

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 energetskega 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 razlike energij osnovnega in vzbujenega stanja. Spekter je za vsak element specifičen. Vzorec s pomočjo razpršilnika uvedemo v plamen (vir automatizacije). 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.

2. OPIS VZORCA

Naš vzorec je bil filter papir.

3. OPIS DELA

Vzorec: v 150 ml čašo smo dali predhodno stehtan filter papir ter ga zalili s 40 ml HNO_3 (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 $\mu\text{g/ml}$

Ca: 0.5, 1, 2, 3 $\mu\text{g/ml}$

Pb: 20, 40, 60 $\mu\text{g/l}$

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

4. MERITVE

Masa filter papirja: $m = 0,2499\text{g}$

a) Plamenska AAS: Ca^{2+} (emisija) Vzorec 3: **0,3458**

Koncentracija standardne raztopine [$\mu\text{g/ml}$]	Intenziteta [I]
0,5	0,0677
1	0,1366
2	0,2498
3	0,4169

Umeritvena krivulja:

b) Plamenska AES: Mg^{2+} (absorpcija)

Vzorec

3

0,7 → redčili: 10 ml vzorca + 10 ml vode: **0,0361**

Koncentracija standardne raztopine [$\mu\text{g/ml}$]	Intenziteta [I]
0,05	0,0075
0,1	0,0144
0,2	0,0274
0,3	0,0404

Umeritvena krivulja:

c) ETAAS: Pb Vzorec 3: **0,0890**

Koncentracija standardne raztopine [$\mu\text{g/ml}$]	Absorbanca [I]
20	0,0369
40	0,0882
60	0,1141

Umeritvena krivulja:

5. RAČUN, REZULTAT

a) Določevanje koncentracije kalcija:

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

$$0,3458 = 0,1371x - 0,005$$

$$x = \frac{(0,345 + 0,005)}{0,1371} = 2,5587162 \frac{\mu g}{ml}$$

$$2,5587162 \frac{\mu g}{ml} * 10^{-3} = 0,00255872 \frac{mg}{ml}$$

$$w(Ca) = 0,00255872 \frac{mg}{ml} * 50ml \frac{1}{249,9 mg} * 100 = 0,05119$$

b) 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): $x = \frac{0,0361 - 0,0011}{0,1312} = 0,2667682 \mu g/ml$

V 50 ml bučki: $0,2667682 \frac{\mu g}{ml} * 2 = 0,5335364 \frac{\mu g}{ml}$

$$0,5335364 \frac{\mu g}{ml} * 10^{-3} = 0,000533536 \frac{mg}{ml}$$

$$w(Mg) = 0,000533536 \frac{mg}{ml} * 50ml \frac{1}{249,9 mg} * 100 = 0,01067$$

c) Določevanje koncentracije svinca:

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

$$x = \frac{0,089 - 0,0025}{0,0019} = 45,526315 \frac{\mu g}{l}$$

$$45,526315 \frac{\mu g}{l} * 10^{-3} = 0,0455263 \frac{mg}{l}$$

$$w(Pb) = 0,0455263 \frac{mg}{l} * 0,050 l \frac{1}{249,9 mg} * 100 = 0,00091089$$

6. KOMENTAR

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