

# ABSORPCYJNA SPEKTROMETRIA ATOMOWA

## Ćwiczenie 1. *Badanie wpływu warunków pomiaru na absorbancję oznaczanego pierwiastka*

### *Ustalenie składu gazów płomienia i położenia palnika*

Do dwóch kolbek miarowych o pojemności 25 ml odmierzyć tyle roztworu wzorcowego wapnia, by stężenie Ca wynosiło **8 µg/ml**. Zmierzyć absorbancję przygotowanego roztworu przy długości fali 422,7 nm odpowiednio ustawiając przepływ powietrza 500 l/h i acetylenu 60, 70, 80, 90 i 100 l/h.

nr pomiaru	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Położenie palnika	18	18	18	18	18	20	19	17	16
Przepływ acetylenu, l/h	60	70	80	90	100	90	90	90	90
Absorbancja									
RSD									

### *Opracowanie wyników*

Przedstawić wyniki w postaci zależności absorbancji od przepływu acetylenu i położenia palnika. Wybrać optymalne warunki pomiaru. Omówić wyniki i decyzję wyboru warunków.

## Ćwiczenie 2. Oznaczanie Ca w wodzie pitnej. Wykonanie krzywej wzorcowej.

Roztwór wzorcowy wapnia, 100 µg/mL

**Krzywa wzorcowa Ca** (odmierzyć wyliczoną objętość roztworu wzorcowego i dopełnić do kreski w kolbce miarowej 25 ml)

nr kolbki							
Stężenie Ca, µg/mL	0	2	4	8	12	Próbka wody mineralnej po rozcieńczeniu	
V Ca 100 µg/ml (ml)						5 ml	10 ml
Absorbancja							
RSD							

### **Przygotowanie roztworu próbki wody mineralnej:**

Do kolby miarowej o pojemności 100 ml odmierzyć 10 ml wody mineralnej, dopełnić wodą do kreski. W kolbkach miarowych o pojemności 25 ml umieścić 5 i 10 ml rozcieńczonej próbki wody mineralnej, dopełnić wodą do kreski.

### *Opracowanie wyników*

Sporządzić wykres krzywej wzorcowej. Obliczyć czułość metody. Wyznaczyć stężenie Ca w przygotowanym do pomiaru roztworze próbki wody mineralnej. Obliczyć zawartość wapnia w 1 litrze wody mineralnej (**w mg/L**).

### Ćwiczenie 3. *Wpływ glinu na oznaczanie wapnia*

Roztwór wzorcowy wapnia, 100  $\mu\text{g/mL}$

Roztwór wzorcowy glinu, 100  $\mu\text{g/mL}$

**Wpływ glinu** ( odmierzyć odpowiednie objętości roztworów wzorcowych i dopełnić do kreski w kolbce miarowej o pojemności 25 ml) Stężenie **wapnia** we wszystkich kolbkach ma wynosić **8  $\mu\text{g/mL}$**

nr kolbki						
V Ca (ml)						
Stężenie Al, $\mu\text{g/ml}$	0	4	8	12	20	40
V Al (ml)						
Absorbancja						
RSD						

#### *Opracowanie wyników*

Wyniki przedstawić na wykresie w postaci zależności absorbancji Ca od stężenia glinu ( $\mu\text{g/ml}$ ). Omówić przyczyny wpływu glinu.

### Ćwiczenie 4. *Wyznaczanie ilości buforu spektrochemicznego*

Roztwór wzorcowy wapnia, 100  $\mu\text{g/mL}$

Roztwór wzorcowy glinu, 100  $\mu\text{g/mL}$

Roztwór lantanu, 1mg/ml

**Optymalne stężenie buforu La** (odmierzyć obliczone objętości roztworów i dopełnić do kreski w kolbce miarowej 25 ml). Stężenie **Ca** we wszystkich próbkach ma wynosić **8  $\mu\text{g/mL}$** , a stężenie **Al** - **40  $\mu\text{g/mL}$**

nr kolbki						
V Ca (ml)						
V Al (ml)						
Roztwór La (ml)	0	0,2	0,5	1	2	4
Absorbancja						
RSD						

#### *Opracowanie wyników*

Wyniki przedstawić na wykresie w postaci zależności absorbancji od objętości La (ml). Omówić wyniki. Wybrać objętość lantanu wystarczającą do usunięcia interferencji.

Ćwiczenie 5. Oznaczanie Ca w roztworze zawierającym glin. Wybór metody wzorcowania.  
(*metoda dodatków oraz dodatków z buforem spektrochemicznym*)

Roztwór wzorca – Ca 100µg/ml, przygotowany w kolbie o objętości 100 mL.

