

Del A: Bestemmelse av natrium (Na) i mineralvann
ved bruk av atomabsorbsjonsspektrometer

Del B: Kvalitativ bestemmelse av kloridion i mineralvann
Bestemmelse av pH i mineralvann

Del C: Flammepøver av alkali- og jordalkalimetaller

Elevforsøk utført av:

Dato:

ved



Kjemisk institutt

Universitetet i Bergen

Bestemmelse av natrium (Na) i mineralvann

Bruk av atomabsorbsjonsspektrometer

| | |
|--|-----------|
| DEL A: | 3 |
| 1 FORMÅL | 3 |
| 2 BAKGRUNN | 3 |
| 3 TEORI | 3 |
| 3.1 MÅLING AV ATOMEMISJON | 4 |
| 3.2 KONSENTRASJONSBESTEMMELSE..... | 6 |
| 4 UTSTYR OG KJEMIKALIER | 7 |
| 5 UTFØRELSE | 8 |
| 5.1 TILLAGING AV STANDARD..... | 8 |
| 5.2 TILLAGING AV NA-PRØVER | 9 |
| 5.3 ANALYSERING AV PRØVER PÅ ATOMABSORBSJONSSPEKTROMETERET | 10 |
| 6 RESULTATER | 11 |
| 6.1 ANALYSE AV NA-STANDARDE OG MINERALVANNSPRØVER | 11 |
| 6.2 BEARBEIDING AV RESULTATER | 13 |
| 7 DISKUSJON | 14 |
| 8 FEILKILDER | 15 |
| 9 SAMMENDRAG | 15 |
| DEL B: | 16 |
| 10 KVALITATIV BESTEMMELSE AV KLORIDION I MINERALVANN OG BESTEMMELSE AV PH | 16 |
| DEL C: | 17 |
| 11 FLAMMEPRØVER AV ALKALI- OG JORDALKALIMETALLER | 17 |
| 11.1 UTSTYR OG KJEMIKALIER | 18 |
| 11.2 UTFØRELSE..... | 18 |
| 11.3 RESULTAT OG DISKUSJON | 19 |

Del A:

1 Formål

I denne øvelsen skal vi bestemme mengde natrium (Na) i mineralvann ved hjelp av atomabsorbsjonsspektroskopi.

2 Bakgrunn

Atomabsorbsjonsspektroskopi er en metode som egner seg godt til å bestemme svært lave konsentrasjoner av ulike grunnstoff.

Konsentrasjonsområdet vi arbeider i er milligram løst stoff i en liter løsning (mg/L), også kalt ppm (parts per million = 1 gram stoff per 1 million gram løsning).

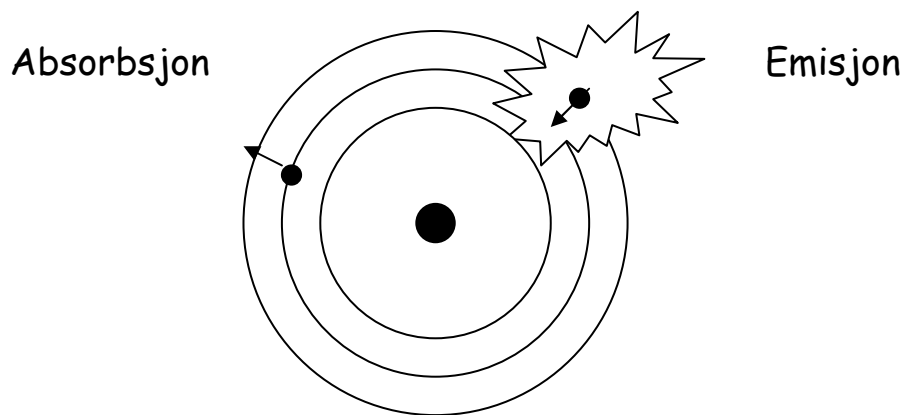
Natrium er valgt fordi det er svært vanlig element som finnes i de fleste næringsmidler. På grunn av sin elektronkonfigurasjon (ett 1s elektron i sitt ytterste elektronskall) egner det seg til å bli bestemt ved hjelp av atomemisjon (se avsnitt 3.1).

