

Sašo Gyergyek

# ANORGANSKA KEMIJA

Navodila za laboratorijske vaje



Univerzitetna založba  
Univerze v Mariboru





Univerza v Mariboru

Fakulteta za kemijo  
in kemijsko tehnologijo

# Anorganska kemija

Navodila za laboratorijske vaje

Avtor

**Sašo Gyergyek**

December 2023

<b>Naslov</b> <i>Title</i>	<b>Anorganska kemija</b> <i>Inorganic Chemistry</i>
<b>Podnaslov</b> <i>Subtitle</i>	<b>Navodila za laboratorijske vaje</b> <i>Laboratory Manual</i>
<b>Avtor</b> <i>Author</i>	Sašo Gyergyek (Univerza v Mariboru, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo)
<b>Recenzija</b> <i>Review</i>	Irena Ban (Univerza v Mariboru, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo)
<b>Tehnični urednik</b> <i>Technical editor</i>	Jan Perša (Univerza v Mariboru, Univerzitetna založba)
<b>Oblikovanje ovitka</b> <i>Cover designer</i>	Jan Perša (Univerza v Mariboru, Univerzitetna založba)
<b>Grafika na ovitku</b> <i>Cover graphics</i>	A black and white photo of water bubbles, avtor: Kier in Sight Archives, unsplash.com, CC0, 2023
<b>Grafične priloge</b> <i>Graphic material</i>	Gyergyek, 2023

<b>Založnik</b> <i>Published by</i>	<b>Univerza v Mariboru</b> <b>Univerzitetna založba</b> Sloški trg 15, 2000 Maribor, Slovenija <a href="https://press.um.si">https://press.um.si</a> , <a href="mailto:zalozba@um.si">zalozba@um.si</a>
<b>Izdajatelj</b> <i>Issued by</i>	<b>Univerza v Mariboru</b> <b>Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo</b> Smetanova ulica 17, 2000 Maribor, Slovenija <a href="https://epf.um.si">https://epf.um.si</a> , <a href="mailto:epf@um.si">epf@um.si</a>
<b>Izdaja</b> <i>Edition</i>	Prva izdaja
<b>Vrsta publikacije</b> <i>Publication type</i>	E-knjiga
<b>Dostopno na</b> <i>Available at</i>	<a href="http://press.um.si/index.php/ump/catalog/book/815">http://press.um.si/index.php/ump/catalog/book/815</a>
<b>Izdano</b> <i>Published at</i>	Maribor, september 2023



© Univerza v Mariboru, Univerzitetna založba  
/ University of Maribor, University Press

**Besedilo** / *Text* © Gyergyek, 2023

To delo je objavljeno pod licenco Creative Commons Priznanje avtorstva-Nekomercialno-Brez predelav 4.0 Mednarodna. / *This work is licensed under the Creative Commons Attribution-NonCommercial-NoDerivs 4.0 International License.*

Uporabnikom je dovoljeno reproduciranje brez predelave avtorskega dela, distribuiranje, dajanje v najem in priobčitev javnosti samega izvirnega avtorskega dela, in sicer pod pogojem, da navedejo avtorja in da ne gre za komercialno uporabo.

Vsa gradiva tretjih oseb v tej knjigi so objavljena pod licenco Creative Commons, razen če to ni navedeno drugače. Če želite ponovno uporabiti gradivo tretjih oseb, ki ni zajeto v licenci Creative Commons, boste morali pridobiti dovoljenje neposredno od imetnika avtorskih pravic.

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>

**Ustreznost pravilne rabe slovenskega jezika je bila preverjena s programskim orodjem Amebis Besana na dan 20. 4. 2023 s strani avtorja.**

CIP - Kataložni zapis o publikaciji  
Univerzitetna knjižnica Maribor

54(076) (0.034.2)

GYERGYEK, Sašo

Anorganska kemija [Elektronski vir] : navodila za laboratorijske vaje / avtor  
Sašo Gyergyek. - 1. izd. - E-učbenik. - Maribor : Univerza v Mariboru,  
Univerzitetna založba, 2023

