

# KISELINSKO-BAZNE METODE (ALKALIMETRIJA I ACIDIMETRIJA)

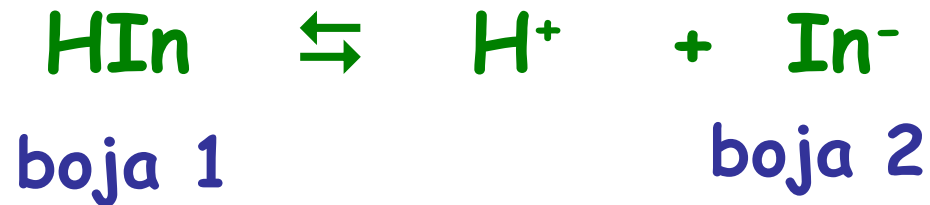
- metode zasnovane na kiselinsko-baznim reakcijama.



- **ACIDIMETRIJA** - određivanje baza titracijom sa standardnim rastvorom kiselina (najčešće se koriste jake kiseline - HCl, HClO<sub>4</sub> ili H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)
- **ALKALIMETRIJA** - određivanje kiselina titracijom sa standardnim rastvorom baza (najčešće se koriste jake baze - NaOH, KOH ili Ba(OH)<sub>2</sub>)
- Treba da postoji pogodan način za određivanje TE!

# KISELINSKO-BAZNI INDIKATORI

Slabe organske kiseline ili baze koje mogu da daju, odnosno primaju protone, pri čemu menjaju boju.



Dvobojni indikatori:



metil-oranž

$$K_a = \frac{[\text{H}^+] \cdot [\text{In}^-]}{[\text{HIn}]} \Rightarrow [\text{H}^+] = K_a \cdot \frac{[\text{HIn}]}{[\text{In}^-]}$$

$$\text{pH} = \text{p}K_a + \log \frac{[\text{In}^-]}{[\text{HIn}]} \quad 1/10 \quad \text{ili} \quad 10/1$$

$$\text{pH} = \text{p}K_a \pm 1$$

interval prelaza

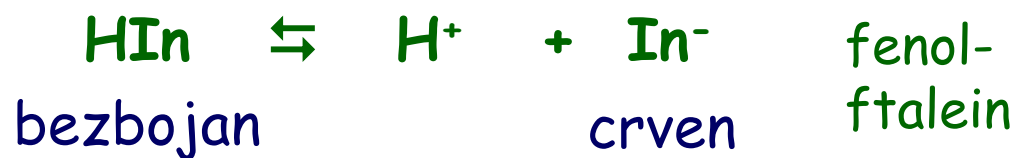
$$\text{pH} = \text{p}K_a$$

tačka prelaza




$$\text{p}K_a \approx \text{pH}_{\text{ZTT (TE)}}$$

Interval ne zavisi od koncentracije indikatora!

Jednobojni indikatori:



$$\text{pH} = \text{pK}_a + \log \frac{c_{\text{min}}}{c_0 - c_{\text{min}}}$$

$c_0$     $\text{pH}$  

►  $c_{\text{min}}$  je minimalna koncentracija obojenog oblika potrebna da se primeti obojenost rastvora

- Interval prelaza je interval pH od prve pojave boje do njenog najvećeg intenziteta
- Zavisí od ukupne koncentracije indikatora ( $c_0$ )

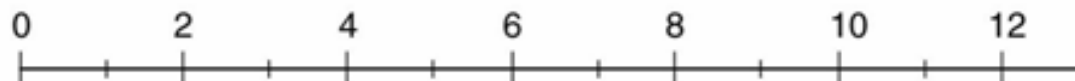
## Mešani indikatori:


- Oštar prelaz boje indikatora se uočava kada dva indikatorska oblika imaju komplementarne boje, tako da se pri  $\text{pH} = \text{pK}_a$  prekrivanjem dve komplementarne boje dobija neutralna siva boja
- ZTT bi odgovarala prelazu jedne komplementarne boje u drugu preko neutralnog sivog (odnosno bezbojnog, ako je koncentracija indikatora niska)
- Kod većine indikatora boje dva oblika indikatora nisu komplementarne, što se prevazilazi mešanjem indikatora

- ► Mešanjem više indikatora može se dobiti smeša koja će pokazivati niz promena boje preko širokog područja pH.
- ► Ovakve smeše se nazivaju **UNIVERZALNIM INDIKATORIMA**
- ► Upotrebljavaju se za približno određivanje pH rastvora (0-14), dok se u volumetrijskoj analizi ne koriste.

Indicator

pH



Methyl violet ——— yellow  violet

Crystal violet ——— yellow  blue

Cresol red ——— red  yellow

Bromphenol blue ——— yellow  blue

Methyl orange ——— red  yellow

Bromcresol green ——— yellow  blue



Methyl red ——— red  yellow

Methyl purple ——— purple  green

Bromothymol blue ——— yellow  blue

Litmus ——— red  blue

Cresol red ——— yellow  red

Thymol blue ——— red  yellow ——— yellow  blue

Phenolphthalein ——— colorless  red violet

Thymolphthalein ——— colorless  blue

Alizarin yellow R ——— yellow  red

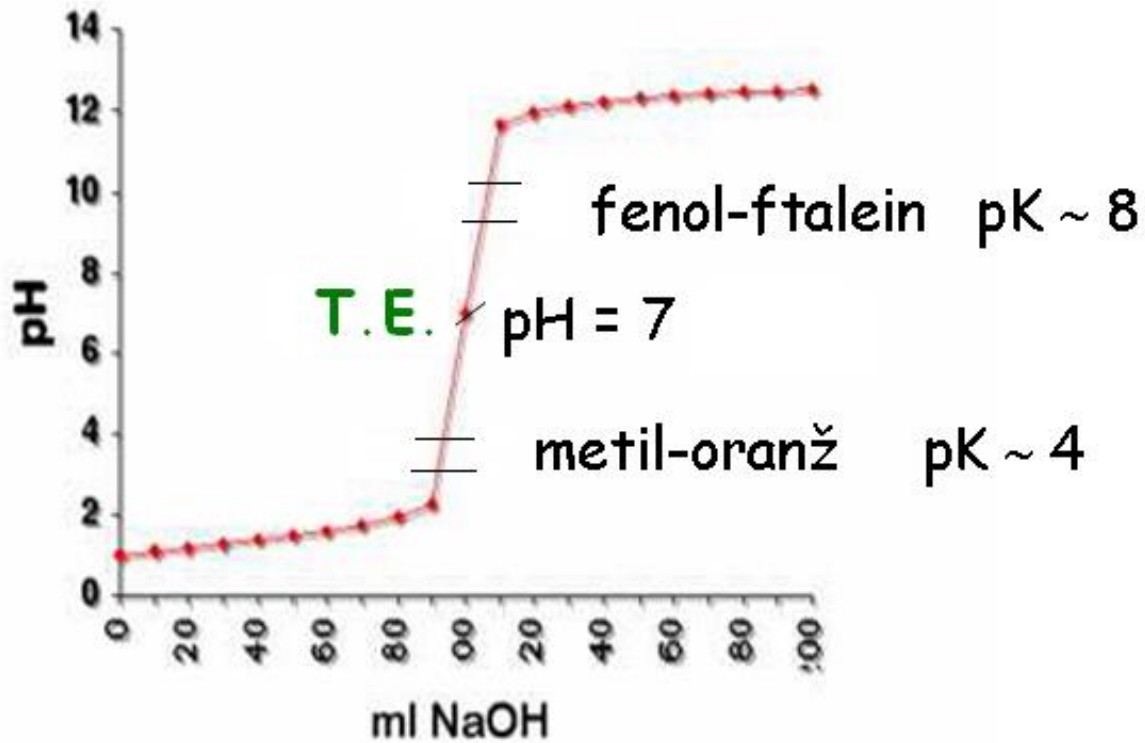
## KRIVA TITRACIJE JAKE KISELINE JAKOM BAZOM (I OBRNUTO)



$$K = \frac{1}{[\text{H}^+] \cdot [\text{OH}^-]} = \frac{1}{K_w} = 1 \cdot 10^{14}$$

