

AAS

13 OZNACZANIE WAPNIA W WODZIE WODOCIĄGOWEJ METODĄ ABSORPCYJNEJ SPEKTROMETRII ATOMOWEJ

Wstęp

Celem ćwiczenia jest oznaczenie zawartości wapnia w wodzie wodociągowej. Oznaczenie będzie przeprowadzone dwiema metodami: metodą krzywej wzorcowej oraz metodą dodatku wzorca, przy użyciu absorpcyjnej spektrometrii atomowej, jako metody instrumentalnej.

Odczynniki i aparatura

1. Roztwór podstawowy wapnia o stężeniu 100 mg/l
2. Spektrometr absorpcji atomowej Agilent 50 AA

Przygotowanie roztworów w metodzie krzywej wzorcowej

1. Przygotować roztwory wapnia o stężeniu : **2, 4, 6, 8, 10 mg Ca²⁺ / l**.

W tym celu do pięciu kolbek miarowych o poj. 50 cm³ odmierzyć pipetą kolejno: 1, 2, 3, 4, 5 cm³ roztworu wapnia o stężeniu 100 mg/l i uzupełnić wodą redestylowaną do kreski.

2. Pobrać próbkę wody wodociągowej, napełniając odpowiednie naczynie wodą z kranu.
3. Rozcieńczyć 20-krotnie analizowaną próbkę wody wodociągowej wodą redestylowaną w kolbce miarowej o poj. 50 cm³.

Przygotowanie roztworów w metodzie dodatku wzorca

Do pięciu kolbek miarowych o pojemności 50 cm³ odmierzyć pipetą 2 cm³ analizowanej wody wodociągowej oraz odpowiednio 0, 0.5, 1, 2, 3 cm³ roztworu podstawowego wapnia o stężeniu 100 mg/l i uzupełnić wodą redestylowaną do kreski.

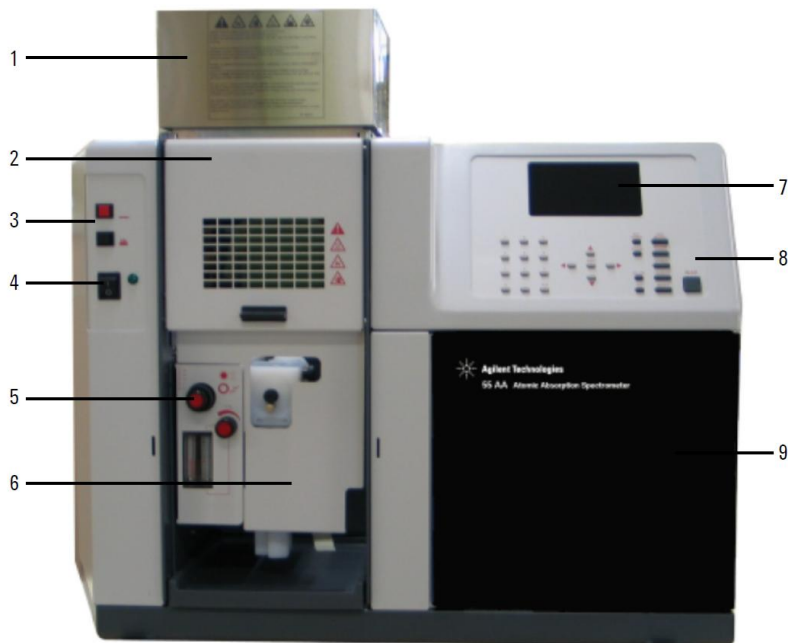
Tak przygotowane roztwory zawierają : **x, x + 1, x + 2, x + 4, x + 6 mg Ca²⁺/l**; gdzie x - oznacza stężenie wapnia w rozcieńczonej wodzie wodociągowej (2 cm³ analizowanej wody wodociągowej w 50 cm³ roztworu)



Uruchomienie spektrometru AAS oraz odkręcenie zaworów na butlach z gazami wykonuje prowadzący ćwiczenia asystent.

Opis spektrometru Agilent 50 AA

Przełącznik zasilania (4) znajduje się z przodu przyrząd po lewej stronie. Po włączeniu urządzenia zielona lampka powinna się zapalić i na wyświetlaczu pojawi się ekran startowy.



Rysunek 1. Widok spektrometru Agilent 50AA: 1 - komin; 2 - osłona płomienia; 3 - przycisk zapalania płomienia; 4 - przycisk zasilania; 5 - regulacja płomienia; 7 - wyświetlacz; 8 - klawiatura; 9 - komora lamp

Klawiatura i wyświetlacz spektrofotometru

Sterowanie aparatem przeprowadza się za pomocą interfejsu składającego się z: wyświetlacza, klawiatury oraz sygnałów dźwiękowych.