Način dostopa (URL): <https://press.um.si/index.php/ump/catalog/book/815>

ISBN 978-961-286-807-9

doi: 10.18690/um.fkkt.5.2023

COBISS.SI-ID 176349443

**ISBN** 978-961-286-807-9 (pdf)

**DOI** <https://doi.org/10.18690/um.fkkt.5.2023>

**Cena**  
*Price* Brezplačni izvod

**Odgovorna oseba založnika** prof. dr. Zdravko Kačič,  
*For publisher* rektor Univerze v Mariboru

**Citiranje** Gyergyek, S. (2023). *Anorganska kemija: navodila za laboratorijske*  
*Attribution vaje*. Univerza v Mariboru, Univerzitetna založba. doi:  
10.18690/um.fkkt.5.2023



# Kazalo

<b>1</b>	<b>Uvod</b> .....	<b>1</b>
1.1	Delo in varnost v laboratoriju .....	1
1.2	Navodila za pripravo poročila.....	2
<b>2</b>	<b>Praktičen del</b> .....	<b>5</b>
2.1	Sinteza $\text{BaTiO}_3$ in sintranje .....	5
2.2.1	Namen .....	5
2.2.3	Potek dela .....	5
2.2	Hidrotermalna sinteza $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ .....	8
2.2.1	Namen .....	8
2.2.2	Potek dela .....	9





# 1 Uvod

Namen laboratorijskih vaj je utrditi pridobljeno znanje iz predmeta Anorganska kemija. Obe izvedeni vaji predstavljata zaključeno celoto procesa sinteze oksidne trdnine iz osnovnih reaktantov in karakterizacijo le-te. V prvi vaji študentje izvedejo sintezo gosto sintrane keramike  $\text{BaTiO}_3$ . Pri tem spoznajo osnovne postopke sinteze oksidnih trdnin ter določijo frekvenčno odvisnost dielektrične konstante kot osnovno karakteristiko feroelektričnega materiala. V drugi vaji izvedejo sintezo magnetnega  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ , ki temelji na so-obarjanju in hidrotermalni pogrobitvi kristalitiv. Kot osnovno karakterizacijo magnetih materialov študentje izmerijo krivulje magnetizacije.

## 1.1 Delo in varnost v laboratoriju

Za varno delo v laboratoriju se seznanimo z nekaj osnovnimi napotki:

- V laboratoriju vedno nosimo zaščitno - delovno haljo.
- Dolge lase povežemo v čop.
- Hrane in pijače v laboratoriju ne hranimo in ne uživamo.
- Pred eksperimentalnim delom se seznanimo z lastnostmi spojin, ki jih bomo uporabljali (strupenost, vnetljivost, eksplozivnost itd.). Upoštevamo simbole za nevarne snovi.

- Pri delu z jedkimi ali strupenimi snovmi ter vročimi ali hladnimi predmeti smo posebej previdni in uporabljamo ustrezne dodatne zaščitne rokavice
- Hlapne in zdravju škodljive snovi vedno hranimo in odmerjamo izključno v digestoriju.
- Vse raztopine pipetiramo le z nastavkom za pipetiranje.
- Odvečne količine reagentov nikoli ne vračamo v originalno embalažo.
- Odpadnih spojin ne izlivamo v komunalne odtoke (pomivalna korita) ali jih odlagamo skupaj s komunalnimi odpadki ampak jih zbiramo v posebnih posodah (navodila tehničnega sodelavca in asistenta).
- Vse poškodbe s kemikalijami in druge nesreče pri delu v laboratoriju takoj sporočimo asistentu.
- Med delom v laboratoriju ne uporabljamo mobilnih naprav.
- Vestno vodimo dnevnik, temeljito zapisujemo potek dela in opažanja.
- Po končanem delu si roke temeljito speremo z vodo in milom

## 1.2 Navodila za pripravo poročila

Rezultat vaj, ki prispeva k skupni oceni izpita iz Anorganske kemije, je ustrezno pripravljeno poročilo. Tega spišemo na podlagi zapiskov iz vaj ter teoretičnih osnov, pridobljenih med predavanji in zapisanih v navodilih.

Teoretske osnove spišete na osnovi zapiskov s predavanj, literature in uvodne ure pred vajami. Vaje potekajo v treh terminih. Prva termina sta namenjena sinteznemu delu (delno karakterizaciji z rentgensko praškovno analizo) v tretjem pa izvedemo meritve krivulje magnetizacije, presevno elektronsko mikroskopijo in impedančno analizo.

