

Министерство науки высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное
учреждение высшего образования
Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина
Физико-технологический институт
Кафедра физико-химических методов анализа

Отчет
по лабораторной работе
Пламенная фотометрия и атомно-абсорбционный анализ

Руководитель

Д. Г. Лисиенко

Студент

Н. Д. Бородин

гр. ФтМ-120105

Екатеринбург, 2023

Цель работы: изучить принцип работы атомно-абсорбционного и пламенно-фотометрического анализа на примере проб водопроводной воды с применением метода градуировочного графика и метода добавок.

Теоретическая часть

Атомно-абсорбционный анализ

Данный метод основан на явлении селективного поглощения свободными атомами одного элемента излучения с резонансной длиной волны. Селективно поглощается излучение на частоте резонансного перехода, где атомы переходят из основного в возбужденное состояние. Ввиду того, что резонансные линии тяжелых элементов находятся в вакуумном ультрафиолете, возможен анализ лишь 70 элементов периодической системы, таких как: Al, Ba, Be, V, Bi, W, Fe, Ca, Cd, Co, Si, Mg, Mn, Cu, Mo, Ni, Sn, Pb, Ti, Cr, Zn, As, B, I, P, Se, Si и Te.

Для получения спектра необходимо перевести пробу состояние атомного пара, для чего его раствор распыляют в пламени или испаряют сухой остаток раствора в электрической печи в интервале температур 2000-3000 °С. В этом температурном интервале подавляющее большинство атомов находятся в невозбужденном состоянии и окружающие атомы и молекулы не могут его изменить и, следовательно, не могут повлиять на величину атомного поглощения. Этот факт, наряду с малым количеством линий поглощения, обуславливает высокую избирательность атомно-абсорбционного метода.

В основе количественного анализа лежит объединённый закон поглощения:

$$A = \lg \frac{\Phi_0}{\Phi} = k \cdot C,$$

где A – абсорбция атомизатора; Φ_0 – падающий на атомизатор поток излучения, Φ – поток, вышедший из атомизатора, k – коэффициент пропорциональности, зависящий от свойств элемента и атомизатора; C – концентрация элемента в пробе.

Пламенно-фотометрический анализ

В основе метода лежит атомная эмиссия, где источником возбуждения служит пламя. Так как пламя имеет сравнительно невысокую температуру (порядка 3000 К), то возможен анализ лишь щелочных и щелочноземельных металлов. Количественный пламенно-фотометрический анализ основан на уравнении Ломакина-Шейбе:

$$I = aC^b,$$

где I – величина, пропорциональная интенсивности спектральной линии, a – коэффициент, зависящий от природы аналита, условий регистрации и возбуждения спектральной линии, C – концентрация аналита, b – коэффициент самопоглощения, зависящий от концентрации C .

Аппаратура

В работе используется атомно-абсорбционный спектрофотометр ААС-1.

Анализируемый раствор *17* распыляется сжатым воздухом с помощью концентрического распылителя *16*. В камере *15* происходит отделение крупных капель и смешение аэрозоля с горючим газом. Смесь сжигается над горелкой *14* с образованием ламинарного пламени.

При работе в атомно-абсорбционном варианте излучение от лампы с полым катодом *12*, питаемой источником *13* импульсами напряжения частотой 300 Гц, осветительной системой *11* фокусируют на пламя. Зеркала *10* направляют прошедшее через атомизатор излучение на входную щель монохроматора *9*, построенного по схеме Черни-Тернера. Диспергирующим элементом прибора является плоская дифракционная решетка *8*, работающая в первом порядке спектра, который выделяется с помощью сменных светофильтров *1*. Обратная линейная дисперсия монохроматора в области от 190 до 820 нм составляет 1,5 нм/мм. Излучение резонансной линии определяемого элемента, выделенное монохроматором, линзой *7* фокусируют на катод фотоэлектронного умножителя (ФЭУ) *5*, питаемого высоковольтным источником *4*.

Сигнал с ФЭУ поступает на вход усилителя *3*, который осуществляет подавление обусловленной собственным излучением пламени постоянной составляющей фототока, усиление, выпрямление и сглаживание переменной составляющей с частотой 300 Гц. Выходной сигнал усилителя регистрируется индикатором *2*. Таким образом,

