

# Prøveeksamen med fasit KJM 1060, høsten 2004

## Oppgave 1 (analytisk kjemi)

- a) Hva slags strålingskilder benyttes i molekylabsorpsjonspektrometri (UV-synlig)?

**Svar: I molekylabsorpsjonspektrometri benyttes to strålingskilder, wolframlampe og deuteriumlampe, for å dekke hele arbeidsområdet til UV-synlig spektrofotometeret. Wolfram (eller Tungsten) lampen produserer stråling i området 320 til 2 500 nm, mens deuteriumlampen gir stråling i området 200 – 400 nm. Det er vanlig å benytte deuteriumlampe ved bølgelengder mindre enn 360 nm og wolframlampe ved bølgelengder større enn 360 nm.**

**Komm: Her kan man ta med en fig. som viser relativ strålingsintensitet som funksjon av bølgelengden for de to kontinuerlige strålingskildene (tilsvarende Fig. 20 – 3 i Harris)**

Hvorfor kan ikke de samme strålingskildene benyttes i atomabsorpsjonspektrometri (AAS)?

**Svar: Kontinuerlige strålingskilder av typer som nevnt ovenfor kan ikke benyttes i AAS fordi atomene absorberer stråling over et svært lite bølgelengdeområde ( $\approx 0,003$  nm) og det finnes ikke monokromatorer som isolerer ut et så lite bølgelengdeområde. I tillegg gir ikke den kontinuerlige strålingskilden tilstrekkelig energi over et så lite bølgelengdeområde som er ønskelig i AAS.**

Ved bestemmelse av Mg med flamme AAS kan bølgelengde 285,2 nm benyttes. Hvilken fotonenergi tilsvarer dette?

**Svar: Benytter  $E = hv = hc/\lambda$**

**285, 2 nm er ekvivalent med fotonenergi  $6,97 \cdot 10^{-19}$  J**

- b) Beskriv funksjonen til monokromatoren i et molekylabsorpsjonspektrometer og i et flamme atomabsorpsjonspektrometer. Skissér hovedkomponentene i disse to typer instrumenter og forklar hvorfor monokromatoren er plassert forskjellig i forhold til prøven (dvs kyvette og flamme) i de to instrumentene.

**Svar: I et molekylabsorpsjonspektrometer plasseres monokromatoren foran prøvekyvetten (se Fig.1) og prøven bestråles kun av stråling i det ønskede bølgelengdeområde for måling av absorbans. Dersom monokromatoren hadde vært plassert etter prøvekyvetten ville prøven blitt bestrålt med stråling over hele strålingkildens bølgelengdeområde. Dette kan i noen tilfelle føre til uønskede reaksjoner.**

**I et flamme atomabsorpsjonspektrometer er monokromatoren plassert etter flammen (se fig. 2). Dette er helt nødvendig for å hindre at all stråling fra**

flammen treffer detektoren og ”metter” denne. Ved plassering av monokromatoren etter flammen vil bare en begrenset mengde stråling fra flammen (over et lite bølgelengdeområde ved valgt bølgelengde) nå detektoren.

Fig.1 Molekylspektrofotometer

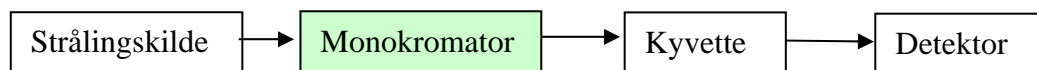
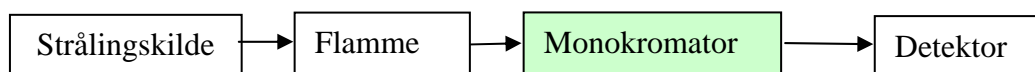


Fig.2 Atomabsorpsjonspektrofotometer



- c) I grafittovn AAS benyttes et temperaturprogram med oppvarming i flere trinn. Hva er hensikten med hvert av disse trinnene?

**Svar:** Et temperaturprogram for oppvarming av grafittovnen i AAS består som regel av fire trinn: tørketrikk, pyrolysetrikk (eller foraskningstrikk), atomiseringstrikk og utglødingstrikk.

Prøven er som regel injisert som en løsning. Hensikten med tørketrikket er å fjerne løsningsmiddelet. Dersom løsningsmiddelet er vann (mest vanlig) benyttes en tørketrikkstemperatur på ca 100°C.

Hensikten med pyrolysetrikket er å fjerne mest mulig av matriks uten at analytten går av slik at bakgrunnsabsorpsjonen blir minst mulig under atomiseringstrikket.

I atomiseringstrikket skal analytten overføres til frie atomer i gassfase og absorbansen skal måles. En bakgrunnskorrektor må benyttes i dette trikket for å korrigere for absorbans fra matrikskomponenter.

I utglødingstrikket skal rester fra matriks fjernes slik at de ikke skal forstyrre i påfølgende analyse.

- d) Hva er de største fordelene ved bruk av induktivt koblet plasma atomemisjonspektrometri (ICP-AES) i forhold til flamme AAS ved sporgrunnstoffbestemmelse?

**Svar:** Fordelen med ICP-AES i forhold til flamme AAS er at ved førstnevnte metode kan mange grunnstoffer (ca. 70) bestemmes samtidig. AAS er i hovedsak en ”et-grunnstoff-av gangen” metode og hvert grunnstoff trenger en egen strålingskilde (det fins noen flergrunnstoff hulkatodelamper).

Andre fordeler: ICP-AES har et større lineært område. Kjemiske interferenser er mer sjeldent (pga den mye høyere temperaturen). Det er lavere deteksjonsgrenser for en del tungt flyktige/inerte grunnstoffer. Det er mange

**emisjonslinjer for hvert grunnstoff, noe som gir stor fleksibilitet ved valg av analyselinje. Det benyttes ikke eksplosive gasser.**

Hvilken type interferenser er mest framtrødende i ICP-AES i forhold til flamme AES? Forklar hvorfor.

**Svar: Spektralinterferenser er mer framtrødende i ICP-AES i forhold til flamme AES. Årsaken er den høye plasmatemperaturen som fører til flere mulige eksiterte tilstander for både atomer og ioner og dermed gir et mer komplekst spekter.**