3 Teori

Enkelt forklart handler atomspektroskopi om at et atom absorberer (tar opp) eller emitterer (sender ut) energi.

I *atomabsorbsjon* absorberer et atom energi. Denne energien brukes til å eksitere (heve) elektroner fra sitt opprinnelige energinivå (grunntilstand) til et høyereliggende energinivå.

I *atomemisjon* sender atomet ut (emiterer) energi i form av lys. Energien sendes ut når et eksitert elektron (et elektron i et energinivå høyere enn det som er grunntilstanden) faller tilbake til sitt opprinnelige energinivå.



Figur 3.1. Skjematisk framstilling av sammenhengen mellom absorpsjon og emisjon.

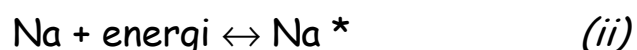
Med dette som bakgrunn beskrives i neste avsnitt konkret hvordan målinger gjøres på atomabsorpsjonsspektrometeret.

3.1 Måling av atomemisjon

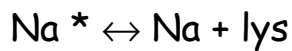
Prøven er som regel løst i vann eller fortynnet syre. I løsning er atomene i ioneform (for eksempel Na^+ , Cu^{2+}). Prøven suges vha. luft opp til en flamme fra forbrenning av acetylen og luft (brenner ved ca 2300°C). I flammen atomiseres noen av ionene og vi får frie atomer fordi metallionene i flammen får tilført elektroner. Her vises eksempel med natrium;



Energien i flammen er stor nok til at enkelte natriumatomer får eksitert sitt ytterste elektron;



Elektronet er i den eksiterte tilstanden kun i kort tid (mikro- eller nanosekund), og når elektronet faller tilbake til grunntilstanden (sitt opprinnelige skall / energinivå) sendes det ut energi i form av lys;



(iii)

Denne lysstyrken kan vi måle. Jo flere Na-ioner det finnes i løsningen vår (jo sterkere konsentrasjonen er), jo flere Na-ioner suges opp i flammen og jo flere atomer sender til slutt ut lys. Jo flere atomer som sender ut lys, jo sterkere blir lyset vi måler. Det er altså en sammenheng mellom lysstyrken instrumentet måler og antall ioner i løsningen. Dette skal vi senere bruke til å lage standardkurve(r) (se avsnitt 3.2 og 6.1) og for å bestemme konsentrasjoner i ukjente prøver.

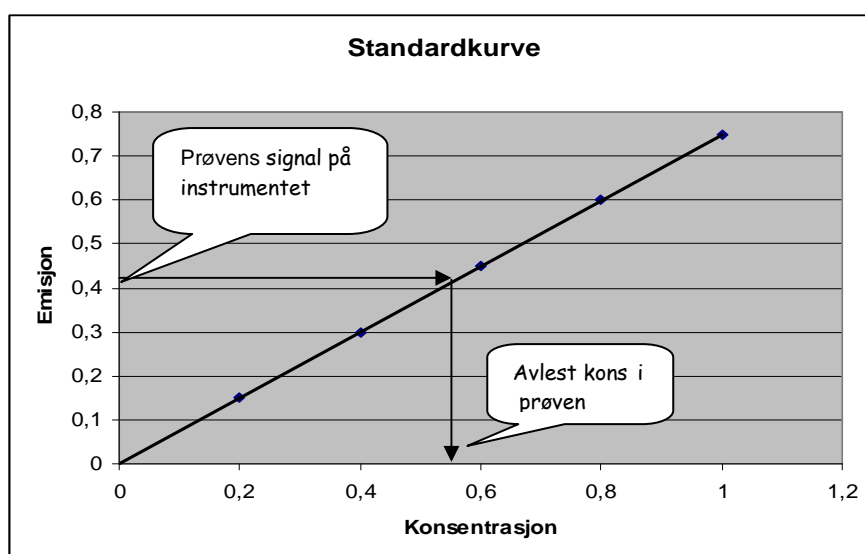
Lyset som sendes ut er karakteristisk for hvert enkelt grunnstoff. Det betyr at det enkelte grunnstoff sender ut lys med en bestemt bølgelengde. Noen grunnstoffer sender ut lys i det synlige spekteret, dvs. at vi kan se lyset som sendes ut. Na og K er eksempler på slike grunnstoff. Andre grunnstoff sender ut lys med bølgelengder som det menneskelige øyet ikke kan se, for eksempel i det ultrafiolette området. Selv om dette lyset ikke er synlig for oss kan likevel instrumentet vårt å måle dette lyset.

