäsittelyvaihtoehtoja eri menetelmiä varten. Kuinka varmistaisit tulosten oikeellisuuden? (5 p)