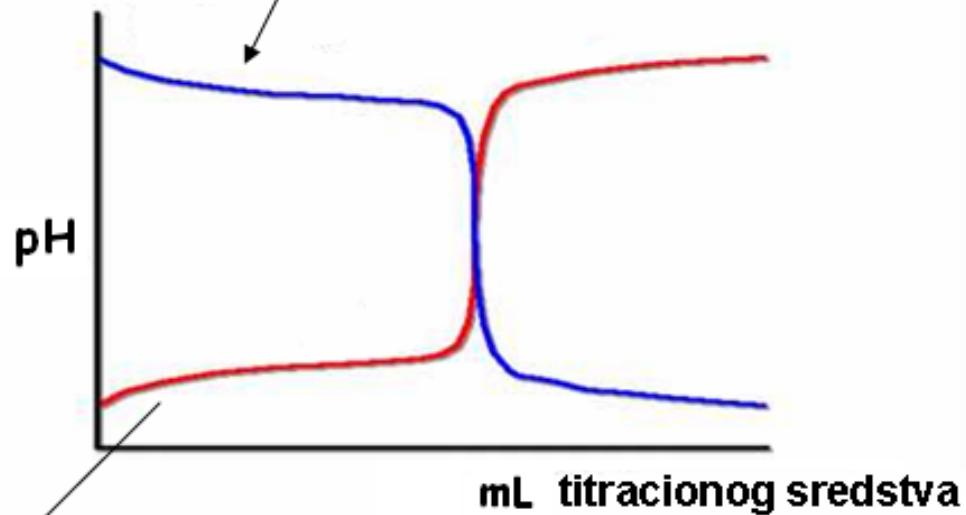
konstanta ravnoteže je visoka - dobijaju se dobro izražene ZTT



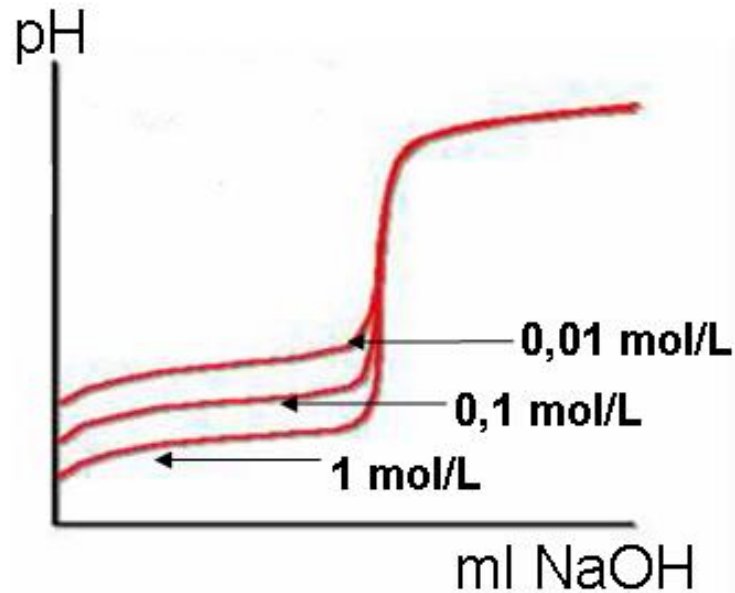


Kriva titracije 100 mL HCl (0,1 mol/L) standardnim rastvorom NaOH koncentracije 0,1000 mol/L

Kriva titracije jake baze jakim kiselinom



Kriva titracije jake kiseline jakim bazom



Zavisnost krive titracije jake kiseline jakim bazom od koncentracije titrovanog uzorka kiseline

♪♪♪ ZTT se uvek nalazi na pH 7, bez obzira na koncentraciju reaktanata!!!

# KRIVA TITRACIJE SLABE KISELINE JAKOM BAZOM

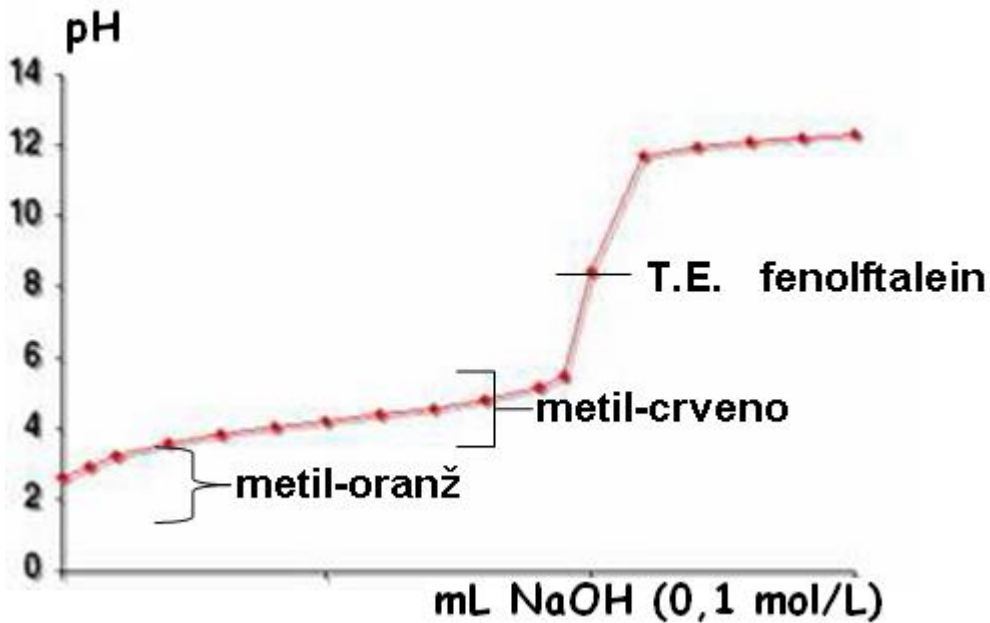


$$K = \frac{[\text{A}^-]}{[\text{HA}] \cdot [\text{OH}^-]} \cdot \frac{[\text{H}^+]}{[\text{H}^+]} = \frac{K_a}{K_w}$$

PRIMER: titracija 100 mL 0,100 mol/L  $\text{CH}_3\text{COOH}$  ( $\text{p}K_a = 4,76$ )  
rastvorom 0,100 mol/L NaOH



$$K = \frac{10^{-4,76}}{10^{-14}} = 10^{9,24}$$



indikator  
fenolftalein  
(bezbojno u crvenu)

1. početak krive -  $\text{CH}_3\text{COOH}$

$$[\text{H}^+] \approx \sqrt{K_a \cdot c_{\text{CH}_3\text{COOH}}}$$

2. pre TE - pufer  $\text{CH}_3\text{COOH} / \text{CH}_3\text{COO}^-$

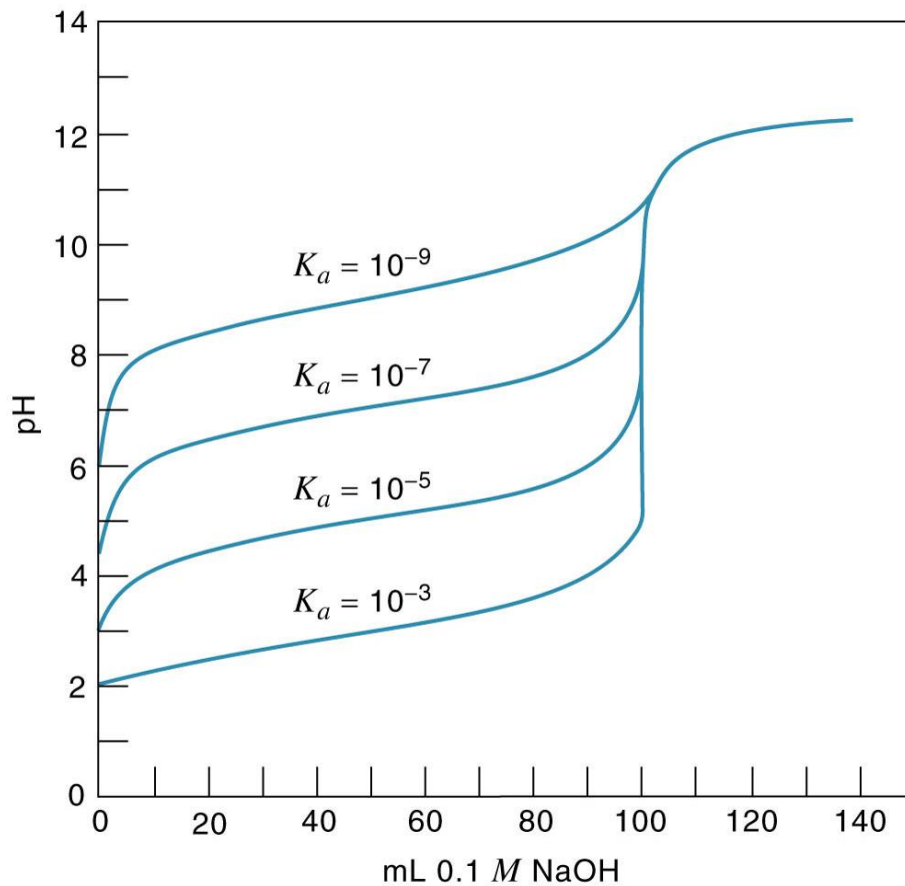
$$[\text{H}^+] = K_a \cdot \frac{c_{\text{CH}_3\text{COOH}}}{c_{\text{CH}_3\text{COO}^-}} \quad \text{poluneutralizacija (50\%)}$$