Poročilo naj vsebuje naslednje:

Kazalo.....	I
Seznam tabel .....	II
Seznam slik .....	III
Uporabljeni simboli in kratice.....	IV
1 VAJA 1: SINTEZA BaTiO <sub>3</sub> IN SINTRANJE.....	1
1.1 Namen vaje .....	1
1.2 Teoretske osnove .....	1
1.2.1 Barijev titanat (BaTiO <sub>3</sub> ) .....	1
1.2.2 Feroelektričnost.....	1
1.2.3 Uporaba .....	1
1.2.4 Sintranje .....	2
1.3 Potek ekperimentalnega dela.....	2
1.4 Meritve in izračuni.....	2
1.4.1 Izračun zgoščevalnega parametra.....	3
1.4.2 Izračun % relativne teoretične gostote .....	4
1.5 Rezultati.....	4
1.5.1 Karakterizacija z rentgensko praškovno difrakcijo .....	4
1.5.2 Impedančna analiza .....	6
1.6 Diskusija in zaključki .....	8
1.7 Literatura .....	9
2 VAJA 2: HIDROTERMALNA SINTEZA KOBALTOVEGA FERITA CoFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> .....	10
2.1 Namen vaje .....	10
2.2 Teoretske osnove .....	10
2.2.1 Hidrotermalna sinteza .....	10
2.2.2 Krivulja magnetizacije .....	10
2.2.3 Presevni elektronski mikroskop (TEM) .....	10
2.3 Potek ekperimentalnega dela.....	11
2.4 Reakcija .....	11
2.5 Izračuni .....	11
2.5.1 Izračuni mas za pripravo raztopin .....	11
2.5.2 Uporabljeni volumni raztopin .....	12
2.6 Rezultati.....	12
2.6.1 Karakterizacija z rentgensko praškovno difrakcijo .....	12
2.6.2 Krivulja magnetizacije .....	13
2.6.3 Presevna elektronska mikroskopija.....	14
2.7 Diskusija in zaključki .....	15
2.8 Literatura .....	15

Slika 1: Kazalo vsebine, ki ga naj vsebuje poročilo vaj.

Vir: lasten.



## 2 Praktičen del

### 2.1 Sinteza $\text{BaTiO}_3$ in sintranje

#### 2.2.1 Namen

Namen vaje je pripraviti gosto sintrano keramiko  $\text{BaTiO}_3$  ter določiti odvisnost dielektrične konstante od frekvence.  $\text{BaTiO}_3$  je feroelektrična keramika, ki jo pripravimo z reakcijo v trdnem med  $\text{BaCO}_3$  in  $\text{TiO}_2$ . Da dosežemo ustrezne elektronske lastnosti je potrebno  $\text{BaTiO}_3$  sintrati. Sintranje je postopek zgoščevanja, ki ga dosežemo s segrevanjem kompaktnega telesa, pripravljenega s stiskanjem fino zrnate keramike.

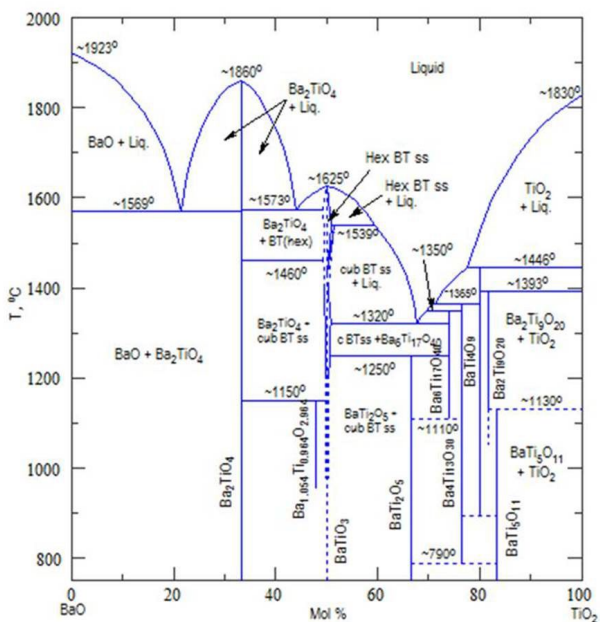
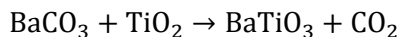
#### 2.2.3 Potek dela

