

# ATOMSKA SPEKTROSKOPIJA

## DODATNI ZADACI - RJEŠENJA

11. Otopina A koja sadrži nepoznatu količinu mangana daje pri 403,3 nm na ljestvici instrumenta relativno očitanje 45. Otopina B koja sadrži istu količinu nepoznate otopine kao i A, te dodanih  $100 \mu\text{g mL}^{-1}$  mangana, daje očitanje 83,5. Izračunajte koncentraciju mangana ( $\mu\text{g mL}^{-1}$ ) u otopini A.

$$I(A) = 45$$

$$I(A + \text{Mn}) = 83,5$$

$$\gamma_s(\text{Mn}) = 100 \mu\text{g/mL}$$

$$I(\text{Mn}) = I(A + \text{Mn}) - I(A) = 38,5$$

$$\frac{I(\text{Mn})}{\gamma_s(\text{Mn})} = \frac{I(A)}{\gamma(A)}$$

$$\gamma(A) = \frac{I(A)}{I(\text{Mn})} \gamma_s(\text{Mn}) = 116,88 \mu\text{g ml}^{-1}$$

12. Otopina uzorka mineralnog pepela (A) dala je na ljestvici instrumenta relativno očitanje 37. Otopine B i C sadržavale su istu količinu nepoznate otopine kao A i 40, odnosno 80 ppm dodanog kalija, a dale su očitanje 65, odnosno 93. Izračunajte koncentraciju kalija (ppm) u nepoznatom uzorku mineralnog pepela.

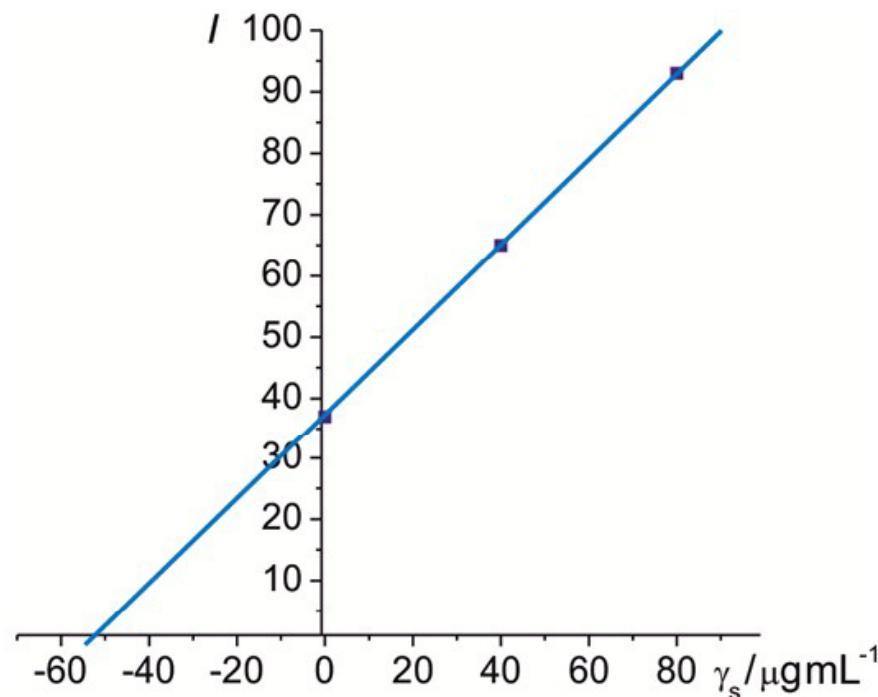
| Otopina | $\gamma_s$ / ppm | I  |
|---------|------------------|----|
| A       | 0                | 37 |
| B       | 40               | 65 |
| C       | 80               | 93 |

$$I = a \gamma_s + b$$

$$I = 0,7\gamma_s + 37$$

$$0 = 0,7\gamma_s + 37$$

$$\gamma(K) = -\gamma_s = 52,86 \text{ ppm}$$



33. U svrhu analiziranja uzorka cementa pripravljen je niz standardnih otopina kojima su očitani emisijski intenziteti natrija i kalija pri 590, odnosno 768 nm. Svaka standardna otopina sadržavala je  $6300 \mu\text{g mL}^{-1}$  kalcija kao CaO, koji je služio za kompenzaciju utjecaja kalcija na očitanje emisijskih intenziteta analiziranih alkalijskih metala. Dobiveni rezultati prikazani su tablično. Otopina nepoznatog uzorka pripravljena je otapanjem 1,0000 g cementa u kiselini i razrjeđivanjem do 100,00 mL. Izračunajte maseni udio  $\text{Na}_2\text{O}$  i  $\text{K}_2\text{O}$  u uzorku cementa.

