

Določitev izbranih elementov v ekstraktu črnega čaja z MP-AES

1. Namen vaje

Seznani se boste z atomsko emisijsko spektrometrijo z magnetno vzbujeno mikrovalovno plazmo (MP-AES). Pripravili boste ekstrakt črnega čaja in večelementne standardne raztopine v širokem koncentracijskem območju. Optimizirali boste pogoje merjenja in izmerili intenzitete emisijskih črt za Al, Ca, Mg, Mn in P. Vsebnosti elementov boste določili z uporabo umeritvenih premic, konstruiranih v primernih koncentracijskih območjih.

2. Teorija

Atomska emisijska spektrometrija (AES) je metoda, pri kateri atomi in ioni v vzbujenem stanju sevajo svetlobo karakterističnih valovnih dolžin. Eden od načinov, s katerim dosežemo uparevanje, atomizacijo in ionizacijo elementov ter vzbujanje elektronov, je uporaba magnetno vzbujene mikrovalovne plazme (MP). Magnetno polje povzroči oscilacijo elektronov in njihove trke z nosilnim plinom (v našem primeru dušikom). Taka plazma je robustna in dosega temperaturo do 5000 °C.

Vnos tekočih vzorcev poteka s peristaltično črpalko in razpršilnikom. Najpogostejši so pnevmatski razpršilniki, kjer tekočino dovajamo pri pretoku 0,4–1 mL/min. Za tvorbo aerosola izkoriščamo mehansko moč plina, ki je navadno kar plazemski plin. Na vajah boste uporabili Meinhardov koncentrični razpršilnik, pri katerem skozi zunanjo, širšo kapilaro dovajamo dušik, skozi notranjo, ožjo kapilaro pa tekočino. Na izhodu obeh kapilar se raztopina razprši v fin aerosol, ki ga plin nato vodi v razpršilno komoro. Pri prehodu skozi to se večji delci posedejo, manjši pa vstopajo v plazmo. Plazmo doseže le nekaj odstotkov vzorca, ki ga vnesemo v razpršilnik.

3. Eksperimentalni del

3.1. Naloga

Za pripravo vseh raztopin uporabite MQ prečiščeno vodo.

- Pripravite dva ekstrakta črnega čaja v skladu z navodili na embalaži vzorca (1 čajna žlica čaja na skodelico vode). Čas ekstrakcije naj bo 3 min in 10 min. Končni raztopini naj vsebujeta 1 % (V/V) HNO₃. Pripravite tudi ustrezno slepo raztopino.
- Iz večelementne standardne raztopine s koncentracijo 100 µg/mL pripravite po 10 mL standardnih raztopin v območju 0,1–20 µg/mL v 1 % (V/V) HNO₃. Pripravite 8 standardnih raztopin z enakomerno porazdeljenimi koncentracijami v izbranem območju ter slepo raztopino.
- Poiščite optimalne pogoje za merjenje izbranih črt (tlak plina za razprševanje, pozicija opazovanja) in jih zapišite.
- Za pripravljene raztopine izmerite intenzitete emisij za črte, ki so podane v tabeli.

Element	Valovna dolžina emisijske črte (nm)
Al	396,152
Ca	393,366
Mg	280,271
Mg	285,213
Mn	403,076
P	213,618

3.2. Eksperimentalni pogoji

- Instrument: atomski emisijski spektrometer z magnetno vzbujeno mikrovalovno plazmo Agilent 4100 MP-AES
- Moč plazme: 1000 W
- Nosilni plin: dušik (čistost > 99,95 %), pretok 20 L/min
- Razpršilnik: pnevmatski (Meinhard)
- Tlak plina za razprševanje: 80–240 kPa

4. Nekaj napotkov za izdelavo poročila

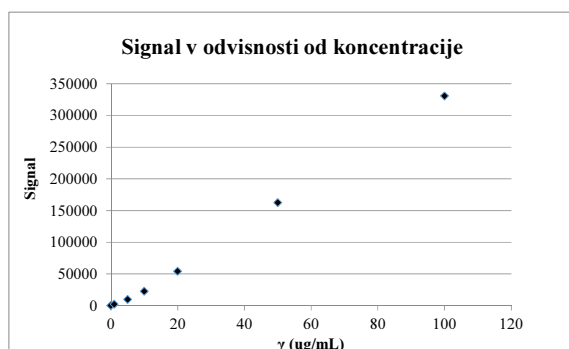
Kot skupina lahko napišete skupno poročilo, ki ga oddajate v mapo (Analizne metode za karakterizacijo materialov in bioloških sistemov, Bioanalizna kemija) na polici omare nasproti vhodnih vrat.

Obvezni deli poročila:

- Glava (naslov vaje, datum opravljanja vaje, sodelujoče osebe na vaji)
- Kratek opis dela
- Eksperimentalni podatki (zatehte, tlak plina in pozicija opazovanja za posamezno črto...)
- Izračunajte koncentracijo izbranega elementa (po navodilih asistenta) v ekstraktu čaja pri uporabi standardnih raztopin v različno velikih koncentracijskih območjih. Rezultate podajte tako, kot je prikazano v primeru na koncu teh navodil. Za katero vrednost lahko predpostavimo, da je najbližje točni vrednosti in zakaj?
- Izračunajte koncentracijo določevanih elementov v obeh ekstraktih čaja. Za konstrukcijo umeritvenih premic, ki naj bodo del poročila, uporabite primerno koncentracijsko območje (glede na ugotovitve, dobljene pri prejšnji točki). Za en element prikažite celoten izračun (po korakih), za ostale elemente pa v tabeli podajte le končne rezultate.
- Izračunajte delež ekstrahiranih elementov iz čaja. Za en element prikažite celoten izračun (po korakih), za ostale elemente pa v tabeli podajte le končne rezultate. Primerjajte in komentirajte vrednosti, dobljene za krajši in daljši čas ekstrakcije.
- Za izbrane črte ugotovite, ali so atomske ali ionske. Katera izmed črt je najbolj občutljiva?
- Za Mg ste merili intenziteto dveh črt (ionske in atomske). Ali so dobljene koncentracije različne? Kako to komentirate?
- V nekaj točkah z analitskega stališča primerjajte MP-AES z drugima atomskima tehnikama, ki ste ju spoznali v analitskem laboratoriju (AAS, plamenska AES).
- Literatura (navedite morebitno literaturo, ki ste jo uporabili)

Primer izračuna vsebnosti elementov – konstrukcija premic v različno velikih koncentracijskih območjih

Konc. stand. raztopine v $\mu\text{g/mL}$ (x)	Signal (y)
0	12
1	2126
5	9594
10	22774
20	54308
50	162416
100	330437
Vzorec (slepa vrednost je že odšteta)	48914 (pod 20 $\mu\text{g/mL}$)



Konc. območje	Naklon premice	Odsek na ordinatni osi	Signal	Konc. elementa v vzorcu ($\mu\text{g/mL}$)
0–20 $\mu\text{g/mL}$	2716	-1790	48914	18.7
0–50 $\mu\text{g/mL}$	3281	-5155	48914	16.5
0–100 $\mu\text{g/mL}$	3349	-5894	48914	16.4