Rysunek 2. Wyświetlacz wraz z klawiaturą funkcyjną (po prawej stronie) i numeryczną (po lewej)







Na wyświetlaczu prezentowane są następujące informacje:

Pasek sygnału jest wyświetlany w górnej części ekranu wyświetlacza i można na nim odczytać wartości absorpcji atomowej lub emisji podczas pomiaru.

Linia informacyjna znajduje się w dolnej części wyświetlacza i za pomocą ikon informuje o stanie aparatu.

	Instrument zajęty - proszę czekać
	trwa obrót monochromatora
	trwa ustawianie analitycznej długości fali
	trwa ustawianie szczeliny
	rozgrzewanie lampy deuterowej
	zerowanie
	brak palnika
	trwa sekwencja zapalania płomienia powietrze/acetylen
	trwa sekwencja zapalania płomienia N ₂ O/acetylen

Ikony informujące o wybranym rodzaju gazu i jego ciśnieniu:

	powietrze-acetylen, odpowiednie ciśnienie powietrza
	powietrze-acetylen, brak ciśnienia powietrza
	tylko powietrze, odpowiednie ciśnienie powietrza
	Tylko powietrze, brak ciśnienia powietrza
	podtlenek azotu-acetylen, odpowiednie ciśnienie utleniacza
	podtlenek azotu-acetylen, brak ciśnienia utleniacza

Przygotowanie przyrządu do pomiarów

1. Włączyć przyrząd do sieci przyciskiem (4).



Przyrząd powinien nagrzewać się przez co najmniej 15 min. przed rozpoczęciem pomiarów !

2. Wybrać za pomocą klawiszy kierunkowych $\wedge \vee > <$ z **Menu Method** opcję **User** i zaakceptować klawiszem **ENTER**
3. Z menu **Method User** wybrać 3 metodę oznaczoną **Ca 422.7** - wybór zaakceptować klawiszem **ENTER**
4. Należy sprawdzić poprawność parametrów zapisanych w metodzie - **Instrument Parameters**

Instrument Mode → *Absorbance

Active lamp → * 2

Active current → [10]

Standby current → [0.0]

Gas type → * Air Acetylene

Wavelength → * 422.7

Slit → * 0.5

5. Następnie wprowadzić parametry wykonywanych pomiarów naciskając klawisz **Measure Params**

Next sample → [1]

Batch number → []

Pre-read delay → [5.0] secs

Read time → [3.0] secs

Replicates → [3]

6. Za pomocą klawisza **Results** przejść do menu z wynikami pomiaru

7. Otworzyć zawór dopływu **powietrza** na butli

8. Otworzyć zawór dopływu **acetylenu** na butli

9. Zapalić płomień przyciskiem (3) z lewej strony aparatu (rysunek 1) i odczekać około kilka minut do ustabilizowania płomienia.

10. Wyzerować przyrząd na wodę redestylowaną. W tym celu zanurzyć wężyk zasysający w naczynku pomiarowym napelnionym wodą redestylowaną oraz nacisnąć jednocześnie przycisk **ALT** i **Read**.

11. Przeprowadzić pomiary absorbancji roztworów wzorcowych i badanych naciskając klawisz **Read** (pomiary wykonujemy trzykrotnie).

12. Po zakończeniu pomiarów należy w obecności asystenta :

(a) zamknąć zawór na butli z **acetylenem**,

(b) gdy zgaśnie płomień palnika zamknąć dopływ **powietrza**.

13. Wyłączyć przyrząd przyciskiem (4).

Opracowanie wyników w metodzie krzywej wzorcowej

1. Wykreślić krzywą kalibracyjną w układzie $\bar{A} = f(c)$, gdzie \bar{A} - średnie wartości absorbancji dla roztworów wzorcowych, obliczone z trzech równoległych serii pomiarowych.

2. Obliczyć stężenie wapnia w wodzie wodociągowej, korzystając z wykreślonej krzywej wzorcowej i pamiętając o uprzednim rozcieńczeniu analizowanej próbki wody.

Opracowanie wyników w metodzie dodatku wzorca

1. Wykreślić krzywa, kalibracyjną w układzie $\bar{A} = f(x + c)$, gdzie c - stężenie dodanego wzorca, zaś x - stężenie wapnia w wodzie wodociągowej po uprzednim jej rozcieńczeniu.

2. Wyznaczyć graficznie, przez ekstrapolację liniową, stężenie wapnia w rozcieńczonej wodzie wodociągowej.

3. Obliczyć stężenie wapnia w wodzie wodociągowej. Porównać wyniki oznaczeń uzyskanych metodą dodatku wzorca i metodą krzywej wzorcowej.