$$[\text{H}^+] = K_a \rightarrow \text{pH} = \text{p}K_a$$

3. TE - so -  $\text{CH}_3\text{COO}^-$  (baza)

$$[\text{OH}^-] = \sqrt{\frac{K_{\text{H}_2\text{O}}}{K_a} \cdot c_{\text{CH}_3\text{COO}^-}} = \sqrt{K_b \cdot c_{\text{CH}_3\text{COO}^-}}$$

4. posle TE - jaka baza



## Uticaj jačine titrovane kiseline

- ▶ smanjenjem jačine kiseline skok pH na titracionoj krivoj postaje manji
- ▶ to je posledica sve nepotpunije reakcije neutralizacije
- ▶ kiseline kod kojih je  $K_a \cdot c_{\text{kis}} \leq 10^{-8}$  se ne mogu titrovati u vodenim rastvorima

## Izbor indikatora

- ▶ zbog manjeg skoka pH u ZTT ograničen je izbor indikatora
- ▶ odgovaraju indikatorima sa prelazom u baznoj sredini, što bliže ZTT
- ▶ izbor indikatora je kritičniji što je titrovana kiselina slabija

# KRIVA TITRACIJE SLABE BAZE JAKOM KISELINOM



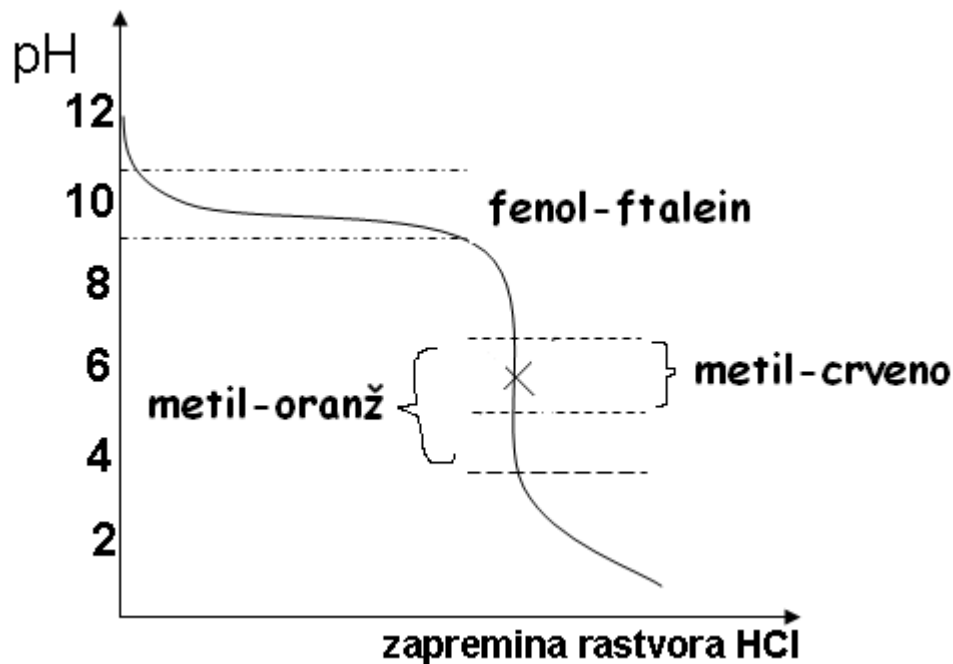
$$K = \frac{[BH^+]}{[B] \cdot [H^+]} = \frac{1}{K_a} = \frac{K_b}{K_w}$$

PRIMER: titracija 100 mL 0,100 mol/L  $NH_3$  ( $pK_a = 9,25$  odn.  $pK_b = 4,75$ ) rastvorom 0,100 mol/L HCl



$$K = \frac{1}{10^{-9,25}} = 10^{9,25}$$





indikator  
metil-oranž  
ili metil-crveno

1. početak krive -  $\text{NH}_3$

$$[\text{OH}^-] \approx \sqrt{K_b \cdot c_{\text{NH}_3}}$$

2. pre TE - pufer  $\text{NH}_3 / \text{NH}_4^+$

$$[\text{OH}^-] = K_b \cdot \frac{c_{\text{NH}_3}}{c_{\text{NH}_4^+}}$$

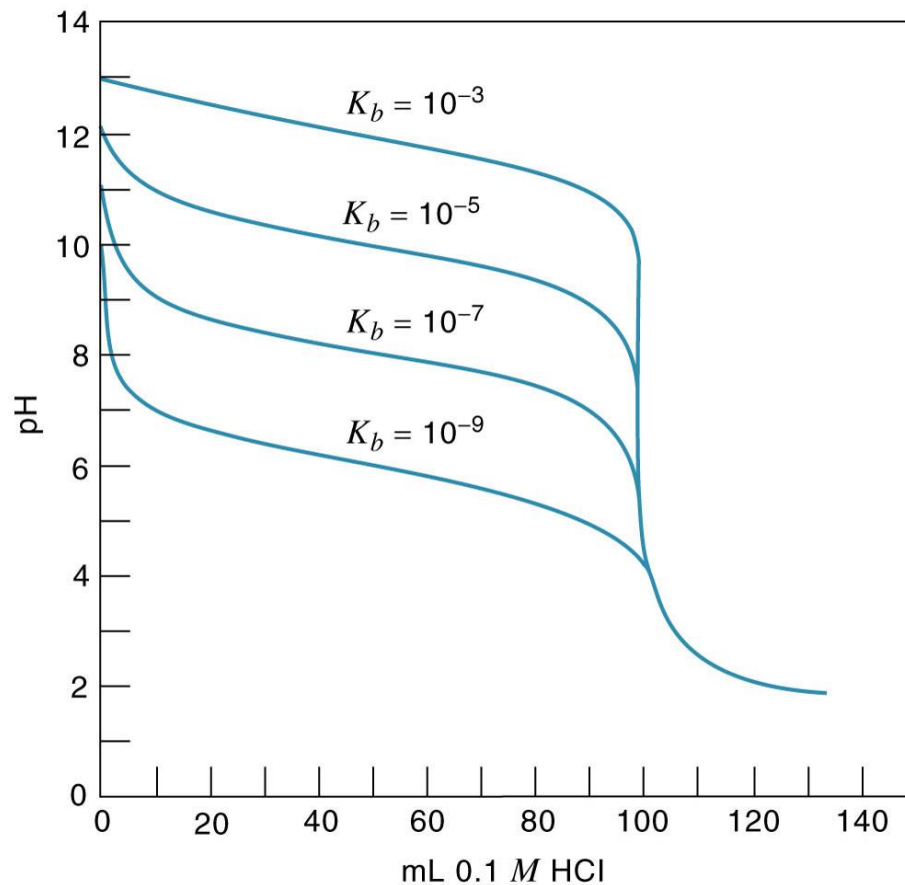
poluneutralizacija (50%)

$$[\text{NH}_3] = [\text{NH}_4^+] \rightarrow \text{pOH} = \text{p}K_b$$

3. TE - so -  $\text{NH}_4^+$  (kiselina)

$$[\text{H}^+] = \sqrt{\frac{K_{\text{H}_2\text{O}}}{K_b} \cdot c_{\text{NH}_4^+}} = \sqrt{K_a \cdot c_{\text{NH}_4^+}}$$

