

OPPGAVE 2

Bestemmelse av magnesium i vann med flamme atomabsorpsjonsspektrometri

Sammendrag

Konsentrasjonen av magnesium i vann skal bestemmes med atomabsorpsjonsspektrometri med luft-acetylen flamme. Konsentrasjonen bestemmes ut fra en kalibreringskurve som tas opp.

Praktisk informasjon

Hver student lager sine egne kalibrerings- og prøveløsninger. To studenter samarbeider ved måling på instrumentene.

Teori er beskrevet i Harris; *Quantitative Chemical Analysis*, kap. 21

Godkjentgrense < 5,0 % avvik fra "sann verdi"

Innledning

Flamme atomabsorpsjonsspektrometri (AAS) er en mye benyttet teknikk for bestemmelse av grunnstoffer (hovedsakelig metaller). Metoden er basert på at grunnstoffer i fri atomær tilstand absorberer elektromagnetisk stråling ved utvalgte bølgelengder (i UV-synlig området) som er karakteristisk for det enkelte grunnstoffet. Spesielle strålingskilder (vanligvis *hulkatodelamper*) som emitterer stråling av den bølgelengde som det enkelte grunnstoffet (analytten) absorberer, benyttes. For at grunnstoffet skal kunne absorbere strålingen må kjemiske forbindelser overføres til frie atomer i gassfase. Atomiseringen foregår i en flamme som holdes i strålingsveien i et *spektrofotometer*. Prøveløsningen føres inn i flammen via en forstøver som danner en fin *aerosol* av løsningen. AAS er en spesifikk og følsom analyseteknikk som kan benyttes for bestemmelse av metaller i forskjellige typer av prøvematerialer. Faste prøvematerialer må dekomponeres før målingene kan utføres med flamme AAS. Dersom veldig lave konsentrasjoner skal bestemmes benyttes grafittovn som atomiseringsenhet i stedet for flamme. De kvantitative bestemmelsene er basert på *Beers lov*. Nærmere 70 forskjellige metaller kan bestemmes, men vanligvis ett av gangen siden hvert grunnstoff normalt trenger en egen strålingskilde. Ved behov for å bestemme mange grunnstoffer i samme prøve benyttes fortrinnsvis en multigrunnstoffteknikk som *ICP-AES* eller *ICP-MS*.

Utstyr

Det finnes to flamme atomabsorpsjonsspektrometre på laboratoriet (dere får beskjed om hvilket dere skal benytte):

- I. Perkin Elmer Model 3110
- II. Perkin Elmer Analyst 200

Bruksanvisninger, også kalt standard operasjonsproedyrer (SOP), ligger ved instrumentene.

9 stk 100 ml målekolber
pipetter: variabel (1 -5 ml) pipette og/eller glass fullpipetter (2, 3,4,5,6), 10 ml
glasspipette (spør laboranten)
begerglass

Prøver (utleveres)

Vannprøve (inneholder 2,5 – 5,0 µg/ml Mg; leveres på 100 mL plastflasker)

Reagenser

Mg stamløsning: 10 µg/ml Mg

HCl: 2 mol/l og 0,2 mol/l

Kontrollprøve: 0,4 µg/ml Mg

Utførelse

NB: For å hindre forurensing av reagenser bruk aldri pipetter eller spatler direkte i reagensene. Hell isteden en liten mengde (litt mer enn det du skal bruke) over i et tørt lite begerglass før uttak.

Alle kalibrerings - og prøveløsninger som benyttes til målinger på instrumentet skal ha samme syrekonsentrasjon, 0,2 M HCl. Tiltsett derfor passende volum 2,0 M HCl til de aktuelle målekolbene før fortynning til merket med vann.

Prøvepreparering

Den utleverte vannprøven må fortynnes 10 ganger med 0,2 M HCl (dvs. blandingsforhold 1 + 9) før den måles. Det skal lages 3 replikater av prøveløsningen (benytt 100 ml målekolber).

Tillaging av kalibreringsløsninger

For opptak av kalibreringskurven lages det en serie med 5 løsninger fra en stamløsning på 10 µg/ml Mg, som dekker konsentrasjonsområdet 0,2 - 0,6 µg/ml Mg. Det er viktig å inkludere en **blindprøve** (kun 0,2 M HCl). Løsningene lages på 100 ml målekolber. Bruk variabel pipette og/eller fullpipetter med passende volum (lånes av laboranten).

Analyse

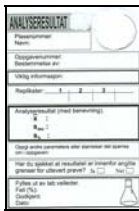
For atomiseringen benyttes en luft-acetylen flamme. Absorbansen måles ved den mest følsomme bølgelengden for magnesium (285,2 nm). Vær oppmerksom på at den eksakte bølgelengden må finnes manuelt, ved å endre litt på bølgelengden rundt den oppgitte verdien, inntil man får maksimalt signal. Følg bruksanvisningen nøye. Kalibreringsløsningene og de ukjente løsningene måles ved å stikke den tynne plastslangen på instrumentets innføringssystem direkte ned i målekolbene slik at prøveløsningen suges inn i flammen. Mål kalibreringsløsningene i rekkefølge med økende Mg konsentrasjon, mål deretter kontrolløsningen (0,4 µg/ml Mg) og prøveløsningene. Dersom kontrolløsningen varierer mer enn 5 % fra den angitte konsentrasjonen, ta kontakt med lab.veileder for hjelp til feilsøking.

Konsentrasjonen av magnesium beregnes fra kalibreringskurven (signal vs. konsentrasjon). Husk å ta hensyn til fortynningen ved angivelse av konsentrasjonen i den utleverte vannprøven

Instrumentparametre ved Mg bestemmelsen:

Lampe: Mg hulkatodelampe
Bølgelengde Mg: 285,2nm
Spaltebredde Mg: 0,7 nm
Lampestrøm for Mg-lampen: 6mA
Integreringstid: 1 s
Replikater: 3
Kalibreringstype: Lineær
Flamme: luft - acetylen

Analyselappen



Resultatet angis som $\mu\text{g/ml}$ magnesium i den utleverte vannløsningen. Oppgi enkeltverdier, middelværdi og relativt standardavvik. Sjekk at du er innenfor det angitte konsentrasjonsområde før du leverer resultatet.

Oppgi også målt verdi og feil% for kontrollprøven.

Pipettenr. oppgis dersom variabel pipette ble benyttet.

Journalen

Følgende momenter skal innpasses i rapporten:

1. Lag en enkel prinsippskisse av flamme atomabsorpsjonsspektrometeret.
2. Hvilken type strålingskilde benyttes? Forklar prinsippet for denne.
3. Hva skjer når atomene absorberer stråling?
4. Hvorfor benyttes kontrollprøve?
5. Hvorfor er det viktig at kalibrerings- og prøveløsninger har samme syrekonsentrasjon?
6. Diskutér mulige feilkilder.

Vedlegg: standardkurve