| $\gamma / \mu\text{g mL}^{-1}$ | <i>I</i>              |                      |
|--------------------------------|-----------------------|----------------------|
|                                | $\text{Na}_2\text{O}$ | $\text{K}_2\text{O}$ |
| 100                            | 100                   | 100                  |
| 75                             | 87                    | 80                   |
| 50                             | 69                    | 58                   |
| 25                             | 46                    | 33                   |
| 10                             | 22                    | 15                   |
| 0                              | 3                     | 0                    |
| cement                         | 28                    | 69                   |

$$m_{\text{uzorak}} = 1,0000 \text{ g}$$

$$V = 100,00 \text{ mL}$$

$$I(\text{Na}_2\text{O}) = 0,946 \gamma(\text{Na}_2\text{O}) + 13,5 \Rightarrow \gamma(\text{Na}_2\text{O, cement}) = 15,32 \mu\text{g mL}^{-1}$$

$$w(\text{Na}_2\text{O, cement}) = \frac{\gamma(\text{Na}_2\text{O, cement}) V}{m_{\text{uzorak}}} \cdot 100\% = 0,15\%$$

$$I(\text{K}_2\text{O}) = 0,987 \gamma(\text{K}_2\text{O}) + 4,91 \Rightarrow \gamma(\text{K}_2\text{O, cement}) = 64,96 \mu\text{g mL}^{-1}$$

$$w(\text{K}_2\text{O, cement}) = \frac{\gamma(\text{K}_2\text{O, cement}) V}{m_{\text{uzorak}}} \cdot 100\% = 0,65\%$$

34. Alikvot od 25,0 mL otopine uzorka dodan je u svaku od 5 odmjernih tikvica volumena 50,0 mL, označenih sa S, 1, 2, 3 i 4. Zatim je u odmjernu tikvicu dodana otopina standarda koncentracije  $2,00 \cdot 10^{-3}$  mol L<sup>-1</sup>: 5,00 mL u tikvicu 1, 10,00 mL u tikvicu 2, 15,00 mL u tikvicu 3 i 20,00 mL u tikvicu 4. Sve su tikvice otapalom nadopunjene do oznake i izmjerena je apsorbancija otopina pri 580 nm u kiveti debljine 1,00 cm. Odredite koncentraciju otopine uzorka i ukratko opišite princip uporabljene eksperimentne metode.

| Tikvica | $V_{uz}$ / mL | $V_s$ / mL | A     | $c_s'$ / mol L <sup>-1</sup> |
|---------|---------------|------------|-------|------------------------------|
| S       | 25,0          | 0          | 0,343 | 0                            |
| 1       | 25,0          | 5,00       | 0,523 | $2 \cdot 10^{-4}$            |
| 2       | 25,0          | 10,00      | 0,695 | $4 \cdot 10^{-4}$            |
| 3       | 25,0          | 15,00      | 0,880 | $6 \cdot 10^{-4}$            |
| 4       | 25,0          | 20,00      | 1,056 | $8 \cdot 10^{-4}$            |

$$V_{uz} = 25,0 \text{ mL}$$

$$V_{uk} = 50,0 \text{ mL}$$

$$c_s' = \frac{c_s V_s}{V_{uk}}$$

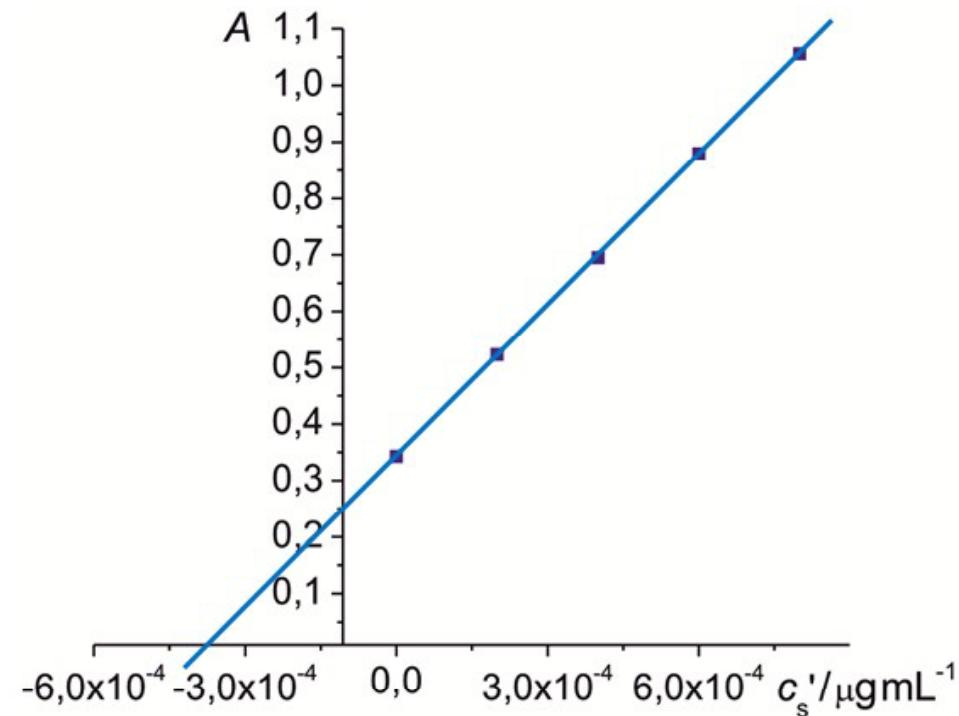
$$c_s = 2,00 \cdot 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$$