4. posle TE - jaka kiselina



## Uticaj jačine titrovane baze

- ▶ smanjenjem jačine baze skok pH na titracionoj krivoj postaje manji
- ▶ to je posledica sve nepotpunije reakcije neutralizacije
- ▶ baze kod kojih je  $K_b \cdot c_{\text{baz}} \leq 10^{-8}$  se ne mogu titrovati u vodenim rastvorima

## Izbor indikatora

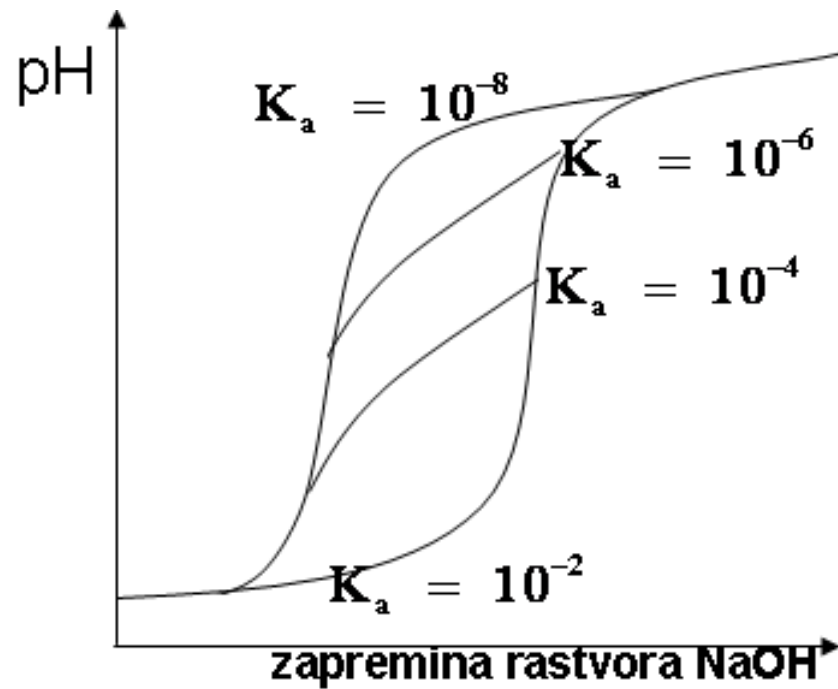
- ▶ zbog manjeg skoka pH u ZTT ograničen je izbor indikatora
- ▶ odgovaraju indikatorima sa prelazom u kiseloj sredini, što bliže ZTT
- ▶ izbor indikatora je kritičniji što je titrovana baza slabija

# TITRACIJE SMEŠE KISELINA ILI BAZA

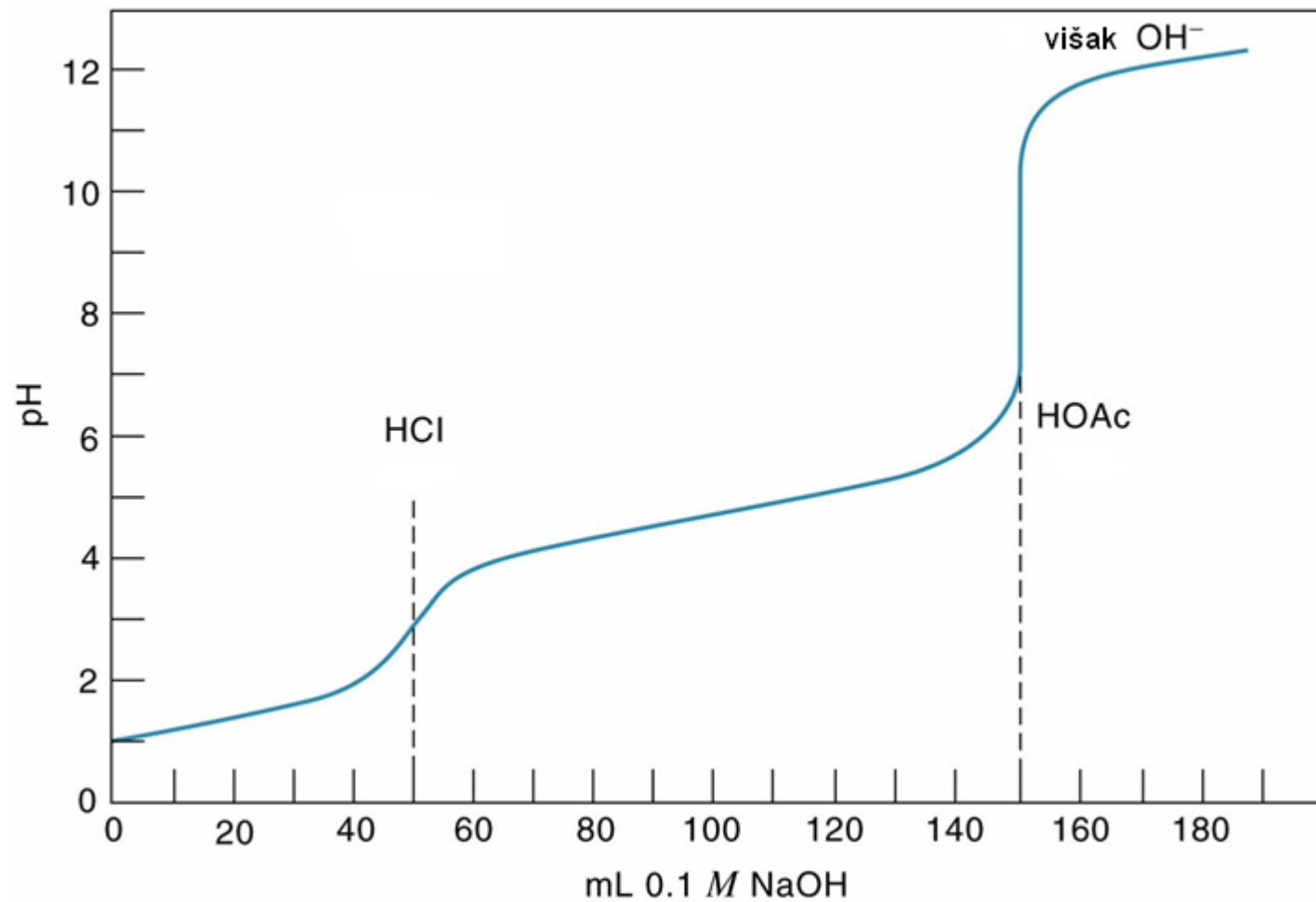
♣ ako se titruje smeša dve kiseline približno jednake jačine, dobija se samo jedan skok i jedna ZTT - titracijom se određuje samo UKUPNA kiselost

♣ ako se titruje smeša dve kiseline različite jačine, prvo se titruje jača kiselina uz odgovarajući skok pH na  $ZTT_1$ , a zatim druga kiselina dajući  $ZTT_2$

Ovo je moguće samo ako je odnos konstanti kiselosti dve kiseline veći od  $10^4$  (uz tačnost od oko 1%) ili  $10^6$  (uz tačnost od oko 0,1%) - pod uslovom da su obe kiseline dovoljno jake da mogu da se titruju u vodenim rastvorima !!!



