

Elevforsøk utført ved Kjemisk institutt, UiB

(Versjon 2019)

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

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

Del C: Flammepøver av alkali- og jordalkalimetaller



Navn:Dato:

Innhold

DEL A:	3
1 FORMÅL	3
2 BAKGRUNN	3
3 TEORI	3
3.1 MÅLING AV ATOMEMISJON	5
3.2 KONSENTRASJONSBESTEMMELSE	6
4 UTSTYR OG KJEMIKALIER	7
5 UTFØRELSE	7
5.1 TILLAGING AV STANDARD	9
5.2 TILLAGING AV NA-PRØVER	10
5.3 ANALYSERING AV PRØVER PÅ ATOMABSORBSJONSSPEKTROMETERET	11
6 RESULTATER	11
6.1 ANALYSE AV NA-STANDARDER 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. Mineralvannet skal undersøkes ved hjelp av analyseinstrumentet atomabsorbsjonsspektrofotometer, forkortet AAS.

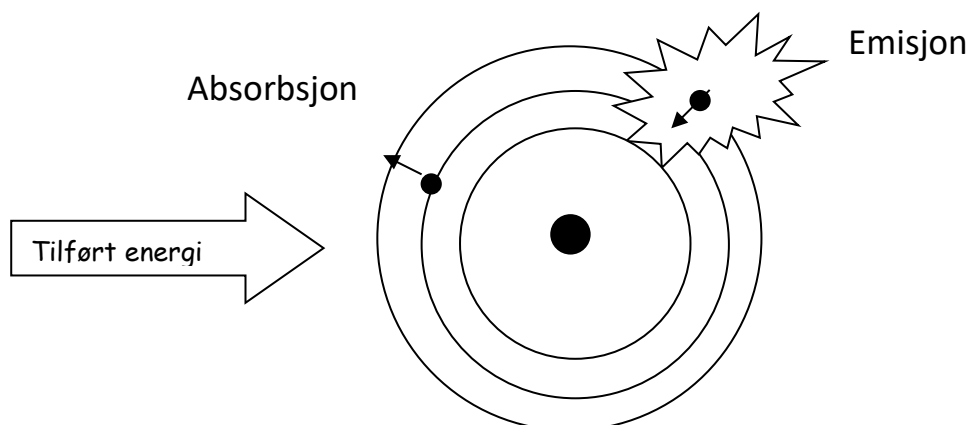
2 Bakgrunn

Atomabsorbsjonsspektroskopi er en metode som egner seg godt til å bestemme svært lave konsentrasjoner av forskjellige grunnstoff i løsning. Konsentrasjonsområdet vi arbeider i er milligram løst stoff i en liter løsning (mg/L).

Natrium er valgt fordi det er svært vanlig element som finnes i de fleste næringsmidler.

3 Teori

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



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

I *atomabsorpsjon* absorberer atomene energi. Denne energien brukes til å eksitere (heve) elektroner fra sitt opprinnelige energinivå (grunntilstand) til et høyere liggende energinivå.

I *atomemisjon* sender atomene ut (emitterer) energi i form av lys. Energien sendes ut når eksiterte elektroner (elektroner i et energinivå høyere enn det som er grunntilstanden) faller tilbake til sitt opprinnelige energinivå.

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 måle dette lyset.

Uavhengig av metode (absorpsjon eller emisjon) må atomene tilføres energi. I atomabsorpsjon trenger atomene energi å absorbere. I atomemisjon trenger atomene energi slik at elektronene kan eksisteres, slik at vi kan måle det utsendte (emitterte) lyset når elektronene faller tilbake fra eksitert tilstand til grunntilstand. Atomene får denne energien i en flamme, mens atomene ved måling av atomabsorpsjon i tillegg får energi fra en lampe.

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

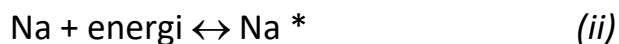
3.1 Måling av atomemisjon

På grunn av sin elektronkonfigurasjon (ett 1s elektron i sitt ytterste elektronskall) egner natrium seg særlig til å bli bestemt ved hjelp av atomemisjon (se avsnitt 3).

Prøven er løst i vann eller fortynnet syre. I løsning er atomene på ioneform (for eksempel Na^+ , Cu^{2+} osv.). Prøven suges vha. luft opp i en flamme fra forbrenning av acetylen og luft som brenner ved ca. 2300°C . I flammen får ionene tilført elektroner og ionene blir atomisert, dvs. de blir til frie atomer uten ladning. 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;



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 5.1, for videre å bestemme konsentrasjoner i ukjente prøver.

