



Spectrometrie

Bepaling van het gehalte osmiumzuur in ampullen 10 ml = 100 mg osmiumtetroxide

Ron v.'t Hart,
Merwedeziekenhuis Dordrecht

Reagentia:

Thioureum reagens; weeg 1,50 g thioureum af in een bekerglas, los op in 30 ml water. De oplossing bevat nu ca 50 mg/ml (5%) thioureum.

Gebruikte apparatuur; Shimadzu UV-2101PC spectrofotometer

Werkwijze:

Standaarden:

Neem nauwkeurig ca 100 mg Osmiumtetroxide af in een maatkolf van 10 ml (= S milligram), los op en verdun met water tot 10 ml. (= oplossing ST, de factor $F = S/100$)

Vul vijf maatkolven van 50 ml elk met ca 40 ml 0,1 M HCl.

Pipetteer hierbij respectievelijk 0 - 50 - 100 - 200 en 400 μ l van opl. ST. Pipetteer hierbij 5 ml thioureum reagens.

Vul aan met 0,1 M HCl tot 50 ml, meng. Laat 1 uur staan.

De oplossingen bevatten nu respectievelijk 0 - 10xF - 20xF - 40xF - 80xF mg Osmiumtetroxide/liter.

Monster:

Vul een maatkolf van 50 ml elk met ca 40 ml 0,1 M HCl.

Pipetteer hierbij 250 μ l monster. Pipetteer hierbij 5 ml thioureum reagens.

Vul aan met 0,1 M HCl tot 50 ml, meng. Laat 1 uur staan.

Meet de absorbtie van de monsteroplossing bij 544 nm tegen 0,1 M HCl en bereken de concentratie van het monster t.o.v. de ijklijn.

Opmerkingen:

- ▶ Voor de bereiding wordt 2 x 1 gram Osmiumtetroxide gekocht en dit wordt in zijn geheel gebruikt. Er blijft dus geen Osmiumtetroxide over om als grondstof voor het maken van een ijklijn te dienen.
- ▶ Gezien de giftigheid, vluchtigheid en reactiviteit van osmiumtetroxide, is

het onpraktisch om de grondstof op het laboratorium op voorraad te hebben voor het maken van een ijklijn.

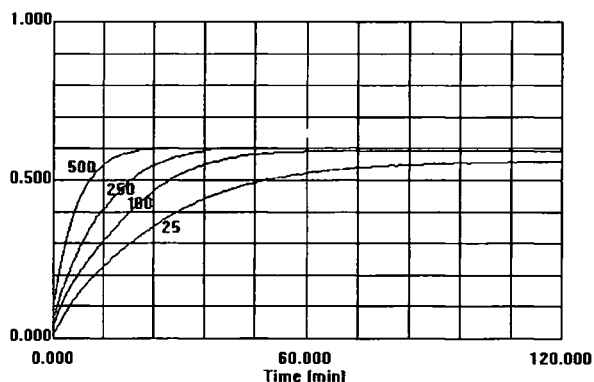
Er is derhalve gekozen voor het gebruiken van een éénmalig gemaakte ijklijn, waar het monster op wordt uitgerekend. Deze ijklijn kan eventueel opnieuw gemaakt worden door hiervoor 100 mg osmiumtetroxide te bestellen. (Merck art 1.24505.0100).

Bij het opzetten van de bepaling is gekeken naar :

- ▶ de tijdsduur die, onder invloed van de hoeveelheid toegevoegde thioureum reagens, nodig is om tot een maximale kleurontwikkeling komen.
- ▶ naar de stabiliteit van de kleur in de tijd.
- ▶ Ook is gekeken of deze tijdsduur bij twee verschillende concentraties osmiumtetroxide (en dezelfde hoeveelheid thioureumreagens) bij benadering gelijk is.

De benodigde tijdsduur is getest met een concentratie van 50 mg/liter osmiumtetroxide en met verschillende hoeveelheden thioureum. Aan de maatkolf van 50 ml is toegevoegd respectievelijk 25,100,250 en 500 mg thioureum. In het uiteindelijke voorschrift is op grond hiervan en rekening houdend met de oplosbaarheid van thioureum in water (ca 1:11) gekozen voor 5 ml van een 5% oplossing (250 mg thioureum).

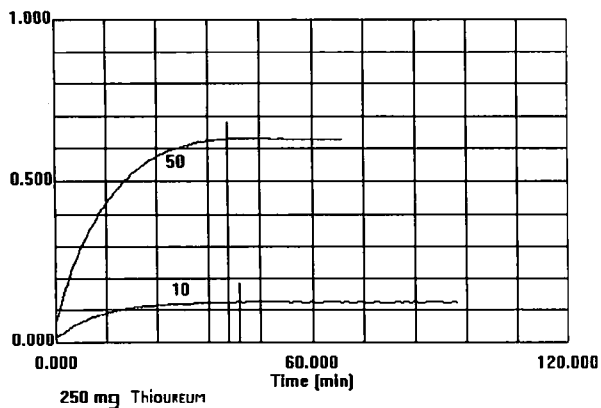
Figuur 1 laat de absorbtie tegen de tijd zien van een oplossing van 50 mg/l (2,5 mg/50 ml) osmiumtetroxide in 0,1 M HCl, waaraan respectievelijk 25,100,250 en 500 mg thioureum is toegevoegd.



Figuur 1

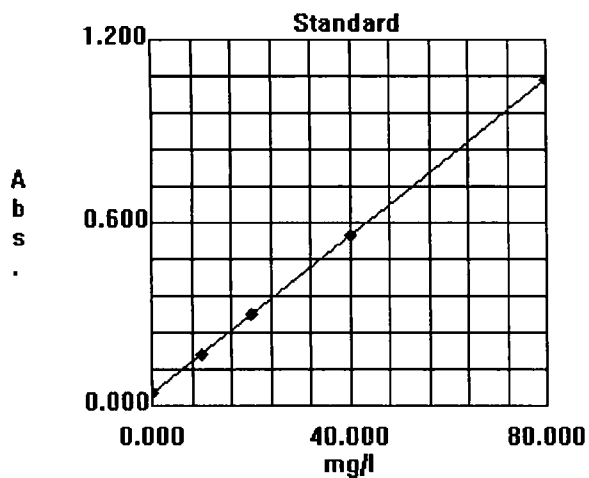
Figuur 2 laat de absorbtie tegen de tijd zien van twee oplossingen met een concentratie van respectievelijk 10 en 50 mg/liter osmiumtetroxide (0,5 en 2,5 mg/50 ml), waaraan 250 mg thioureum is toegevoegd.

Duidelijk is dat beide oplossingen tussen de 36 en 48 minuten een stabiele eindwaarde bereiken.



Figuur 2

De ijklijn van de standaardreeks 0,10,-20,40,80 mg/l osmiumtetroxide is te zien in figuur 3



Figuur 3

De kleur is minimaal 4 uur stabiel.

Literatuur:

Bij het opzetten van de bepaling is gebruik gemaakt van een identiteitsreactie uit 'van Nieuwenburg, chemische microanalyse', blz 146.