Titracione krive titracije smeše jake i slabe kiseline jakim bazom



©Gary Christian,  
Analytical Chemistry,  
6th Ed. (Wiley)

# TITRACIJE POLIPROTIČNIH KISELINA

► titracione krive pokazuju više ekvivalentnih tačaka, ukoliko se sukcesivne konstante disocijacije međusobno dovoljno razlikuju

$$\frac{K_{a(n-1)}}{K_{an}} \geq 10^4, \text{ za tačnost 1\%}$$

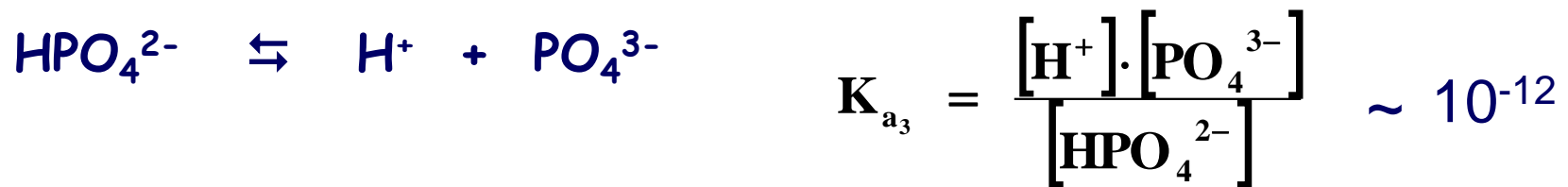
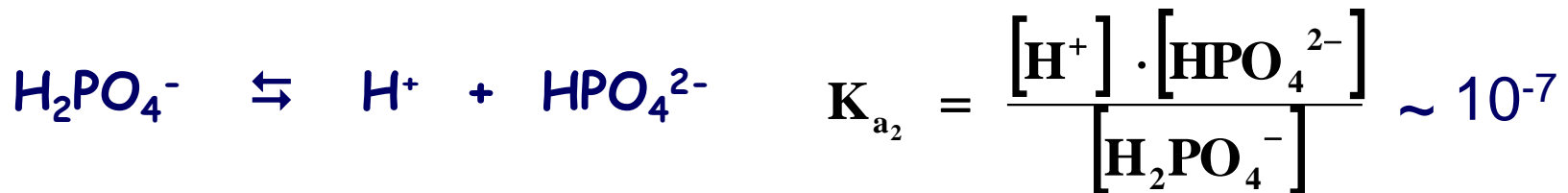
$$\frac{K_{a(n-1)}}{K_{an}} \geq 10^6, \text{ za tačnost 0,1\%}$$

► PRIMERI:

- maleinska kiselina  $\frac{K_{a1}}{K_{a2}} \approx 10^{4,3}$ , mogu da se koriste obe ZTT mada je druga izraženija
- oksalna kiselina  $\frac{K_{a1}}{K_{a2}} \approx 10^3$ , uvek se određuje druga ZTT
- sumporna kiselina  $K_{a2} = 1,2 \cdot 10^{-2}$ , i oblik  $\text{HSO}_4^-$  je toliko disosovan da može da se titruje kao jaka kiselina, jedna ZTT



# KRIVA TITRACIJE POLIPROTIČNE KISELINE JAKOM BAZOM



$$\mathbf{K}_a = \mathbf{K}_{a_1} \cdot \mathbf{K}_{a_2} \cdot \mathbf{K}_{a_3}$$

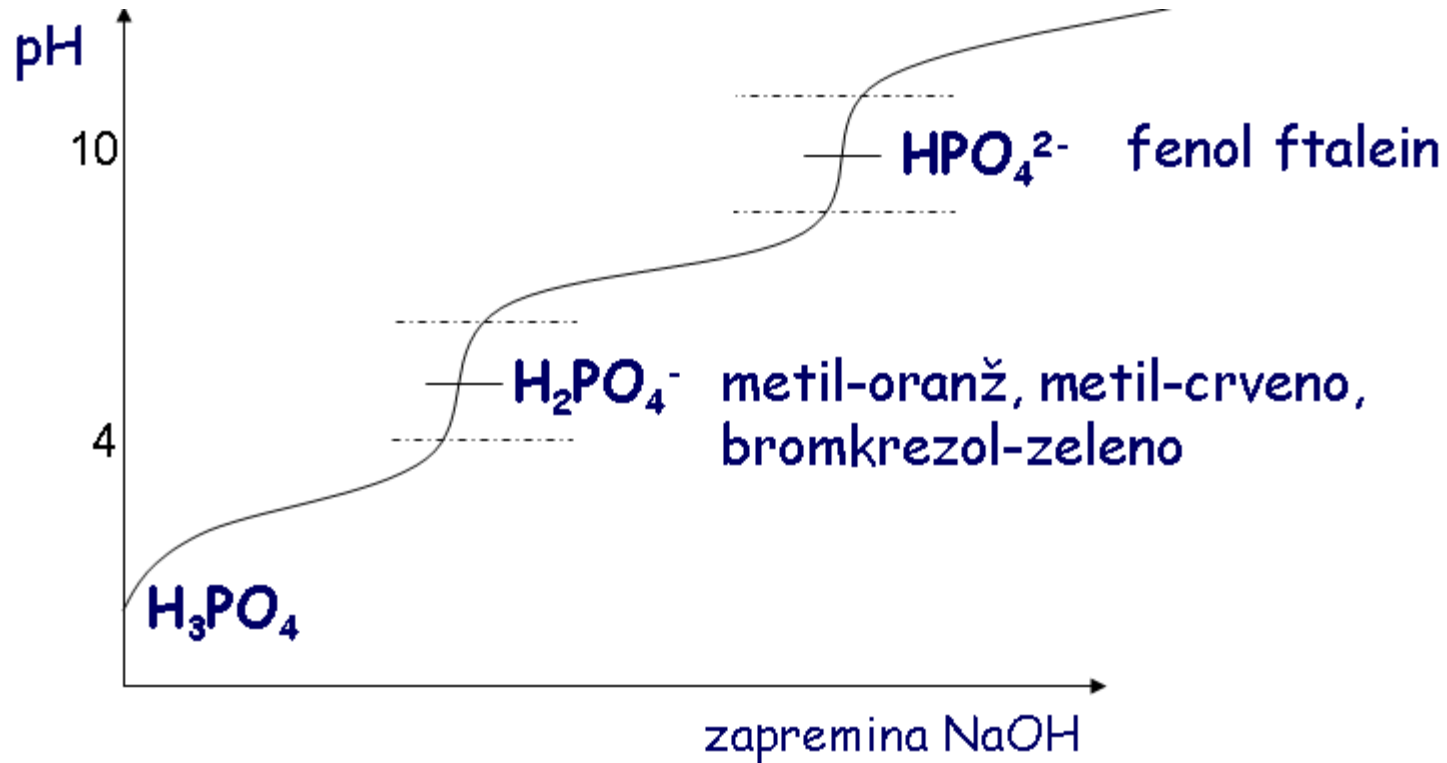
$$\begin{matrix} \mathbf{K}_1 & > & \mathbf{K}_2 & > \\ \mathbf{K}_3 & & & & \end{matrix}$$

$$\frac{\mathbf{K}_1}{\mathbf{K}_2} \approx 10^5$$

$$\frac{\mathbf{K}_2}{\mathbf{K}_3} \approx 10^5$$

$$\frac{\mathbf{K}_n}{\mathbf{K}_{n+1}} \geq 10^4$$

Kriva titracije 100 mL 0,100 mol/L  $\text{H}_3\text{PO}_4$  standardnim rastvorom NaOH 0,1000 mol/L



Fosforna kiselina se može titrovati kao monoprotična i kao diprotična kiselina !!!

\*kao triprotična ne može direktno!