Osnova sinteze v trdnem je fazni diagram. Spojino  $\text{BaTiO}_3$  najdemo v faznem diagramu točno pri sestavi 50 mol% BaO. Iz faznega diagrama je razvidno, da  $\text{BaTiO}_3$  ne raztoplja BaO ali  $\text{TiO}_2$ . Vendar bi sintranje čistega  $\text{BaTiO}_3$  potekalo pri zelo visoki temperaturi saj je temperatura tališča 1625 °C. Zato pripravimo sestavo s 4 mol% prebitkom  $\text{TiO}_2$  saj s tem močno znižam temperaturo sintranja (nastanek taline pri 1320 °C).

$$n(\text{BaO}) : n(\text{TiO}_2) = 1 : 1,04$$

Namesto BaO, ki je higroskopen, za sintezo uporabimo BaCO<sub>3</sub>.

Reakcija:



**Slika 2: Fazni diagram BaO-TiO<sub>2</sub>**

Vir: (S. Lee, C. A. Randall, and Z. K. Liu, *J. Am. Ceram. Soc.*, 90 [8] 2589-2594 (2007)).

Izračunajte potrebne količine BaCO<sub>3</sub> in TiO<sub>2</sub> (upoštevajte prebitek), če želimo pripraviti 5 g BaTiO<sub>3</sub>.

Iz faznega diagrama na Sliki 2 določite katere faze in v kakšnem množinskem razmerju so prisotne pri sobni temperaturi.

Potek:

1. z uporabo analitske tehtnice natehtajte na tehtalni papir ustrezne količine reaktantov,
2. reaktante kvantitativno prenesite v terilnico,
3. dodajte ustrezno količino etanola, da nastane viskozna pasta,
4. s pestilom dobro premešajte in zdrobite reaktante,
5. v sušilniku posušite prah do suhega,
6. del mešanice (cca. 0,5 g) shranite za rentgensko praškovno analizo mešanice reaktantov,
7. preostanek mešanice reaktantov stisnete v tableto, z uporabo modela za stiskanje premera 16 mm,
8. sintezo v trdnem ali t.i. kalcinacijo izvedemo v cevni peči na temperaturi 1100 °C, 6 h v atmosferi mirujočega zraka,
9. ohlajeno tableto vzamemo iz peči,
10. vizualno ocenite ali je tableta krhka ali trdna,
11. v terilnici grobo zdrobimo tableto,
12. produkt prenesemo v kroglični mlin in meljemo 1 h. Dodamo 4-5 večjih in 10 majhnih kroglic. Pri izbiri materiala kroglic in mlina moramo biti pozorni, da so kroglice in mlin iz enakega materiala. Ta naj bo bodisi ahata ali z Y stabiliziran  $ZrO_2$ . Jeklenim mlinom se izogibamo saj majhna prisotnost Fe ionov v  $BaTiO_3$  močno vpliva na dielektrično konstanto,
13. po mletju vsebino mlina speremo z etanolom čez cedilo, ki zadrži kroglice, produkt pa steče v petrijevko pod cedilom,
14. v sušilniku, na temperaturi 60 °C, posušite do suhega,
15. majhen del vzorca (cca. 0,5 g) shranite za rentgensko praškovno analizo produkta kalcinacije,
16. iz preostanka produkta kalcinacije stisnete nekaj tablet premera 6 mm in približne mase med 0,3 in 0,4 g. Vsako tableto stehtajte ter jim izmerite premer in debelino s kljunastim merilom. Podatek zabeležite,
17. v korundni ladjici s Pt folijo sintramo tablete v cevni peči na temperaturi 1337 °C, 2 uri v atmosferi mirujočega zraka,
18. ohlajene tablete vzamete iz peči in jih stehtate, ter jim izmerite premer in debelino s kljunastim merilom,
19. Iz izmerjenih dimenzij pred in po sintranju izračunajte zgoščevalni parameter ter dosežen % teoretične gostote. Teoretično gostoto izračunajte iz znane strukture pri sobni temperaturi (glej zapiske iz predavanj in uvodne ure),