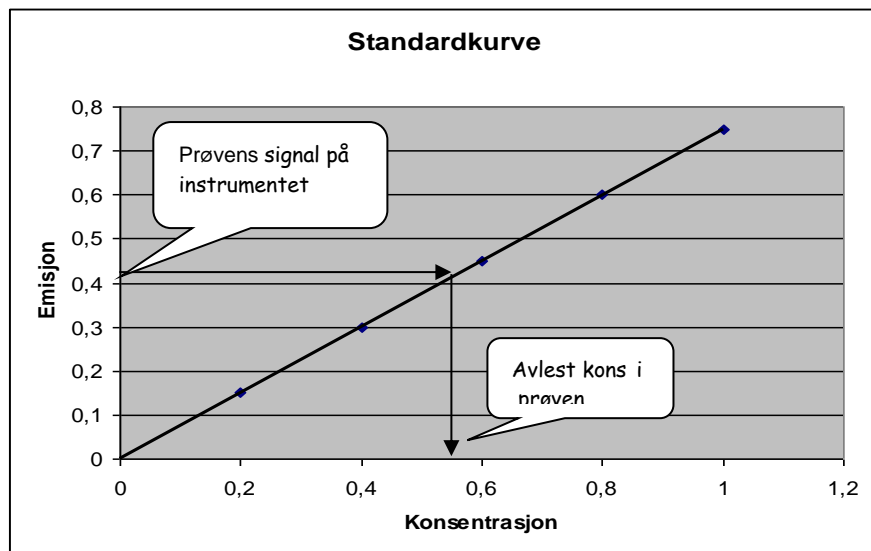
3.2 Konsentrasjonsbestemmelse

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 til 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 $y = ax + b$.

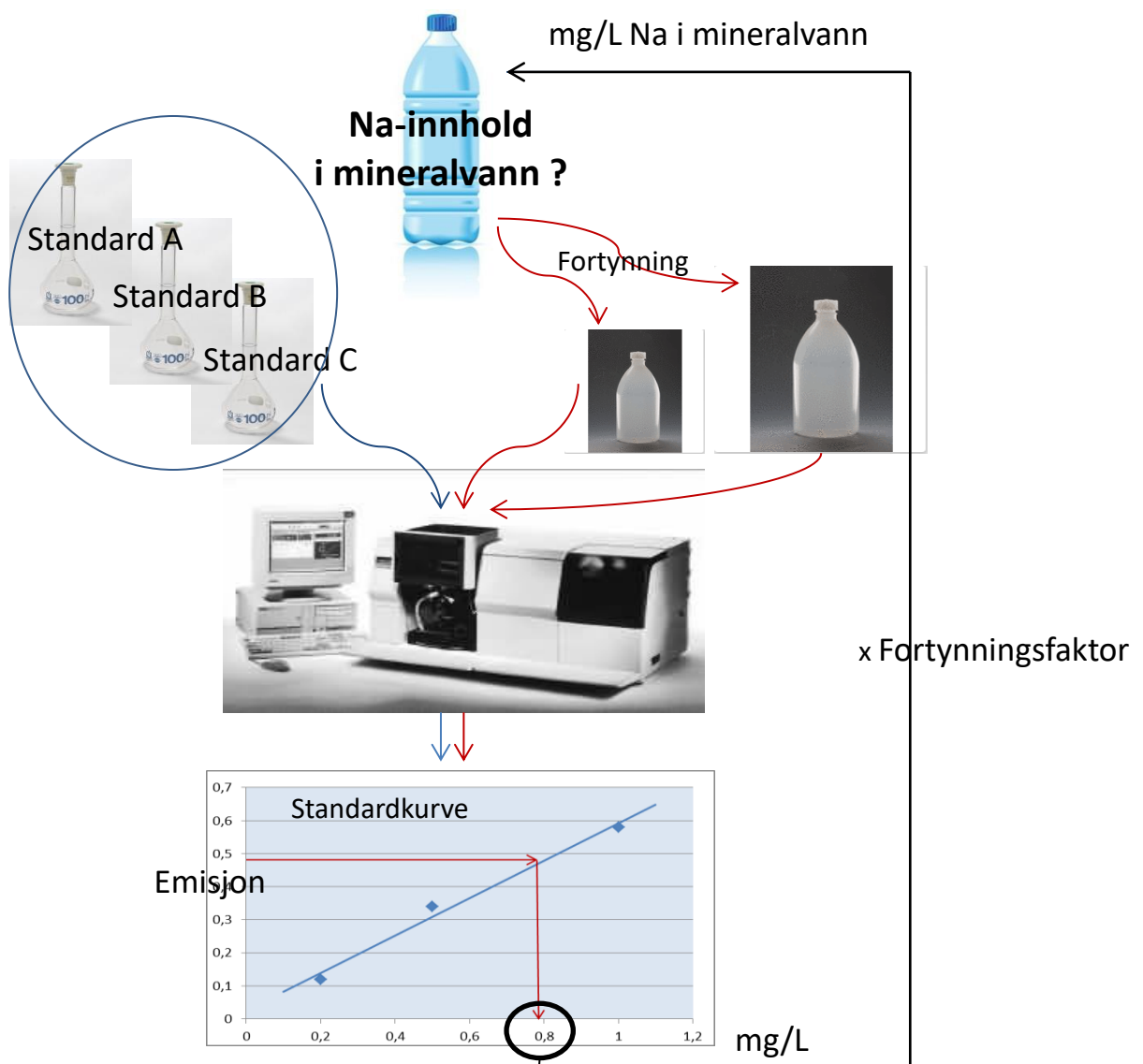
Standardkurven kan nå benyttes til å bestemme konsentrasjoner av ukjente prøver. Når mineralvannsprøven er analysert, markeres det målte signalet på y-aksen og man kan lese av konsentrasjonen i prøven ved å trekke en linje fra standardkurven ned på x-aksen.



