

Ćw. 1. Oznaczanie żelaza w wodach różnego pochodzenia metodą atomowej spektrometrii atomowej

Ciemne linie w widmie słonecznym, czyli tzw. linie Fraunhofera zostały wyjaśnione w drugiej połowie XIX wieku przez Bunsena i Kirchhoffa. Stwierdzili, że są one wynikiem selektywnej absorpcji ciągłego promieniowania słonecznego przez znajdujące się wokół słońca atomy pierwiastków. Jednakże rozwój spektrometrii absorpcji atomowej datuje się na rok 1955, gdy Walsh wykazał, że zjawisko absorpcji przez atomy metalu promieniowania, o długości fali charakterystycznej dla danego metalu, może zostać poddane analizie. (Źródło: rozdz. Spektrometria atomowa „Metody instrumentalne w analizie chemicznej” Walenty Szczepaniak).

Celem ćwiczenia jest oznaczenie zawartości żelaza w wodach różnego pochodzenia (woda wodociągowa, z jezior, studni) metodą krzywej wzorcowej przy użyciu atomowej spektrometrii absorpcyjnej.

Odczynniki i aparatura:

- Roztwór podstawowy żelaza o stężeniu 10µg/ml
- Spektrometr absorpcji atomowej Agilent 50AA

Wykonanie ćwiczenia/oznaczenia:

Należy przygotować wzorce (student dobiera stężenia dla krzywej kalibracyjnej). Następnie wykonuje pomiary na spektrometrze absorpcji atomowej.

Opracowanie wyników:

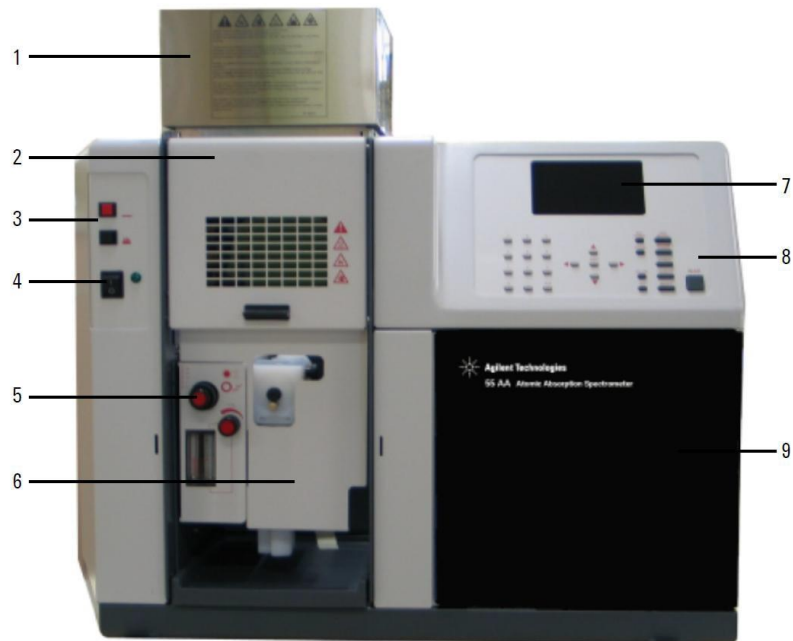
1. Wykreślić krzywą kalibracyjną w układzie $\bar{A} = f(c)$, gdzie \bar{A} – średnie wartości absorbancji dla roztworów wzorcowych, obliczone z trzech równoległych serii pomiarowych.
2. Obliczyć stężenie żelaza w wodzie otrzymanej do analizy, korzystając z wykreślonej krzywej kalibracyjnej, pamiętając o uprzednim rozcieńczeniu próbki.



Uruchomienie spektrometru AAS oraz kręcenie zaworów nablach 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 **Cookbook** i zaakceptować klawiszem **ENTER**
3. Z menu wybrać metodę oznaczoną **Fe 248.3** - 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 → * 248.3

Slit → * 0.2

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 napełnionym 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).