20. analiziramo praškovne difraktogramе iz katerih ugotovimo sestavo mešanice reaktantov, produkta kalcinacije in sintranja. V poročilu na difraktogramih označimo uklone, ki pripadajo ustrezni fazi ter dopišemo referenčno številko kartice, ki smo jo uporabili za identifikacijo,
21. izvedemo impedančno analizo. S pomočjo impedančnega analizatorja izmerimo vrednosti kapacitivnosti tablete pri frekvencah 1 kHz, 100 kHz in 1 MHz. Iz kapacitivnosti izračunamo dielektrično konstanto:

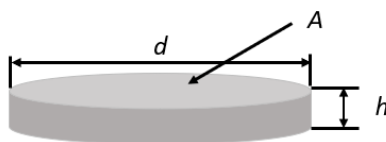
$$\epsilon_r = \frac{c \times h}{\epsilon_0 \times A}$$

$c$  kapacitivnost.

$h$  debelina tablete.

$\epsilon_0$  dielektričnost (permitivnost) vakuumu ( $8.854 \times 10^{-12}$  F/m).

$A$  površina tablete (krožnega dela).



Slika 3: ???

Vir: lasten

## 2.2 Hidrotermalna sinteza $\text{CoFe}_2\text{O}_4$

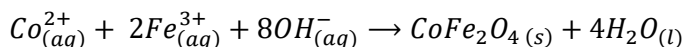
### 2.2.1 Namen

Namen vaje je pripraviti prah ferimagnetnega  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  po mokrem postopku.  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  spada v skupino kubičnih feritov in izkazuje trdo-magnetne lastnosti. Za takšne materiale je značilna široka histereza krivulje magnetizacije. Material lahko pripravimo po različnih postopkih, med drugim tudi s soobarjanjem, ki mu sledi hidrotermalna obdelava oborine. S soobarjanjem  $\text{Co}^{2+}$  in  $\text{Fe}^{3+}$  pri sobni temperaturi nastanejo zelo majhni nanodelci  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ , ki pa ne izkazujejo ustreznih magnetnih lastnosti. Zato jih pri povišani temperaturi pogrobimo. Nastanek  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  ugotovimo z uporabo rentgenske praškovne analize, magnetne lastnosti določimo z meritvijo krivulje magnetizacije pri sobni temperaturi, velikost delcev ter homogenost sestave pa s pomočjo analitske preseвне elektronske mikroskopije.



### 2.2.2 Potek dela

CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> pripravimo s soobarjanjem:



Hidrotermalna obdelava oborin poteka v avtoklavih, ki so zaprte tlačne posode. Zaradi raztezanja vode in njene nestisljivosti ne smemo nikoli popolnoma napolniti avtoklavov. V nasprotnem primeru lahko pride do eksplozije saj se voda pri povišani temperaturi razteza, ker pa je nestisljiva povzroči izjemno visok tlak. Dovoljeno varno polnitev avtoklava MAWL ocenimo z uporabo empirične zveze:

$$\text{MAWL} = \frac{0,9 * V(\text{posode})}{\text{Faktor pri najvišji temperaturi}}$$

Tabela 1: ????

T (°C)	Parni tlak vode (bar)-nadtlak	Faktor
25	-	1,00
100	0	1,04
200	14	1,15
250	38,8	1,25
282	65,4	1,34
300	85	1,40
321	114	1,50

Podatki iz: Keenan & Keyes, "Thermodynamic Properties of Steam", John Wiley & Sons, Inc. New York.

Primer: Kolikšen je največji volumen gošče, ki jo lahko varno obdelamo pri 300 °C v 1000 ml posodi?

$$\text{MAWL} = \frac{0,9 * 1000 \text{ ml}}{1,4} = 643 \text{ ml}$$

Kar pomeni, da lahko v posodi obdelamo največ 643 ml gošče, kljub temu, da je prostornina posode 1000 ml. Torej posod nikoli ne napolnimo do vrha!

Hidrotermalno obdelavo bomo izvedli pri 180 °C. Pri uri pred izvedbo praktičnega dela vaj bomo določili volumen teflonskega vložka, MAWL in volumen suspenzije, ki jo lahko varno obdelamo v avtoklavu. Prav tako bomo izračunali potrebne količine raztopin 0,507 M CoSO<sub>4</sub>, 0,584 M Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> in 3,5 M NaOH.