Roztwór wyjściowy próbki – przygotowany w kolbie o objętości 100 mL opisanej ”Próbka Ca + Al”

Roztwór lantanu, 5 mg/ml

**Metoda dodatków oraz metoda dodatków z La jako czynnikiem uwalniającym** (odmierzyć odpowiednie objętości roztworów wzorcowych i dopełnić do kreski w kolbce miarowej 25 ml)

nr kolbki										
Badana próbka, (ml)	0	5	5	5	5	0	5	5	5	5
Stężenie Ca, µg/mL	0	0	2	4	6	0	0	2	4	6
V Ca (ml)										
V La (ml)	0	0	0	0	0					
Absorbancja										
RSD										

**Opracowanie wyników**

Wyniki przedstawić na wykresie zależności absorbancji od stężenia dodanego Ca (µg/ml). Wyznaczyć przez ekstrapolację stężenie Ca w badanym roztworze, uwzględniając ślepą próbę. Oznaczyć zawartość ( w µg) Ca w próbce badanej. Porównać skuteczność obydwu metod.

Ćwiczenie 6. Oznaczanie Ca w roztworze zawierającym glin. Wybór metody wzorcowania.  
(*krzywa wzorcowa z dodatkiem buforu spektrochemicznego*)

Roztwór wzorcowy wapnia, 100 µg/mL; Roztwór wzorcowy glinu, 100 µg/mL; Roztwór lantanu, 5mg/ml

**Krzywa wzorcowa Ca z La jako czynnikiem uwalniającym** (odmierzyć odpowiednie objętości roztworów wzorcowych i dopełnić do kreski w kolbce miarowej o pojemności 25 ml)

nr kolbki							
Stężenie Ca, µg/mL	0	2	4	8	12	Próbka badana	Woda z kranu
V Ca (ml)						10 ml	1 ml
V La (ml)							
Absorbancja							
RSD							

**Przygotowanie roztworu próbki:**

10 ml „Próbki badanej” + ... ml roztworu La, uzupełnić wodą redestylowaną do 25 ml.

**Przygotowanie roztworu próbki wody z kranu:**

W kolbie miarowej 25 ml umieścić 1 ml badanej próbki wody z kranu + ... ml roztworu La, uzupełnić wodą redestylowaną do kreski.

**Opracowanie wyników**

Sporządzić wykres krzywej wzorcowej. Obliczyć czułość metody. Wyznaczyć stężenie Ca w roztworze próbki badanej. Obliczyć zawartość wapnia w próbce badanej (w µg).

Metodą krzywej wzorcowej opisaną powyżej wyznaczyć stężenie Ca w próbce wody z kranu. Obliczyć twardość wapniową. 1° twardości – 10 mg CaO w 1 litrze wody.

## **SPEKTROGRAFIA I EMISYJNA SPEKTROMETRIA ATOMOWA**

1. Uruchomić mikrospektrometr
2. Utworzyć katalog C:\Users\stkus\Avantes\tech\grupa..\_data
3. Uruchomić program AVASOFT8

### **Badanie składu jakościowego próbki.**

- 1 Przygotować 10 par elektrod, nanieść na jedną parę po 30  $\mu\text{L}$  roztworu wzorcowego pierwiastka (9 pierwiastków: Al, Ca, Cu, K, Mg, Mn, Na, P, Zn), oraz próbki badanej. Elektrody wysuszyć promiennikiem podczerwieni.
2. Ustawić parametry rejestracji widm takie jak czas integracji i liczbę uśrednień.
3. Założyć w szczęki mocujące jedną parę elektrod z naniesionym roztworem, a następnie wzbudzić.
4. Zapisać jako plik GRAMS poprzez opcję EXPORT, zaznaczając symbol pierwiastka, czas integracji (dwie cyfry) i liczbę uśrednień (dalsze cyfry) np. Ca40250
5. Zidentyfikować pierwiastki w próbce badanej przez porównanie widm próbki i roztworów wzorcowych wykorzystując program PLASUS.

### **Identyfikacja pierwiastków w spektrografii**

1. Na stoliku spektroprojektora umieścić płytę spektrograficzną.
2. Posiłkując się opisem płyty i atlasem spektrograficznym zidentyfikować pierwiastki występujące w próbce badanej.
3. Wynotować charakterystyczne linie zidentyfikowanych pierwiastków wraz z ich intensywnością oraz obserwowanym zaczernieniem.
4. Porównać długości fali promieniowania oraz intensywności dla wybranych pierwiastków uzyskane z pomiarów za pomocą mikrospektrometru i płyty spektrograficznej.

## **Analiza ilościowa**

1. Wczytać widma żelaza z katalogu technologia\zelazo uzyskane przy wzbudzeniu iskrowym. Widma te zarejestrowano dla integracji 50 ms i liczby uśrednień 200, zaś Fe<sup>2</sup> odnosi się do roztworu żelaza o stężeniu 0,01 mol/L. Pozostałe roztwory sporządzono przez pięciokrotne rozcieńczenie roztworu bardziej stężonego, np. Fe<sup>3</sup> to roztwór o stężeniu 0,002 mol/L, Fe<sup>4</sup> 0,0004 mol/L itd. Na elektrody naniesiono 0,04 mL roztworu.
2. Wybrać zakres długości fali, a następnie linię do pomiarów fotometrycznych spełniającą wymagania dla takich pomiarów. W tym celu wczytać widma iskrowe innych pierwiastków i dokonać selekcji.
3. Dla wybranej linii odczytać intensywność dla poszczególnych roztworów i wykreślić krzywą wzorcową w układzie I – stężenie (lub ilość Fe) lub w układzie logI – logc. Skomentować rezultaty.