3.2 Konsentrasjonsbestemmelse

Som tidligere nevnt er mengden lys en prøve absorberer eller sender ut avhengig av hvor stor konsentrasjonen av det undersøkte grunnstoffet er. Denne sammenhengen kan vi undersøke ved å lage en standardkurve. Dette gjøres ved å analysere 2-5 prøver med kjent konsentrasjon (= standarder). Absorbansen eller emisjonen plottes i et koordinatsystem mot den kjente konsentrasjonen. Linjen som framkommer er en standardkurve. Det er vanlig å jobbe innenfor det lineære området, og vi får da sammenhengen:

$$\text{Målt signal} = a \cdot \text{konsentrasjonen} + b$$

a er stigningstallet (proporsjonalitetskonstant) til linjen mens b angir kurvens skjæring med y -aksen. Dette uttrykket tilsvarer det matematiske uttrykket for en rett linje $y = ax + b$. Fordi null konsentrasjon skal gi null målt signal bør b være lik 0 (linjen går gjennom origo). Standardkurven kan nå benyttes til å bestemme konsentrasjoner i ukjente prøver. Prøven analyseres, det målte signalet markeres på y -aksen og man kan lese av konsentrasjonen i prøven ved å trekke en linje fra standardkurven ned på x -aksen.



Figur 3.2.1. Eksempel på standardkurve

4 Utstyr og kjemikalier

NB! VERNEBRILLER skal brukes så lenge du er på laboratoriet

For tillaging av standardløsninger:

- 1 målesylinder, 10 mL
- 1 målekolbe (100 mL)
- 1 spruteflaske med destillert vann
- 1 sprittusj

Na-løsning 10 ppm på spruteflaske
Destillert vann

For tillaging av prøver:

- 1 målesylinder (10 mL, 50 mL eller 100 mL avh. av prøve)
- 1 plastflaske med skrukork, størrelse avh av fortynning
- 1 spruteflaske med destillert vann
- 1 sprittusj

Mineralvannsprøver som Bon Aqua, Farris, Imsdal, Olden,
springvann og lignende

5 Utførelse

Under tillaging av standarder og prøver, jobber elevene sammen i grupper på to og to. Hver gruppe lager *en* standard og *en* prøve. Tre grupper (seks elever) med tilsammen standardene A, B og C) går deretter til instrumentet og måler emisjonen i standardene og prøvene. Både løsninger og standarder lages ved bruk av vekt.

5.1 *Tillaging av standard*

Bruk 10 mL målesylinderen til å måle ut (bruk spruteflasken med Na-standard) den mengde standard gruppen din trenger for å lage *enten* Standard A *eller* Standard B *eller* Standard C. For mengde Na-standard, se Tabell 5.1.1. Sett kolben på vekten og nullstill (tarér). Overfør fra målesylinderen til 100 mL målekolbe. Les av og skriv ned vekten i Tabell 5.1.1. Nullstill vekten på nytt og fyll kolben til merket med destillert vann. Les av vekten og noter også den i Tabell 5.1.1. Totalvekt av løsningen og konsentrasjonen i kolben regnes ut etter formlene under og noteres i samme tabell. **NB!** Husk å blande løsningen godt!