1. z uporabo analitske tehtnice natehtajte ustrezne količine reaktantov in pripravite po 50 ml posamezne raztopine,
2. raztopinama  $\text{Co}^{2+}$  in  $\text{Fe}^{3+}$  izmerite pH. Odgovorite na vprašanji, zakaj sta vrednosti pH različni in v kakšnem vrstnem redu lahko zmešamo raztopini, če se  $\text{FeOOH}$  obarja pri  $\text{pH} > \sim 2,6$ ?
3. ustrezna volumna raztopin  $\text{Co}^{2+}$  in  $\text{Fe}^{3+}$  odmerite s pipeto in prenesite v 100 ml čašo,
4. dodajte magnetno mešalo in vstavite elektrodo pH metra,
5. previdno dodajte 20 ml raztopine 3,5 M NaOH in oborino mešajte še 1 minuto,
6. odvzamete približno 10 ml suspenzije, dobro sperite oborino in jo posušite za rentgensko praškovno analizo,
7. ostanek suspenzije prenesite v teflonsko posodo in jo vstavite v jekleno ohišje. Samo tehnični sodelavec, asistent ali učitelj lahko zatesnita avtoklav,
8. avtoklav prenesite v sušilnik predhodno ogret na  $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,
9. v sušilniku pustimo 2 h, nato sušilnik izklopimo in pustimo, da se naravno ohladi do sobne temperature,
10. samo tehnični sodelavec, asistent ali učitelj lahko odpre avtoklav,
11. suspenzijo prenesite iz teflonske posode v 250 ml čašo,
12. delce posedete z uporabo trajnega magneta, ki ga postavimo pod dno čaše,
13. raztopino odlijete v 250 ml čašo,
14. na posedene delce nalijete 100 ml demineralizirane vode, premešamo in delce posedemo s trajnim magnetom,
15. čisto raztopino odlijete v 250 ml čašo,
16. postopek ponovimo še 2x,
17. čašo, v katero smo odlivali raztopine po spiranju damo asistentu ali učitelju,
18. sintetizirani produkt posušimo v sušilniku, ogretem na  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,
19. produkt shranimo v označeni prahovki,
20. analiziramo praškovne difraktograme. V poročilu na difraktogramih označimo uklone, ki pripadajo ustrezni fazi ter dopišemo referenčno številko kartice, ki ste jo uporabili za identifikacijo.
21. posnamete krivulji magnetizacije oborine in produkta,
22. pripravo vzorca in analizo s presevnim elektronskim mikroskopom izvede učitelj.

# ANORGANSKA KEMIJA: NAVODILA ZA LABORATORIJSKE VAJE

SAŠO GYERGYEK

Univerza v Mariboru, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo, Maribor, Slovenija  
saso.gyergyek@um.si

Navodila za laboratorijske vaje pri predmetu Anorganska kemija za 1. letnik študijskega programa druge stopnje Kemija, ki se izvaja na Fakulteti za kemijo in kemijsko tehnologijo Univerze v Mariboru.

DOI  
[https://doi.org/  
10.18690/um.fkkt.5.2023](https://doi.org/10.18690/um.fkkt.5.2023)

ISBN  
978-961-286-807-9

**Ključne besede:**  
anorganska kemija,  
sinteza v trdnem,  
obarjanje,  
rentgenska praškovna  
analiza,  
magnetne meritve



Univerzitetna založba  
Univerze v Mariboru

DOI  
[https://doi.org/  
10.18690/um.fkkt.5.2023](https://doi.org/10.18690/um.fkkt.5.2023)

ISBN  
978-961-286-807-9

**Keywords:**

Inorganic chemistry,  
solid-state synthesis,  
precipitation,  
X-ray powder diffraction,  
magnetic measurements

# INORGANIC CHEMISTRY: LABORATORY MANUAL

SAŠO GYERGYEK

<sup>1</sup> University of Maribor, Faculty of Chemistry and Chemical Engineering, Maribor,  
Slovenia  
[saso.gyergyek@um.si](mailto:saso.gyergyek@um.si)

Laboratory manual for Inorganic chemistry course for students attending Inorganic chemistry. The course is for students in 1st year of master level in Chemistry.



University of Maribor Press





Univerza v Mariboru

---

Fakulteta za kemijo  
in kemijsko tehnologijo