## 1. pH početnog rastvora ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ )

U prvom stepenu protolize fosforna kiselina je srednje jaka kiselina ( $K_{\text{kiseline}} \cdot C_{\text{kiseline}} \gg K_{\text{vode}}$ )!!!

$$[\text{H}_3\text{O}^+] = \frac{-K_{a1} + \sqrt{K_{a1}^2 + 4K_{a1}C_{\text{kiseline}}}}{2} \quad \text{pH} \approx 1,63$$

## 2. pH u toku titracije prvog protona (oblast prvog pufera) do prve TE $\text{H}_3\text{PO}_4 / \text{H}_2\text{PO}_4^-$



$$[\text{H}_3\text{O}^+] = K_{a1} \cdot \frac{[\text{H}_3\text{PO}_4]}{[\text{H}_2\text{PO}_4^-]}$$

Prva poluneutralizacija  
(kada se doda 50% NaOH)

$$[\text{H}_3\text{PO}_4] = [\text{H}_2\text{PO}_4^-]$$

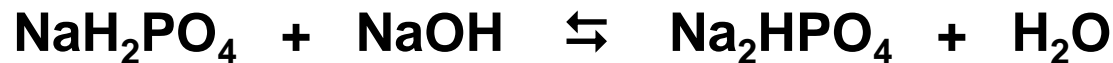
$$\text{pH} = \text{p}K_{a1} \approx 2,3$$

### 3. pH u prvoj tački ekvivalencije ( $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ amfolit)

$$[\text{H}_3\text{O}^+] = \sqrt{K_{a1} \cdot K_{a2}} \quad \text{pH} = \frac{\text{p}K_{a1} + \text{p}K_{a2}}{2} = 4,73$$

indikator metil-oranž

### 4. pH u toku titracije drugog protona (oblast drugog pufera)



$$[\text{H}_3\text{O}^+] = K_{a2} \cdot \frac{[\text{H}_2\text{PO}_4^-]}{[\text{HPO}_4^{2-}]}$$

Druga poluneutralizacija

$$[\text{H}_2\text{PO}_4^-] = [\text{HPO}_4^{2-}] \Rightarrow \text{pH} = \text{p}K_{a2} = 7,2$$

## 5. pH u drugoj tački ekvivalencije ( $\text{HPO}_4^{2-}$ amfolit)

$$[\text{H}_3\text{O}^+] = \sqrt{K_{a2} \cdot K_{a3}} \quad \text{pH} = \frac{\text{p}K_{a2} + \text{p}K_{a3}}{2} = 9,75$$

indikator fenol-ftalein

## 6. pH u toku titracije trećeg protona (oblast trećeg pufera)



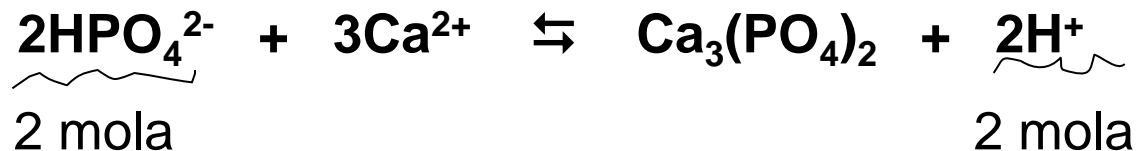
Koncentracija hidronijum jona u ovom puferu bi teorijski mogla da se izračuna na osnovu izraza:

$$[\text{H}_3\text{O}^+] = K_{a3} \cdot \frac{[\text{HPO}_4^{2-}]}{[\text{PO}_4^{3-}]}$$

## 7. pH u trećoj tački ekvivalencije

Treća tačka ekvivalencije ne može da se uoči ( $K_{a3} = 5 \cdot 10^{-13}$ )

Određuje se indirektno dodavanjem kalcijum-hlorida:



Oslobađa se ekvivalentna količina HCl.

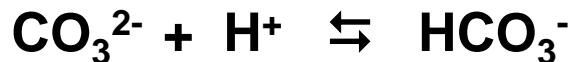
# TITRACIJA NATRIJUM-KARBONATA

## ► slaba dvofunkcionalna baza

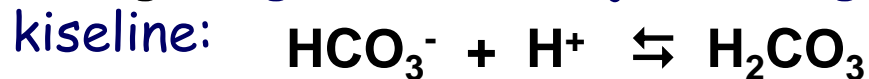


$\frac{K_{a1}}{K_{a2}} \approx 10^4$   titracija teče u dva stepena i dobijaju se dve ZTT

- prva odgovara titraciji karbonata do hidrogen-karbonata:

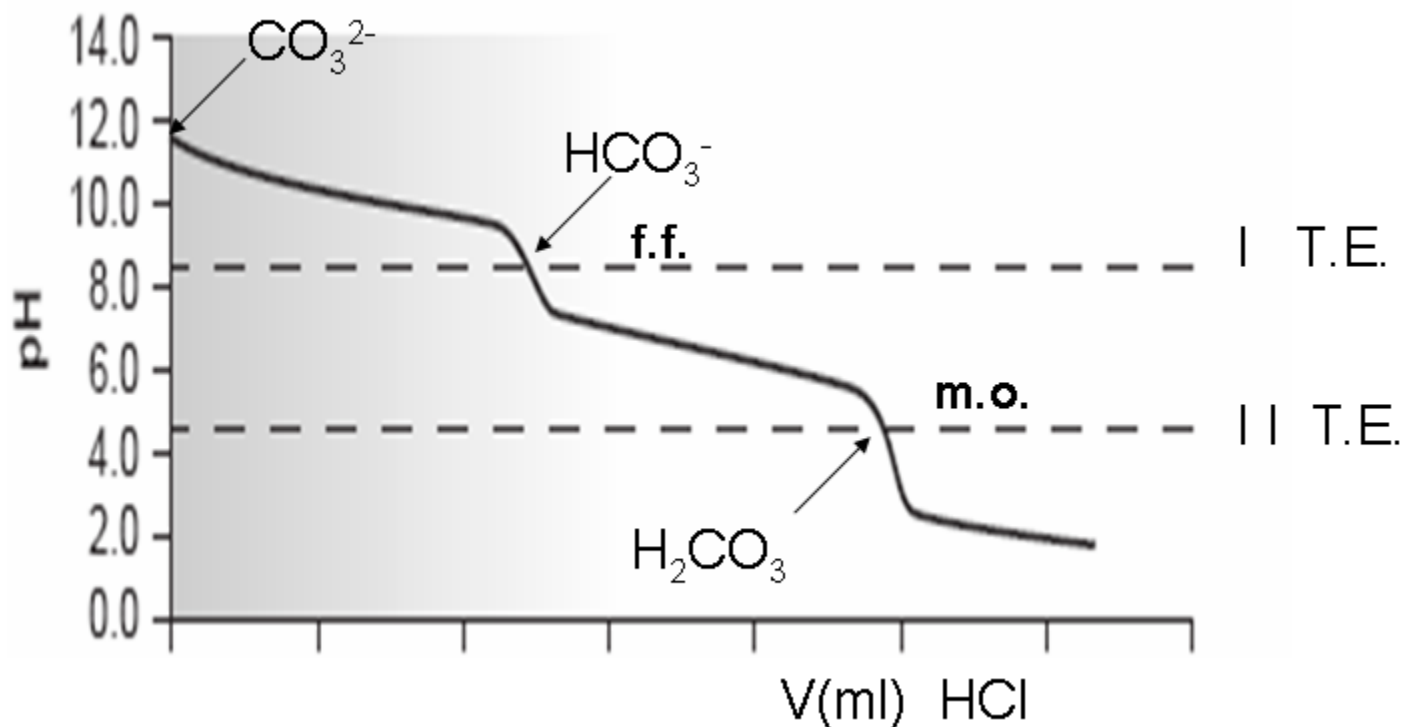


- druga odgovara titraciji nastalog hidrogen-karbonata do ugljene



◆◆◆ druga ZTT je oštija, jer je proizvod reakcije ( $\text{H}_2\text{CO}_3$ ) nestabilan i razgrađuje se na  $\text{H}_2\text{O}$  i  $\text{CO}_2$  ( $\text{CO}_2$  odlazi iz sistema) tako da se ravnoteža pomera u desno, konstanta postaje povoljnija

# KRIVA TITRACIJE 100 mL 0,1 mol/l $\text{Na}_2\text{CO}_3$ RASTVOROM 0,1 mol/l $\text{HCl}$





## 1. pH početnog rastvora ( $\text{CO}_3^{2-}$ )



$$[\text{OH}^-] = \sqrt{K_{b1} \cdot c_{\text{CO}_3^{2-}}} \quad \text{pH} \approx 11,5$$

## 2. pH do prve TE (oblast prvog pufera) $\text{CO}_3^{2-} / \text{HCO}_3^-$

$$[\text{H}^+] = K_{a2} \cdot \frac{c_{\text{HCO}_3^-}}{c_{\text{CO}_3^{2-}}} \quad [\text{HCO}_3^-] = [\text{CO}_3^{2-}] \quad \text{pH} = \text{p}K_{a2}$$

3. pH na prvoj TE (  $\text{NaHCO}_3$  ) (kisela so - amfolit)

$$\text{pH} = \frac{\text{pK}_{a1} + \text{pK}_{a2}}{2} \approx 8$$

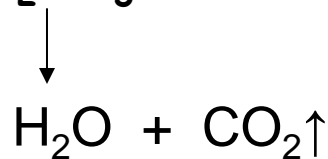
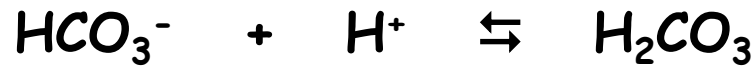
indikator fenol ftalein