$$\text{Formel 5.1.1} \quad \text{Totalvekt (m2)} = \text{Vekt standard (m1)} + \text{Vekt vann}$$

$$\text{Formel 5.1.2} \quad \text{Ny konsentrasjon (c2)} = \frac{\text{Opprinnelig konsentrasjon (c1)} \times \text{masse (m1)}}{\text{Total masse (m2)}}$$

For beregning av konsentrasjon har vi brukt fortynningsformelen $c_1 \cdot m_1 = c_2 \cdot m_2$, der c_1 (=10ppm Na-løsning) er opprinnelig konsentrasjon i utlevert Na-løsning, m_1 er innveid mengde Na-løsning, c_2 er ny konsentrasjon og m_2 er total vekt av løsningen.

Tabell 5.1.1. *Tillaging av standardløsninger. Hver gruppe bidrar her med en løsning hver. Vektene fra de andre gruppene fylles også inn. Konsentrasjonen overføres til Tabell 6.1.1.*

| Standard | Ca. volum standard (mL) | m_1 Vekt standard (g) | Vekt vann (g) | Formel 5.1.1 Totalvekt= m_2 (g) | Formel 5.1.2 Konsentrasjon = c_2 (ppm) |
|----------|-------------------------|----------------------------|---------------|--------------------------------------|--|
| A | 2 | | | | |
| B | 5 | | | | |
| C | 10 | | | | |

5.2 Tillaging av Na-prøver

Mineralvannsprøver fortynnes som beskrevet i Tabell 5.2.1. For prøver der det skal tas ut 1 mL prøve benyttes pasteurpipette. Ellers brukes 10 mL målesylinder som beskrevet under prøvetillagingen. Forsikre deg om at du bruker rett størrelse på plastflasken i følge tabellen. Nullstill plastflasken på vekten, og tilsett prøve enten vha. av en pasteurpipette eller vha. målesylinder. Noter vekten i Tabell 5.2.1. Tillsett vann til ønsket mengde. Noter vekten i samme tabell. Bland godt.

Tabell 5.2.1. Fortynning av mineralvannsprøver.

| Mineralvann | Ta ut | Vekt (g) (v1) | Tilsett g vann | Vekt (g) (v2) | Totalvekt = v1 + v2 | Fortynnings- faktor = Totalvekt/v1 |
|-------------|-------|------------------|-------------------|------------------|------------------------|--|
| Bon Aqua | 10 mL | | 30 g | | | |
| Bris | 1 mL | | 500 g | | | |
| Farris | 1 mL | | 1000 g | | | |
| Imsdal | 10 mL | | 10 g | | | |
| Loutraki | 2 mL | | 100 g | | | |
| Olden | 10 mL | | 30 g | | | |
| Voss | 5 mL | | 50 g | | | |
| Springvann | 5 mL | | 50 g | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |

5.3 Analysering av prøver på atomabsorbsjonsspektrometeret

Til forsøket benytter vi et atomabsorbsjonsspektrometer fra Perkin-Elmer; Aanalyst 300. Instrumentinnstillingene er ført opp i tabell 5.3.1.

Tabell 5.3.1. Instrumentinnstillinger

| Element | Metode | Bølgelengde |
|---------|---------|-------------|
| Na | Emisjon | 589,0 nm |

Prøven suges opp i flammen gjennom en tynn plastslange. Den målte emisjonen (vises midt på skjermen) og er et gjennomsnitt av tre målinger, hver på tre sekunder.

Start målingen av standardene med å måle den svakeste standarden først. Avslutt med den sterkeste.

Resultatene føres opp sammen med konsentrasjonene på standardene i tabell 6.1.1 i kapittel 6.1.