Figur 3.2.1. Eksempel på standardkurve

4 Utførelse

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



Figur 4.1 Oversikt over AAS-øvelsen

Utstyr og kjemikalier

NB! VERNEBRILLER skal brukes så lenge du er på laboratoriet

For tillaging av standardløsninger:

Na-løsning 10 mg/L på spruteflaske (utgangsløsning)

Destillert vann

Vekt

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

For tillaging av ukjente prøver:

Mineralvannsprøver (f.eks. Bon Aqua, Farris, Imsdal, Olden osv.)

Destillert vann

Vekt

- 1 målesylinder (10, 50, 100, 500 eller 1000 mL avh. av prøve)
- 1 plastflaske med skrukork, størrelse avh av fortytning
- 1 spruteflaske med destillert vann
- 1 sprittusj

4.1 Tillaging av standard

- 1) Bruk 10 mL målesylindren 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 4.1.1.
- 2) Sett 100 mL målekolben på vekten og nullstill (tarér).
- 3) Overfør fra målesylindren til 100 mL målekolbe. Les av og skriv ned vekten i Tabell 4.1.1.
- 4) Nullstill vekten på nytt og fyll kolben til merket med destillert vann.
- 5) Les av vekten og noter også den i Tabell 4.1.1.
- 6) Totalvekt av løsningen og konsentrasjonen i kolben regnes ut etter formlene under og noteres i samme tabell.

NB! Husk å blande løsningen godt!

Formel 4.1.1
$$\text{Totalvekt (m2)} = \text{Vekt standard (m1)} + \text{Vekt vann}$$

For beregning av ny konsentrasjon bruker vi fortynningsformelen $c_1 \cdot m_1 = c_2 \cdot m_2$, der

- c_1 er opprinnelig konsentrasjon i utlevert Na-løsning (= 10 mg/L)
- m_1 er innveid mengde Na-løsning
- c_2 er ny konsentrasjon
- m_2 er total vekt av løsningen.

Formel 4.1.2
$$\text{Ny konsentrasjon (c2)} = \frac{\text{Opprinnelig konsentrasjon (c1)} \cdot \text{masse (m1)}}{\text{Totalvekt (m2)}}$$

(tillaget standard, A/B,/C)

Tabell 4.1.1. Tillaging av standardløsninger. Hver gruppe bidrar her med en løsning hver. Vektene fra de andre gruppene fylles også inn. Konsentrasjonen overføres til Figur 5.1.1.

Standard	Ca. volum standard (mL)	m_1 Vekt standard (g)	Vekt vann (g)	Formel 4.1.1 Totalvekt= m_2 (g)	Formel 4.1.2 Konsentrasjon = c_2 (mg/L)
A	2				
B	5				
C	10				

4.2 Tillaging av Na-prøver

Mineralvannsprøver fortynnes som beskrevet i Tabell 4.2.1. For prøver der det skal tas ut 1 mL prøve benyttes pasteurpipette. Ellers brukes målesylinder, der størrelsen avhenger av valgt type mineralvann. Forsikre deg om at du bruker rett størrelse på plastflasken i følge tabellen.