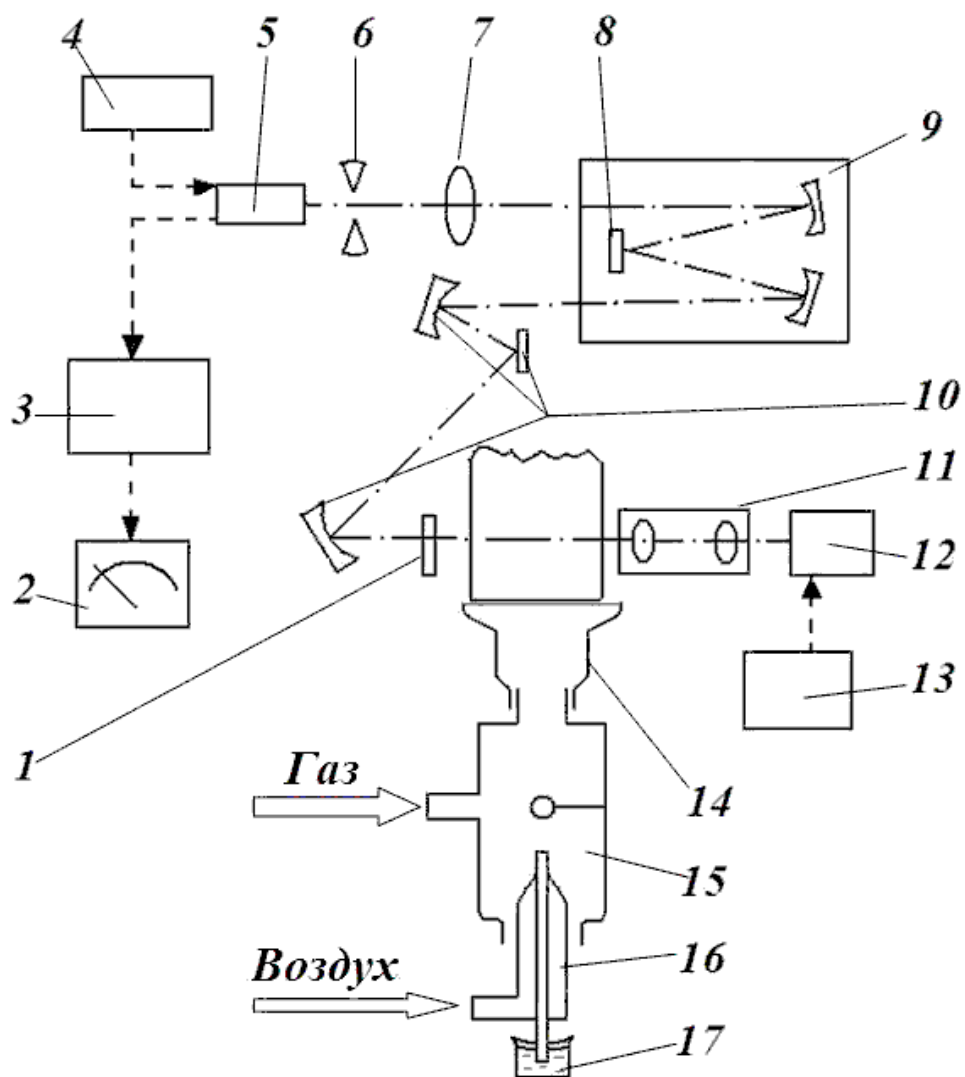


Рис. 1. Блок-схема прибора ААС-1

показания индикатора пропорциональны интенсивности прошедшего через пламя резонансного излучения определяемого элемента.

Работа прибора в пламенно-фотометрическом варианте отличается от описанной тем, что лампа с полым катодом отключается, а для обеспечения функционирования усилителя поток выделенного монохроматором излучения аналитической линии определяемого элемента прерывается с частотой 300 Гц электромеханическим модулятором 6. Показания индикатора в этом случае пропорциональны интенсивности излучения атомов элемента в пламени.

Экспериментальная часть

Атомно-Абсорбционный анализ

Включили прибор, установили и включили лампу с полым катодом для магния, настроили монохроматор на линию Mg 285,2 нм.

- Для анализа отобрали 20 см³ водопроводной воды. В колбе вместимостью 25 см³ приготовили пробу для определения магния, разбавляя образец дистиллированной водой в пять раз.
- Приготовили рабочие градуировочные растворы в колбах вместимостью 25 см³. Произвели измерения градуировочного графика и получили величину абсорбции, данные для приготовления растворов и результаты анализа приведены в таблице 1

Таблица 1. Данные для приготовления градуировочных растворов.

№ градуировочного образца	V, см ³	C, мг/дм ³	A, ед
1	1,25	1	0,085
2	2,5	2	0,145
3	3,75	3	0,195

- По полученным данным построили градуировочную зависимость (рисунок 2).