6 Resultater

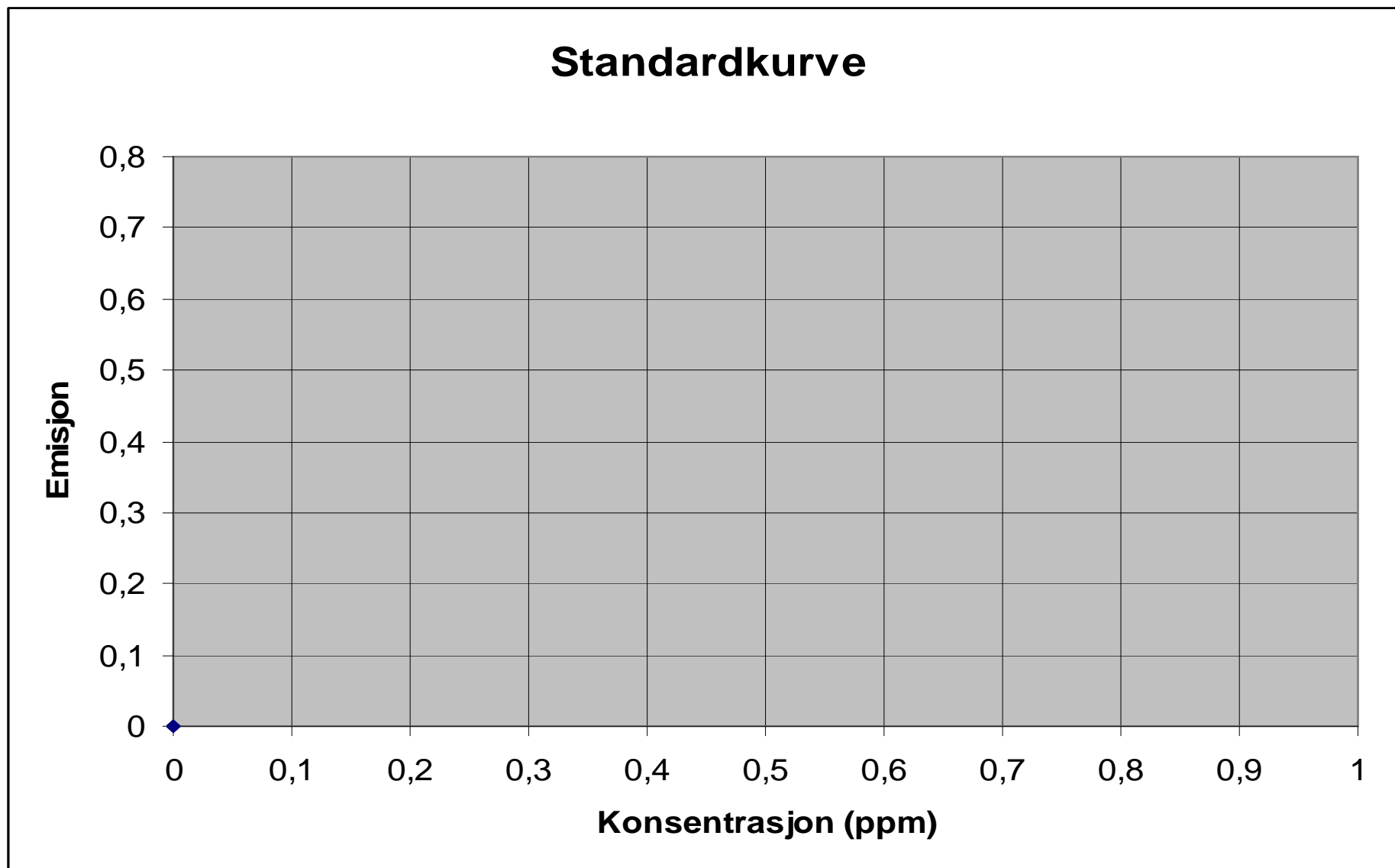
6.1 *Analyse av Na-standarder og mineralvannsprøver*

Overfør standardkonsentrasjonene fra tabell 5.1.1 til tabell 6.1.1. Resultatet av målingene på atomabsorpsjonsspektrometeret føres i samme tabell.