- 1) Mål opp ønsket mengde mineralvann i en 10 mL målesylinder.
- 2) Nullstill plastflasken på vekten.
- 3) Tilsett mineralvannsprøven fra målesylinder (evt. pasteurpipette).
- 4) Noter den nøyaktige vekten i Tabell 4.2.1.
- 5) Fyll en målesylinder med den mengde vann tilasset din mineralvannsprøve.
- 6) Overfør oppmålt mengde vann til plastflasken og noter den nøyaktige vekten.
- 7) Bland godt.
- 8) Regn ut totalvekt og fortynningsfaktor og fyll inn i tabellen.

Tabell 4.2.1. Fortynning av mineralvannsprøver.

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

4.3 Analysering av prøver på atomabsorbsjonsspektrometeret

Til forsøket benytter vi et atomabsorbsjonsspektrometer fra Perkin-Elmer; Analyst 300. Instrumentinnstillingene er ført opp i tabell 4.3.1.

Tabell 4.3.1. *Instrumentinnstillinger*

Element	Metode	Bølgelengde
Na	Emisjon	589,0 nm

Standarder og prøver suges opp i flammen gjennom en tynn plastslange. Den målte emisjonen vises midt på skjermen.

Start målingen av standardene med å måle den laveste standarden først. Avslutt med den sterkeste. Fortsett med å analysere mineralvannsprøvene.

Målt emisjon føres opp sammen med konsentrasjonene på standardene i tabell 5.1.1 i kapittel 5.1.

