

FOTOMETRIA PŁOMIENIOWA

Oznaczanie Ca, Na i K z wykorzystaniem metody różnicowej

*Dr Dorota Sieńko, Zakład Chemii Analitycznej i Analizy Instrumentalnej,
Wydział Chemii UMCS w Lublinie*

A. Cel ćwiczenia:

1. Zapoznać się z obsługą i sposobem przeprowadzania pomiarów przy użyciu fotometru płomieniowego PFP 7 firmy Jenway.
2. Oznaczyć zawartość Na i K w próbce, w obecności Ca jako substancji przeszkadzającej z wykorzystaniem metody różnicowej.

Materiały z części B są dostępne w Bibliotece Wydziału Chemii UMCS w Lublinie.

C. Opis fotometru płomieniowego PFP 7 firmy Jenway.

PFP 7 jest niskotemperaturowym, jednokanałowym fotometrem płomieniowym przeznaczonym do rutynowego oznaczania sodu i potasu. Dodatkowo jest wyposażony w filtry do oznaczania wapnia (1), litu (2) i baru (3). Aparat zapewnia możliwość bezpośredniego odczytu emisji spowodowanej obecnością w/w pierwiastków w próbkach, wykorzystywany jest w aplikacjach klinicznych, przemysłowych i edukacyjnych.



Rys. 3. Wygląd zewnętrzny fotometru płomieniowego PFP 7.

Wygrzewanie:

Płomień palnika powinien być zapalony przez ok.15 minut przed rozpoczęciem pomiarów aby zapewnić osiągnięcie stabilnych (dryft zerowy lepszy niż 2% na godzinę) i powtarzalnych wyników.

UWAGA!

Gazy wydobywające się z kominka są bardzo gorące dlatego należy unikać zetknięcia się użytkowników z kominkiem i gazami (upewnić się czy wyciąg na pracowni jest włączony).

Opis płyty czołowej:

Power – dwupozycyjny przycisk odpowiedzialny za włączanie i wyłączenie aparatu.

Filter select – pięciopozycyjny przełącznik skokowy używany do wybrania rodzaju filtra optycznego przy oznaczaniu pierwiastków.

Ignition – przycisk sprężynowy, wciśnięty powoduje powstanie iskry pomiędzy elektrodą, a palnikiem i w ten sposób zapalenie gazu zasilającego.

Fuel adjust – zawór sterujący przepływem gazu zasilającego, pozwalający na ustawienie optymalnej wielkości płomienia.

Blank – pokrętło pozwalające ustawić zero podczas spalania roztworu zerowego.

d.p. – pokrętło pozwalające ustawiać precyzję odczytu (punkt decymalny).

Sensitivity (fine & coarse) – dwa pokrętła używane do ustawienia odpowiedniej wartości podczas spalania wzorca.

D. Obsługa fotometru płomieniowego PFP 7.

Uwaga! Zamiar uruchomienia przyrządu zgłosić prowadzącemu ćwiczenia.

1. Upewnij się czy nie jest zablokowany przepływ w wężykach i wężyk jest wypełniony wodą (nieprzerwany przez powietrze) - w tym celu dodaj destylowanej wody do środkowej rurki w zbiorniku znajdującym się z tyłu aparatu (rysunek poniżej, zbiornik 1) w takiej ilości aż zacznie wypływać do zlewu.



Rys. 4. Widok fotometru PFP 7 od tyłu.

2. Włącz aparat przyciskiem „**power**”. Upewnij się czy jest przepływ powietrza – powinno być słychać syczenie powodowane jego przepływem przez nebulizator.
3. Zamknij zawór regulacji przepływu gazu zasilającego – „**fuel**” przez obracanie pokrętła w kierunku zgodnym z ruchem wskazówek zegara aż poczujesz opór.
4. Przekręć pokrętło „**fuel**” w kierunku przeciwnym do ruchu wskazówek zegara **do punktu maksimum narysowanego powyżej pokrętła** – ustawienie przepływu dla używanego gazu zasilającego (propan/butan).
5. Otwórz okienko obserwacyjne na kominku fotometru.
6. Odkręć pokrętło gazu zasilającego na butli.
7. Wciśnij przycisk „**ignition**” (zapalenie gazu w fotometrze) i trzymaj do zapalenia się komunikatu „FLM” w okienku wyświetlacza. Pojawienie się komunikatu oznacza że płomień został zapalony w fotometrze. Jeżeli komunikat „FLM” nie pojawi się w ciągu 20 sekund od wciśnięcia należy puścić przycisk „**ignition**”, przekręcić