Tabell 6.1.1. *Standardkonsentrasjoner og målt emisjon for Na.*

| | StdA | Std B | Std C | Prøve | Prøve | Prøve |
|---|------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Konsentrasjon (ppm) (Fra Tab. 5.1.1 s 8) | | | | - | - | - |
| Målt emisjon | | | | | | |
| Avlest kons i prøvene (fra standardkurven) | - | - | - | | | |

Verdiene fra Tabell 6.1.1 plottes i Figur 6.1.1 neste side. Bruk linjal til å tegne en rett linje (kalibreringskurve) som best mulig tar hensyn til alle punktene i plottet.



Figur 6.1.1. Standardkurve for Na

6.2 Bearbeiding av resultater

Konsentrasjonen i prøvene hentes fra Tabell 6.1.1 og føres i Tabell

6.2.1. Konsentrasjonen må deretter multipliseres med fortynningsfaktoren for å finne konsentrasjonen av Na i mineralvannsprøvene.

| Prøve | Avlest kons (ppm) (Fra Tab 6.1.1) | Fortynnings-faktor (Fra Tab 5.2.1) | Kons Na i mineralvann (ppm = $\mu\text{g/g}$) (Formel 6.2.1) | g Na per liter mineralvann (Formel 6.2.2) | mg Na per liter mineralvann = g Na X 1000 |
|------------|--------------------------------------|---------------------------------------|--|--|--|
| Bon Aqua | | | | | |
| Bris | | | | | |
| Farris | | | | | |
| Imsdal | | | | | |
| Loutraki | | | | | |
| Olden | | | | | |
| Voss | | | | | |
| Springvann | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |

Tabell 6.2.1 Resultater

Konsentrasjonen av Na i mineralvann regnes ut etter formelen:

Formel 6.2.1

$\text{Kons Na i ufortynnet prøve} = \text{Avlest kons} \times \text{Fortynningsfaktor}$

(I formel 6.2.2 antar vi at 1 liter vann veier 1000g.)

Formel 6.2.2

$$\text{g Na per liter mineralvann} = \frac{\text{Kons Na (i } \mu\text{g/g}) \times 1000 \text{ g}}{1000000}$$

7 Diskusjon

Molvekten til Na er: 23,0 g/mol, og for Cl: 35,5 g/mol. Regn ut hvor mange prosent Na det er i vanlig bordsalt (NaCl):

Regn ut hvor mange gram Na det er i 1 gram NaCl:

Sammenlign mengden Na i de ulike mineralvannsprøvene:

Daglig NaCl-inntak ikke bør overskride 5 g. Diskuter mengde mineralvann man kan drikke daglig med tanke på dette.

8 Feilkilder

- Unøyaktighet i standardtillagingen
- Unøyaktighet i prøveopparbeidingen
- Feil metode for prøveopparbeiding
- Ulikt kjemisk miljø i prøve og i standarder
- Usikkerhet i målingene

9 Sammendrag

Lag et lite sammendrag av hva du har gjort på laboratoriet i denne øvelsen. Stikkord: Skall, eksitert tilstand, emisjon, konsentrasjon, prøvetillaging, Na-innhold

Del B:

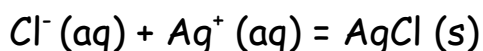
10 Kvalitativ bestemmelse av kloridion i mineralvann og bestemmelse av pH

Benytt briller og engangshansker når du gjør denne oppgaven!

I mineralvann vil kationene, som f.eks Na, være sammen med anioner som Cl^- , SO_4^{2-} , CO_3^{2-} og NO_3^- . Det er ikke alle anioner som lar seg bestemme ved hjelp av enkel test, men vi kan sjekke om det er kloridioner til stede i det undersøkte mineralvannet.

Test på kloridiner

Overfør en pasteurpipette med mineralvann til et reagensrør. Tilsett noen dråper AgNO_3 . Evt. hvitt bunnfall av AgCl viser tilstedeværelse av kloridioner.