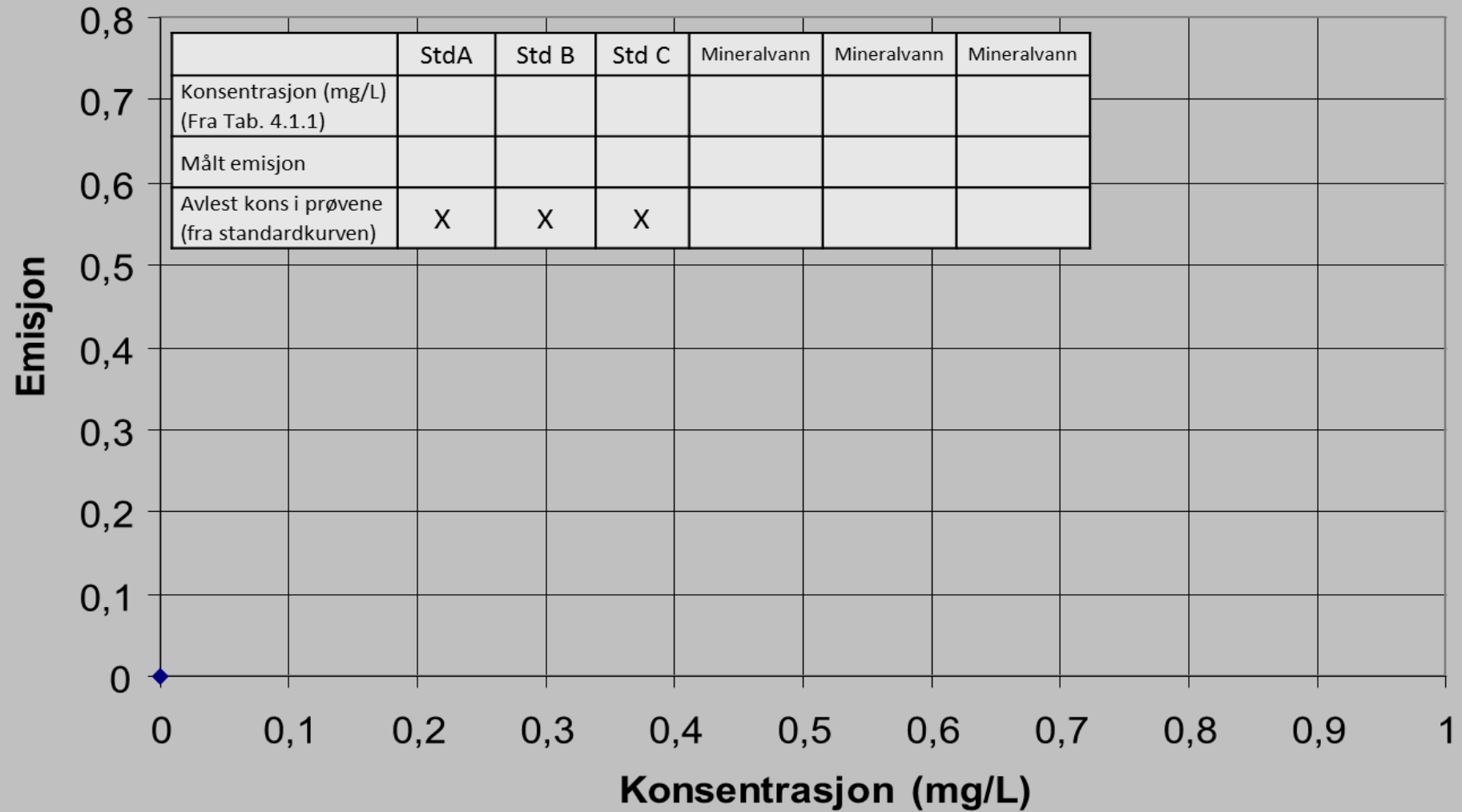
5 Resultater

5.1 *Analyse av Na-standarder og mineralvannsprøver*

Overfør standardkonsentrasjonene fra tabell 4.1.1 til tabell 5.1.1. Resultatet av målingene på atomabsorbsjonsspektrometeret føres i samme tabell.

Verdiene fra Tabell 5.1.1 plottes i Figur 5.1.1 på neste side. Bruk linjal til å tegne en rett linje (standardkurve) som best mulig tar hensyn til alle punktene i plottet. Linjen trenger ikke å gå gjennom origo.

Standardkurve



Figur 5.1.1. Standardkonsentrasjoner og målt emisjon for Na

5.2 Bearbeiding av resultater

Konsentrasjonen i prøvene hentes fra Tabell 5.1.1 og føres i Tabell 5.2.1. Konsentrasjonen må deretter multipliseres med fortynningsfaktoren for å finne konsentrasjonen av Na i mineralvannsprøvene (se Fig. 4.1).

Prøve	Avlest kons (mg/L) (Fra Tab 5.1.1)	Fortynningsfaktor (Fra Tab 4.2.1)	Kons Na i mineral-vann (mg/L) (Formel 5.2.1)
Bon Aqua			
Bris			
Farris			
Imsdal			
Olden			
Voss			
Springvann			

Tabell 5.2.1 Resultater

Konsentrasjonen av Na i mineralvann regnes ut etter formelen:

Formel 5.2.1

Kons Na i ufortynnet prøve = Avlest kons · Fortynningsfaktor

Omgjøring fra mg/L til g/L gjøres etter formelen:

Formel 5.2.2

$$g \text{ Na i 1 liter mineralvann (g/L)} = \frac{\text{Kons Na (i mg/L)}}{1000 \text{ mg/g}}$$

6 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 bør ikke overskride 5 g. Beregn g Na i «ditt» mineralvann vha. formel 5.2.2. Diskuter med utgangspunkt i dette, mengden mineralvann man maksimalt bør drikke daglig.

7 Feilkilder

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

8 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:

9 Kvalitativ bestemmelse av kloridioner i mineralvann og bestemmelse av pH

Benytt briller også når du gjør denne oppgaven!

Start med å fylle et reagensrør halvfullt med mineralvannet du jobbet med i del 4 og del 5.

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:.....

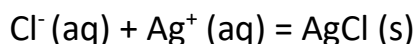
Varyerer pH i de ulike mineralvannstypene?.....

Test på kloridiner

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.

Fyll et reagensrør halvfullt med mineralvann.

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?

Del C:

10 Flammeprøver av alkali- og jordalkalimetaller

Alkali- og jordalkaligrunnstoffene (1. og 2. gruppe i periodesystemet) har henholdsvis 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 kobbersalt gir fin flamme tas også kobber med i flammetesten, selv om ikke kobber er et alkali- eller et jordalkalimetall.

Lys(bølger) med ulik energi vil ha ulik bølgelengde. I Tabell 10.1 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 10.1 Oversikt over farger og bølgelengder

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

10.1 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

10.2 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 tabellen 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 gulfarge overskygger den. Vask da magnesiastaven på nytt og påfør mer av saltet du undersøker.

10.3 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 10.3.1 Oversikt over flammefarger, bølgelengder og metallets utseende.

Stemmer dine observasjoner med hva du skulle forventet deg ut fra Tabell 10.1 med hensyn til hvilken bølgelengde grunnstoffet sender ut lys med og fargen flammen har?