Tehniška varnost)

Vzorec 3/ | skupina (torek) 28.5.2013

**4. VAJA: DOLOČEVANJE KOVIN V PRAŠNIH DELCIH**

1. **NALOGA**

S pomočjo AAS smo določevali prisotnost Mg v vzorcu, z AES prisotnost Ca, za določevanje Pb pa ETAAS tehniko. AAS (atomska absorpcijska spektrometrija) je proces, pri katerem prosti nevzbujeni atomi absorbirajo svetlobo in prehajajo v vzbujeno stanje. Prosti atomi v plinastem stanju absorbirajo svetlobo tiste valovne dolžine, ki ustreza energetskemu prehodu iz osnovnega v vzbujeno stanje. Vir svetlobe seva svetlobo iste valovne dolžine. Iz deleža absorbirane svetlobe lahko določimo koncentracijo elementa v raztopini. Vzorec uvajamo v plamen, kjer se vzorec atomizira. Pri AES (atomska emisijska spektrometrija) merimo intenziteto svetlobe, ki jo atomi oddajajo pri prehodu elektronov iz vzbujenega stanja v nižje stanje. Valovna dolžina sevane svetlobe je odvisna od tazlike energij osnovnega in vzbujenega stanja. Spekter je za vsak element specifičen. Vzorec s pomočjo razpršilnika uvedemo v plamen (vir atomatizacije). ETAAS poteka tako, da skozi grafitno cevko pošiljamo svetlobo določene valovne dolžine, vzorec pa dodajamo skozi zgornjo luknjico v cevki. Atomi Pb absorbirajo to svetlobo.

1. **OPIS VZORCA**

Naš vzorec je bil filter papir.

1. **OPIS DELA**

Vzorec: v 150 ml čašo smo dali predhodno stehtan filter papir ter ga zalili s 40 ml HNO3 (1+1). Nato smo čašo segrevali toliko časa, dokler ni odparela polovica kisline, vmes pa s stekleno palčko nekajkrat premešali filter papir po kislini. Raztopino ter filter papir smo nato filtrirali v 50 ml bučko ter ju sprali še z dodatno deionizirano destilirano vodo. Raztopino smo ohladili ter razredčili do oznake, nato pa jih testirali s tehnikami AES, AAS ter ETAAS.

Raztopine za umeritveno krivuljo: za vsak postopek določevanja je potrebno napraviti svojo umeritveno krivuljo. V 100 ml bučke smo pripravili raztopine Mg in Ca z naslednjimi koncentracijami iz osnovnih raztopin s koncentracijo 1 mg/ml:

Mg: 0.05, 0.1, 0.2, 0.3 µg/ml

Ca: 0.5, 1, 2, 3 µg/ml

Pb: 20, 40, 60 µg/l

Pri vseh tehnikah smo najprej določali intenzitete ter absorbance (ETAAS) standardnih raztopin za umeritveno krivuljo, nato pa šele vzorcev.

1. **MERITVE**

Masa filter papirja: m = 0,2499g

1. Plamenska AAS: Ca2+  (emisija) Vzorec 3: **0,3458**

|  |  |
| --- | --- |
| Koncentracija standardne raztopine [µg/ml] | Intenziteta [/] |
| 0,5 | 0,0677 |
| 1 | 0,1366 |
| 2 | 0,2498 |
| 3 | 0,4169 |

Umeritvena krivulja:

1. Plamenska AES: Mg2+ (absorpcija)

|  |  |
| --- | --- |
| Vzorec 3 |  |
| 0,7 | → redčili: 10 ml vzorca + 10 ml vode: **0,0361** |

|  |  |
| --- | --- |
| Koncentracija standardne raztopine [µg/ml] | Intenziteta [/] |
| 0,05 | 0,0075 |
| 0,1 | 0,0144 |
| 0,2 | 0,0274 |
| 0,3 | 0,0404 |

Umeritvena krivulja:

1. ETAAS: Pb Vzorec 3: **0,0890**

|  |  |
| --- | --- |
| Koncentracija standardne raztopine [µg/ml] | Absorbanca [/] |
| 20 | 0,0369 |
| 40 | 0,0882 |
| 60 | 0,1141 |

Umeritvena krivulja:

1. **RAČUN, REZULTAT**
2. Določevanje koncentracije kalcija:

Enačba premice na grafu: y = 0,1371x - 0,005; naša meritev (intenziteta): 0,3458

1. Določevanje koncentracije magnezija:

Enačba premice na grafu: y = 0,1312x + 0,0011;

naša meritev po redčenju (intenziteta): 0,0361

po redčenju (10ml vzorca, 10 ml vode):

V 50 ml bučki:

1. Določevanje koncentracije svinca:

Enačba premice na grafu: y = 0,0019x + 0,0025; naša meritev (absorbanca): 0,0890

1. **KOMENTAR**

V vzorcu 3 smo namerili naslednje koncentracije kalcijevih, magnezijevih ter svinčevih ionov: 2,5587162 µg/ml Ca (0,05119%), 0,5335364 µg/ml Mg (0,01067%) in 45,526315 µg/l (0,00091089%).