Dannes det hvitt bunnfall i forsøket?.....
Hva sier dette resultatet om hvorvidt det er kloridioner i det undersøkte mineralvannet?

Bestemmelse av pH

Bruk en pasteurpipette til å dryppe en dråpe av mineralvannet på en liten bit (1 cm) pH papir.
Sammenlign fargen på papiret med pH-skalaen.

Hva er pH i mineralvannet:.....

Variierer pH i de ulike mineralvannstypene?.....

Del C:

11 Flammepøver av alkali- og jordalkalimetaller

Alkali- og jordalkaligrunnstoffene (1. og 2. gruppe i det periodiske system) har ett eller to elektroner i sitt ytterste elektronskall. Det er disse elektronene som lar seg eksitere i en flamme. Atomene sender deretter ut energi i form av lys når elektronene faller tilbake til sitt opprinnelige energinivå.

Forskjellige atomer sender ut lys med ulik energi. Dette gjør at lyset fra forskjellige grunnstoffer har ulike farger, og dette kan i enkle tilfeller benyttes til å bestemme eller antyde hvilket grunnstoff vi har med å gjøre.

Fordi mengden kobber gir så fin flamme, tas også kobber med i flammetesten selv om ikke kobber er et alkali- eller et jordalkalimetal.

Lys(bølger) med ulik energi vil ha ulik bølgelengde. I Tabell 11.1 gis det en enkel oversikt over sammenhengen mellom farge og bølgelengde.

| Farge | Bølgelengdeområde |
|----------|-------------------|
| Fiolett | 380 - 450 nm |
| Blå | 450 - 495 nm |
| Grønn | 495 - 550 nm |
| Gulgrønn | 550 - 570 nm |
| Gul | 570 - 590 nm |
| Oransje | 590 - 620 nm |
| Rød | 620 - 750 nm |

Tabell 11.1 Oversikt over farger og bølgelengder

De flotte fargene du ser i fyrverkeri kommer nettopp fram ved bruk av salter av noen av disse grunnstoffene.

11.1 Utstyr og kjemikalier

I denne øvelsen er følgende satt ut på laboratoriet:

| Utstyr og kjemikalier: |
|--|
| Porselensprøveplater |
| Magnesiastaver |
| Destillert vann |
| Salter av alkali-og jordalkalimetaller |
| Kobbersalt |
| Propanflamme |

11.2 Utførelse

NB! BRUK BRILLER !!!!!

Magnesiastaven dyppes i destillert vann og holdes inn i flammen til magnesiastaven gløder eller gulfargen på flammen forsvinner. Deretter tas noen korn av saltet på magnesiastaven og det hele stikkes inn i flammen. Fargen noteres i tabell i neste avsnitt. Dette gjøres for alle de utplasserte saltene.

Vær klar over at de fleste av disse saltene kan være forurenset av natrium. Det innebærer at for noen av dem vises grunnstoffets egen

farge bare noen sekunder i flammen før natrium med sin intense gul farge overskygger den. Vask da magnesiastaven på nytt og påfør mer av saltet du undersøker.

11.3 Resultat og diskusjon

| Grunnstoff | Flammefarge | Bølgelengde | Metallets utseende |
|--------------|-------------|---------------|--------------------|
| Litium (Li) | | 671 nm | |
| Natrium (Na) | | 589 nm | |
| Kalium (K) | | 400 nm (bl.a) | |
| Kalsium (Ca) | | 620 nm (bl.a) | |
| Barium (Ba) | | 554 nm | |
| Kobber (Cu) | | 510-580 nm | |

Tabell 11.3.1 Oversikt over flammefarger, bølgelengder og metallets utseende.

Stemmer dine observasjoner med hva du skulle forventet deg ut fra Tabell 11.1 med hensyn til hvilken bølgelengde grunnstoffet sender ut lys med og fargen flammen har?