4. pH posle prve TE (oblast drugog pufera )

$\text{HCO}_3^-/\text{H}_2\text{CO}_3$  (živi svet !)

$$[\text{H}^+] = K_{a1} \cdot \frac{c_{\text{H}_2\text{CO}_3}}{c_{\text{HCO}_3^-}} \quad [\text{HCO}_3^-] = [\text{H}_2\text{CO}_3] \quad \text{pH} = \text{pK}_{a1}$$

## 5. pH na drugoj TE ( $H_2CO_3$ )



$$[H^+] = \sqrt{K_{a1} \cdot c_{H_2CO_3}} \Rightarrow pH \approx 4$$

## 6. pH posle druge TE jaka kiselina ( $HCl$ )

**\*\* druga TE je izraženija !!!**

**(ali razvučena  $CO_2$  oprez - prividan skok)**

## PRIMENA KISELINSKO-BAZNIH TITRACIJA

- ♣ Brzo i tačno se određuju mnoge neorganske i organske kiseline i baze.

# STANDARDNI RASTVORI KISELINA

HCl (najčešće), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HClO<sub>4</sub>, retko HNO<sub>3</sub>

Standardizacija pomoću baznih supstanci, primarnih standarda

Natrijum- karbonat:

- pre upotrebe 30 min. zagrevanje 270-300°C
- da se odstrani sva voda i tragovi bikarbonata prevedu u karbonate
- titracija se vrši do druge ZTT

Natrijum- tetraborat dekahidrat (boraks):



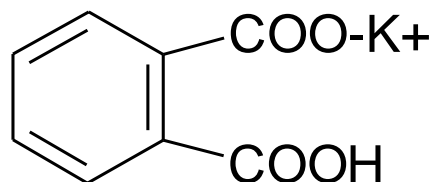
# STANDARDNI RASTVORI BAZA

NaOH (najčešće), retko KOH, Ba(OH)<sub>2</sub>

„karbonatna greška„

Standardizacija pomoću kiselih supstanci primarnih standarda

Kalijum-hidrogenftalat: nehigroskopian      pH ≈ 8



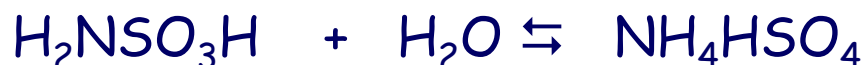
$$pK_{a_1} = 3,10$$

$$pK_{a_2} = 5,40$$

ZTT slabo bazna (fenol-ftalein)

Kalijum-hidrogenjodat: KH(JO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (120°C)      pH = 5 – 9

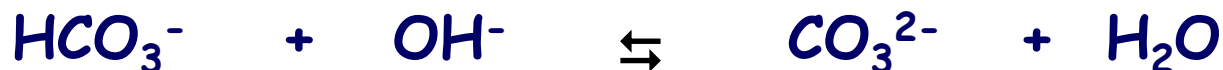
Sulfaminska kiselina: H<sub>2</sub>N-SO<sub>3</sub>H (jaka kiselina, stabilna je suva)



rastvaranje neposredno pred upotrebu

## ANALIZA SMEŠE: $\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{HCO}_3^-$ i $\text{OH}^-$

U rastvoru ne mogu da se istovremeno nađu hidrogenkarbonat i hidroksid:



▶▶ vrše se dve titracije sa standardnim rastvorom kiseline

▶▶ jedna uz indikator koji menja boju u baznoj sredini (fenolftalein)

*p-alkalitet*

▶▶ druga uz indikator koji menja boju u kiseloj sredini (metil-oranž)

*m-alkalitet*



Prisutno:

$$V_{FF} : V_{MO}$$



$$V_{FF} = V_{MO}$$



$$V_{FF} = \frac{1}{2} V_{MO}$$



$$V_{FF} = 0$$



$$V_{FF} > \frac{1}{2} V_{MO}$$

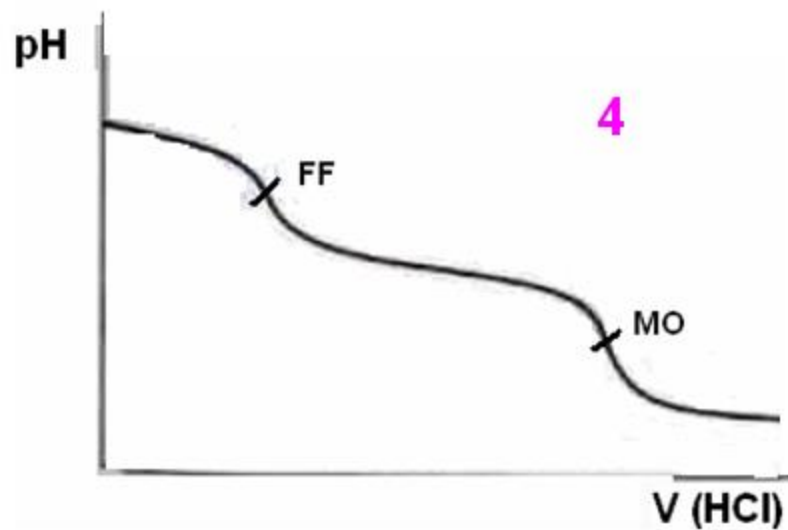
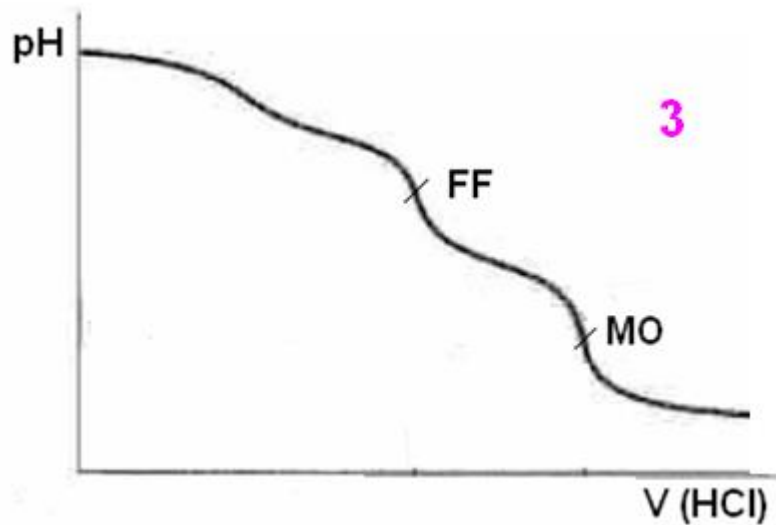
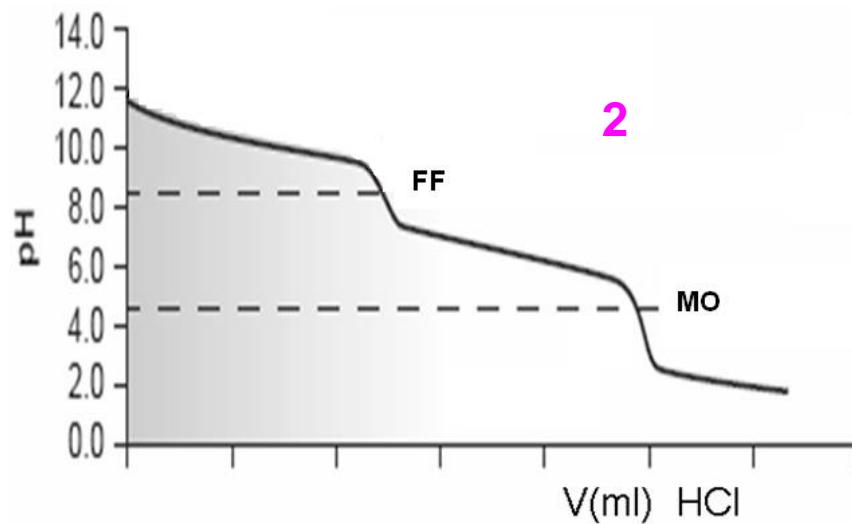
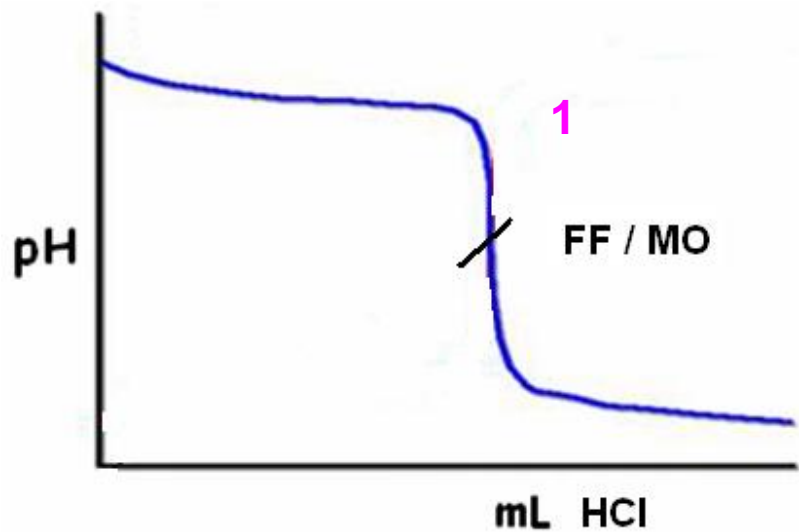