- pokrętko „**fuel**” o 1 obrót w kierunku przeciwnym do ruchu wskazówek zegara i ponownie spróbować zapalić płomień przez 20 sekund. Po zapaleniu płomienia obserwować jego kolor i wysokość **w okienku obserwacyjnym**. Na początku płomień będzie w kolorze żółtym, poprzez obracanie pokrętkiem „**fuel**” ustawić kolor płomienia na niebieski zmniejszając odpowiednio jego wysokość (ustawić płomień na wysokość od 0.5 do ok. 1 cm).
8. Ustawić przełącznik wyboru filtra – „**filter select**” na właściwej pozycji (rozpoczynamy od pozycji 1 – filtr dla Ca).
 9. Używając pokrętki „**d.p.**” ustawić precyzję odczytu emisji na wyświetlaczu do wartości dziesiętnych.
 10. Spal w fotometrze wodę destylowaną przez 15 minut i w tym czasie ustaw wartość odczytu na zero przy pomocy pokrętki „**blank**”.
 11. Spal w fotometrze roztwór wzorcowy o najwyższym stężeniu (rozpoczynamy od roztworu Ca o stężeniu 200 mg/l). Przy pomocy pokręteł „**coarse**”(zgrubny) i „**fine**”(precyzyjny) ustaw dodatnią wartość na wyświetlaczu.
 12. Obracając pokrętkiem „**fuel**” w kierunku zgodnym z ruchem wskazówek zegara doprowadź do osiągnięcia wartości maksymalnej na wyświetlaczu. **Uwaga:** Pomiedzy regulacjami należy odczekać kilka sekund związanych z opóźnionym efektem na ekranie wyświetlacza w związku ze zmianą przepływu gazu zasilającego.

E. Wykonanie oznaczeń.**Oznaczanie Na i K w próbce zawierającej Ca po wcześniejszym jego oznaczeniu.****a) Przygotowanie serii roztworów wzorcowych Ca i sporządzenie krzywej wzorcowej dla Ca.**

Do 5 kolbek miarowych na 50 ml dodać 1, 2, 3, 4 i 5 ml wzorcowego roztworu Ca o stężeniu 2 g/l, dopełnić kolbki wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenia tak przygotowanych wzorców Ca wynoszą odpowiednio: 40; 80; 120; 160 i 200 mg/l. Przełącznik „**filter select**” w pozycji 1 (filtr dla Ca). Po ustawieniu emisji "0" na wodę destylowaną przy pomocy pokrętki „**blank**”, nastawić "100" na roztwór o najwyższym stężeniu Ca przy pomocy pokręteł „**coarse**” i „**fine**”. Ponownie sprawdzić wskazanie emisji na wyświetlaczu dla roztworu wody. Dokonać korekcji jeśli to konieczne. Wykonać 3-krotne pomiary emisji dla każdego z roztworów wzorcowych rozpoczynając od najmniejszego stężenia do najwyższego, podstawiając wodę destylowaną po każdym pomiarze (sprawdzamy poziom zera). Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową dla Ca odkładając na osi odciętych (X) stężenie w mg/l, a na osi rzędnych (Y) emisję.

b) Wykonanie oznaczenia Ca w próbce.

Otrzymałą w kolbie 100 ml analizę dopełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Wykonać 5-krotne pomiary emisji Ca w próbce. Dane wprowadzić do tabeli (patrz str. 9). Wyniki oznaczenia odczytać z krzywej wzorcowej (można w tym celu skorzystać z komputera znajdującego się na pracowni), a następnie przedstawić wyniki prowadzącemu. Wyznaczone stężenie Ca w próbce należy przeliczyć na ilość ml roztworu Ca (o stężeniu 2 g/l) potrzebną do „skażenia” wapniem roztworów wzorcowych Na i K (przygotowywanych w kolbkach o poj. 50 ml) aby uzyskać takie samo stężenie Ca jak w próbce.

c) Przygotowanie (jednej) serii roztworów wzorcowych Na i K.

Do 6 kolbek miarowych na 50 ml dodać: 0, 1, 2, 4, 6, i 8 ml wzorcowego roztworu Na o stężeniu 10 mg/l oraz odpowiednio: 0, 1, 2, 4, 6, i 8 ml wzorcowego roztworu K o stężeniu 10 mg/l. Do kolbek dodać odpowiednią (wyznaczoną wcześniej) ilość Ca, dopełnić kolbki wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenia tak przygotowanych wzorców Na i K wynoszą odpowiednio: 0; 0.2; 0.4; 0.8; 1.2 i 1.6 mg/l.

d) Wykonanie pomiarów do krzywej wzorcowej dla Na.