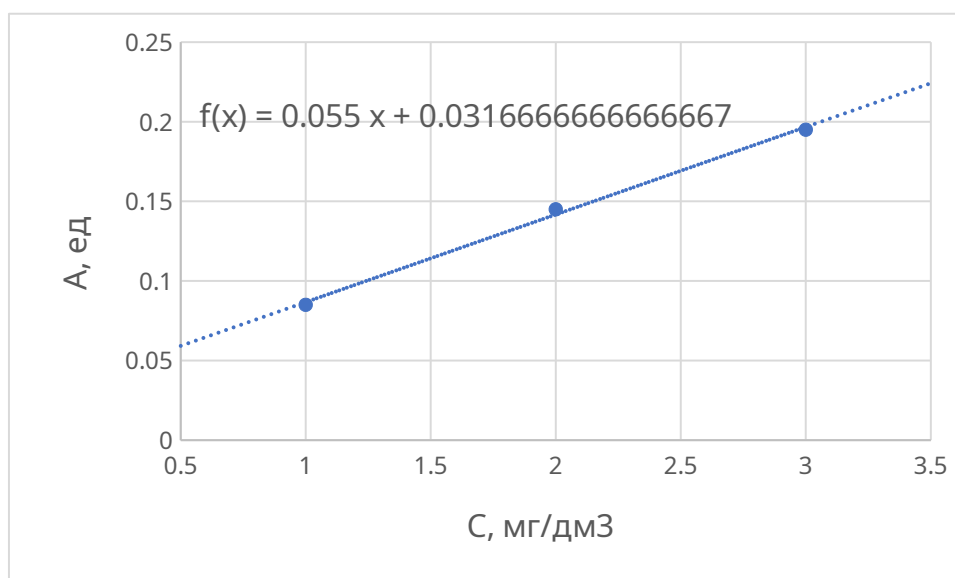


Рисунок 2. Градуировочная зависимость Атомно-Абсорбционного анализа для линии Mg (285,2 нм).

- Произвели измерение пробы воды, получили величину абсорбции $A = 0,165$. По уравнению градуировочной зависимости установили, что в водопроводной воде концентрация Mg равна $C_{Mg} = 2,42 \text{ мг/дм}^3$.

Пламенно-фотометрический анализ

- Настроили монохроматор на линию Na I 589,0 нм. Изменяя коэффициент усиления и напряжение питания ФЭУ, добились отклонения стрелки индикатора во вторую половину линейной шкалы. Затем вводили в пламя дистиллированную воду и потенциометром *I2* установили стрелку индикатора на нулевое деление линейной шкалы.
- В три мерные колбы вместимостью 25 см^3 вводили по 1 см^3 образца, в одну из колб добавляли 1 см^3 , в другую – 2 см^3 стандартного раствора натрия с массовой концентрацией 10 мг/дм^3 . Доводили объем растворов во всех колбах дистиллированной водой до метки и перемешивали.
- Произвели измерения полученных растворов, результаты приведены в таблице 2.

Таблица 2. Результаты измерения образцов Na.

№ образца	$V_{\text{добавки}}, \text{ см}^3$	$C_{\text{добавки}}, \text{ мг/дм}^3$	I, ед
1	-	-	22
2	1	0,4	55
3	2	0,8	85

- Построили график зависимости интенсивности линии от концентрации Na (рисунок 3).

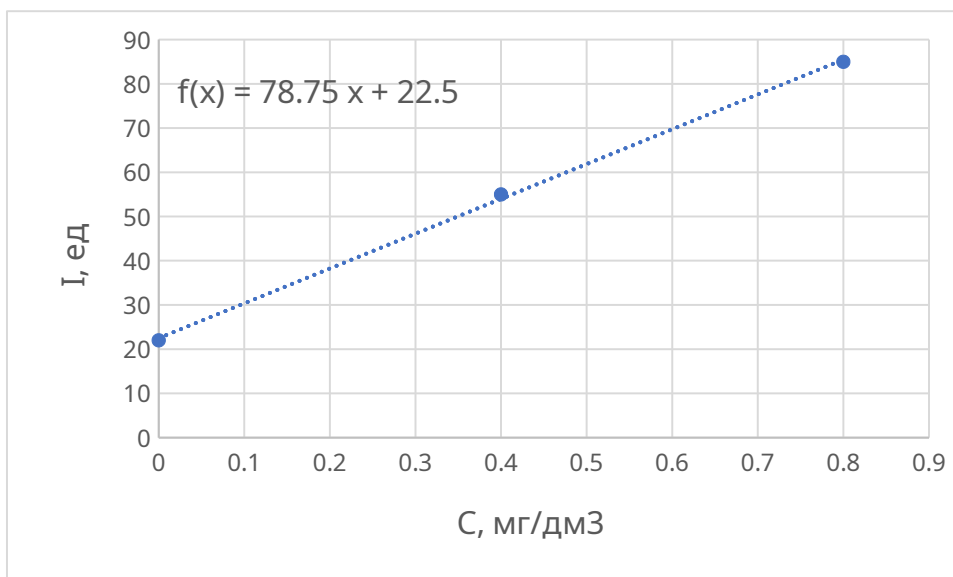


Рисунок 3. Зависимость интенсивности линии Na I 589,0 нм от концентрации.

- По полученному уравнению вычислили концентрацию Na в водопроводной воде. $C_{\text{Na}} = 0,29 \text{ мг/дм}^3$.

Вывод: изучили основы атомно-абсорбционного и пламенно-фотометрического анализа. Приготовили градуировочные графики и провели замер проб методами градуировочного графика и метода добавок. Установили, что в водопроводной воде содержится $0,29 \text{ мг/дм}^3 \text{ Na}$ и $2,42 \text{ мг/дм}^3 \text{ Mg}$.