$$V_{FF} < \frac{1}{2} V_{MO}$$

**\*\*\*** Analiza može da se izvede i pomoću jedne jedine titracije, jer je fenolftalein jednobojan indikator pa ne smeta nastavku titracije uz metil-oranž kao indikator.

(tada se menja odnos zapremina u prethodno datoj tabeli)

- ▶ ovakav način nije dovoljno tačan
- ▶ određivanje prve ZTT, jer skok pH nije dovoljno izražen, dovodi do greške određivanja 3-5%



Da bi se povećala tačnost koristi se mala rastvorljivost  $\text{BaCO}_3$  i mogućnost titracije  $\text{NaOH}$  u njegovom prisustvu:

### određivanje smeše karbonata i hidroksida po Winkleru

- u jednom alikvotu se titruju obe komponente zajedno uz metil-oranž
- drugom alikvotu se dodaje veliki višak  $\text{BaCl}_2$  koji taloži sav karbonat, a onda se bez prethodnog uklanjanja taloga titruje sam hidroksid uz fenolftalein kao indikator

## određivanje smeše karbonata i hidrogenkarbonata

- u jednom alikvotu se titruju obe komponente zajedno uz metil-oranž
- u drugom alikvotu se određuje sadržaj hidrogenkarbonata dodatkom tačno određene količine standardnog rastvora NaOH (hidrogenkarbonat prevodi u karbonat i ostaje u višku); dodatkom viška  $\text{BaCl}_2$  istalože se svi karbonati dok u rastvoru ostaje višak NaOH čija količina se određuje retitracijom standardnim rastvorom HCl uz fenolftalein kao indikator

## BIKARBONATI I KARBONATI - alkalitet vode

Alkalitet je broj mL utrošenog standardnog rastvora HCl  $c=0,1 \text{ mol/mL}$  za neutralizaciju alkalnih soli u 1 mL vode do određene pH vrednosti.

Titracijom uz fenolftalein (do  $\text{pH}=8$ ) određuje se p-alkalitet.

sadržaj karbonata

Titracijom uz metil-oranž (do  $\text{pH}=3$ ) određuje se m-alkalitet.

sadržaj bikarbonata

\*\* Nomogrami - odnos sadržaja  $\text{CO}_2$ ,  $\text{HCO}_3^-$  i pH

## Određivanje $\text{CO}_2$ - aciditet vode

- ♣ Ugljen-dioksida ima u zemljištu 30-50 puta više nego u vazduhu.
- ♣ Proizvod je raspadanja organskih supstanci i geohemijskih procesa u dubini zemlje i na taj način dospeva u vodu.
- ♣ površinske vode - nekoliko mg u  $\text{dm}^3$
- ♣ podzemne vode - do 100 mg/ $\text{dm}^3$
- ♣ najčešće je 1-30 mg/ $\text{dm}^3$
- ♣ mineralne kisele vode mogu da sadrže i više od 1 g/ $\text{dm}^3$
- ♣ voda čije je  $\text{pH} > 8,5$  nema ugljen-dioksida !

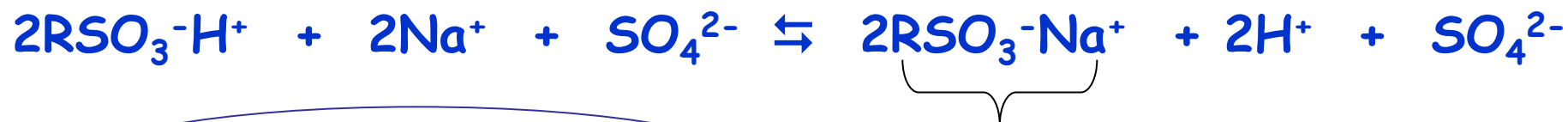
U vodi se nalazi VEZAN kao  $\text{HCO}_3^-$  i  $\text{CO}_3^{2-}$

SLOBODAN oko 1% kao  $\text{H}_2\text{CO}_3$  i 99% kao  $\text{CO}_2$

Aciditet vode se izražava utroškom standardnog rastvora baze za neutralizaciju  $\text{CO}_2$  u  $1 \text{ dm}^3$  vode uz indikator fenolftalein.



## Određivanje $\text{Na}_2\text{SO}_4$



$\text{RSO}_3\text{-H}^+$  kiseli katjonit

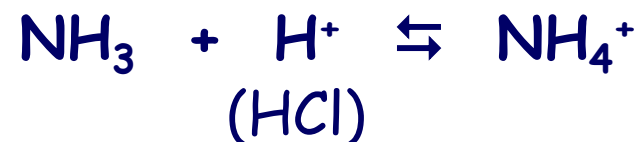
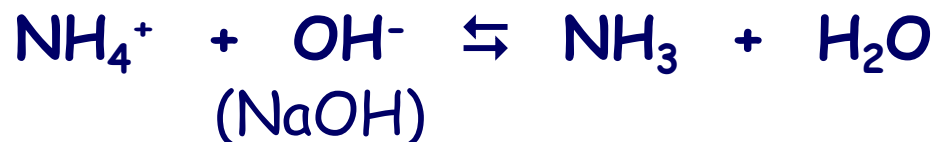
2) + NaOH  
metil-oranž

Regeneracija:  $\text{HCl}$  (3 - 4 mol/L)  $\longrightarrow$  eluiranje  $\text{H}_2\text{O}$

(pH = 7)

Aktivirana kolona  $\longrightarrow$   $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (određ.zapremine)  $\longrightarrow$  ispir. $\text{H}_2\text{O}$   
( $3 \times V_{\text{kol}}$ )

## Određivanje $\text{NH}_3$ u amonijačnim solima



višak  $\text{H}^+$  se titruje J.B. (NaOH) uz metil-oranž crveno  $\rightarrow$  žuto

Modifikacija:



## Određivanje azota po KJELDAL-u

- Primenjuje se za određivanje sadržaja različitih oblika azota u organskim i neorganskim uzorcima.

- Jednostavna metoda;     organska supstanca     +     conc. $H_2SO_4$   
  
 $CO_2 + H_2O$      zagrevanje  
 $NH_4HSO_4$

Neophodna je redukcija ako je azot prisutan u obliku:

nitro-, azo-, diazo itd.



Katalizatori Cu, Hg, Se ( $Hg^{2+}$  i  $Cu^{2+}$  se moraju istaložiti pre destilacije u obliku sulfida)

## Određivanje azota po DUMAS-u

CuO (prah) + uzorak  $\xrightarrow{\text{CO}_2}$  cev za spaljivanje

+ N<sub>2</sub>  $\longrightarrow$  gasna bireta sa KOH  $\longrightarrow$  aps. CO<sub>2</sub> i H<sub>2</sub>O  
(SO<sub>2</sub> ; HCl)

direktno se meri zapremina