Zmienić filtr z “wapniowego” na “sodowy” - przełącznik „**filter select**” przestawić w pozycję Na. Przeprowadzić pomiar z wykorzystaniem metody różnicowej (jako odnośnik stosuje się roztwór wody zawierający wyznaczone dla badanej próbki stężenie Ca). W tym celu należy po ustawieniu emisji "0" na roztwór o stężeniu 0 mg/l dla Na (pokręteł „**blank**”), nastawić "100" na roztwór o najwyższym stężeniu Na (1.6 mg/l) przy pomocy pokręteł „**coarse**” i „**fine**”. Ponownie sprawdź wskazanie emisji na wyświetlaczu dla roztworu wody zawierającego wyznaczone dla badanej próbki stężenie Ca. Dokonać korekcji jeśli to konieczne. Wykonać 3-krotne pomiary emisji dla każdego z roztworów wzorcowych od najmniejszego stężenia do najwyższego, podstawiając wodę „skażoną” Ca po każdym pomiarze.

Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą kalibracyjną dla Na, odkładając na osi odciętych (X) stężenie w mg/l, a na osi rzędnych (Y) emisję.

e) Wykonanie oznaczenia Na w próbce.

Wykonać 5-krotne pomiary emisji otrzymanej próbki, odczytując emisję dla Na z wyświetlacza. Podstawić wodę „skażoną” wapniem po każdym pomiarze (sprawdzamy poziom zera). Dane wprowadzić do tabeli (patrz str. 9).

f) Wykonanie pomiarów do krzywej wzorcowej dla K.

Zmienić filtr z “sodowego” na “potasowy” - przełącznik „**filter select**” przestawić w pozycję K. Postępować analogicznie jak podczas wykonywania pomiarów dla Na (patrz punkt **d**). Odpowiednie roztwory wzorcowe zawierają takie same stężenia dla Na i K, emisja na wyświetlaczu obrazuje natężenie promieniowania o długości fali przepuszczanej przez wybrany filtr.

Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą kalibracyjną dla K, odkładając na osi odciętych (X) stężenie w mg/l, a na osi rzędnych (Y) emisję.

g) Wykonanie oznaczenia K w próbce.

Wykonać 5-krotne pomiary emisji otrzymanej próbki, odczytując emisję dla K z wyświetlacza. Podstawić wodę „skażoną” wapniem po każdym pomiarze (sprawdzamy poziom zera). Dane wprowadzić do tabeli (patrz str. 9). Bezpośrednio po zakończeniu pomiarów podstawić wodę destylowaną w celu wypłukania wszystkich jonów z fotometru.

F. Wyłączenie aparatu (po zakończeniu wszystkich pomiarów).

1. Spalaj wodę destylowaną przez ok. 10 minut.
2. Zakręć dopływ gazu zasilającego na butli.
3. Odczekaj aż zgaśnie komunikat „FLM” w okienku wyświetlacza.
4. Wyłącz fotometr przyciskiem „**power**”.

G. Wykonanie statystycznej obróbki zawartości Ca, Na i K w otrzymanej próbce.

Wpisz otrzymane wartości emisji w badanej próbce do tabeli (osobnej dla każdego pierwiastka). Stężenia Ca, Na i K w otrzymanej próbce odczytane z odpowiednich krzywych kalibracyjnych przeliczyć odpowiednio na masę Ca, Na i K. Na podstawie otrzymanych wyników wyznaczyć: średnią, odchylenie standardowe, współczynnik zmienności dla każdego pierwiastka. Wyniki zamieścić w tabeli:

	1	2	3	4	5
Emisja					
Wzór krzywej kalibracyjnej *					
Stężenie (mg/l)					
Masa w próbce (mg)					
Średnia masa w próbce (mg)					
s_m					
współczynnik zmienności					

* - jeżeli korzysta się z komputera

$$s_m = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (m_i - \bar{m})^2}{n-1}}$$

s_m – odchylenie standardowe (liczone dla wyznaczonych mas w próbce)

m_i – masa w i -tej próbce

\bar{m} – średnia masa w próbce

n – liczba pomiarów (w tym ćwiczeniu $n = 5$)

CV – współczynnik zmienności (względne odchylenie standardowe)

$$CV[\%] = \frac{s_m \cdot 100\%}{\bar{m}}$$

H. Opracowanie ćwiczenia powinno zawierać:

- zasadę pomiaru (opis ćwiczenia),
- najprostszy schemat urządzenia pomiarowego,
- wykresy krzywych wzorcowych wraz z zestawieniem wartości emisji dla roztworów wzorcowych,
- wyniki analiz indywidualnych próbek wraz z ich obróbką statystyczną,
- wyniki z ćwiczeń podpisane przez prowadzącego.

*** Można przeprowadzić badanie wybranej przez siebie wody mineralnej na zawartość Ca, Na i K po uprzednim zgłoszeniu prowadzącemu ćwiczenia.