$$b = 1,00 \text{ cm}$$

$$A = k c_s' + l$$

$$A = 891,5 c_s' + 0,3428$$

$$0 = 891,5 c_s' + 0,3428$$



$$c_{uz}' = | -c_s'| = 3,84 \cdot 10^{-4} \text{ mol L}^{-1} \quad u \quad 50,0 \text{ mL}$$

$$c_{uz} = \frac{c_{uz}' V_{uk}}{V_{uz}} = 2 c_{uz}' = 7,68 \cdot 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$$

35. Koncentracija kalija u serumu analizira se primjenom metode dodatka standarda i plamenom emisijom. Ekstrahirana su dva alikvota od po 0,5 mL seruma, čime su dobivene dvije identične otopine, te su obje razrijeđene destiliranom vodom do konačnog volumena od 5,0 mL. U jednu od njih dodano je 10 µL otopine KCl koncentracije 0,200 mol L<sup>-1</sup>. Vrijednosti odziva instrumenta iznosile su 32,1 odnosno 58,6 proizvoljnih jedinica. Koja je koncentracija kalija u serumu?

$$V_{\text{serum}} = 0,5 \text{ mL}$$

$$I_{\text{serum}} = 32,1$$

$$V(\text{KCl}) = 10,0 \mu\text{L}$$

$$V_{\text{ukupno}} = 5,0 \text{ mL}$$

$$I_{\text{serum+KCl}} = 58,6$$

$$c(\text{KCl}) = 0,200 \text{ mol L}^{-1}$$

$$I(\text{KCl}) = I_{\text{serum+KCl}} - I_{\text{serum}} = 26,5$$

$$c'(\text{KCl}) = \frac{c(\text{KCl})V(\text{KCl})}{V_{\text{ukupno}}} = 4 \cdot 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$$

$$\frac{I_{\text{serum}}}{I(\text{KCl})} = \frac{c'(\text{K})_{\text{serum}}}{c'(\text{KCl})} \Rightarrow c'(\text{K})_{\text{serum}} = \frac{I_{\text{serum}}}{I(\text{KCl})} c'(\text{KCl}) = 4,8 \cdot 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$$

$$c(\text{K})_{\text{serum}} = \frac{c'(\text{K})_{\text{serum}} V_{\text{ukupno}}}{V_{\text{serum}}} = 4,8 \cdot 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$$

36. Uzorak urina volumena 2,00 mL obrađen je reagensima koji s fosfatima daju obojenu otopinu i prebačen u odmjernu tikvicu od 100,00 mL. Nakon nadopunjavanja vodom do oznake uzeta su dva alikvota od 25,00 mL. Prvi alikvot razrijeđen je na 50,00 mL i izmjerena mu je apsorbancija 0,355. Drugom alikvotu dodan je 1,00 mL otopine koja je sadržavala 0,0500 mg fosfata. Tako dobivena otopina razrijeđena je na 50,00 mL i izmjerena joj je apsorbancija 0,517. Izračunajte koncentraciju fosfata u uzorku urina i izrazite je u  $\text{mg mL}^{-1}$ .

$$V_{\text{uz}} = 2,00 \text{ mL}$$

$$V_x = 25,00 \text{ mL}$$

$$\gamma_s = 0,0500 \text{ mg mL}^{-1}$$

$$V_{\text{uk}} = 100,00 \text{ mL}$$

$$V_t = 50,00 \text{ mL}$$

$$m_s = 0,0500 \text{ mg}$$

| $V_s / \text{mL}$ | $I$   |
|-------------------|-------|
| 0                 | 0,355 |
| 1,00              | 0,517 |

$$A = \frac{k \gamma_s}{V_t} V_s + \frac{k \gamma_x V_x}{V_t}$$

$$A = a V_s + b$$

$$\gamma_x = \frac{b \gamma_s}{a V_x} = 4,38 \cdot 10^{-3} \text{ mg mL}^{-1}$$

$$A = 0,162 V_s + 0,355$$

$$m_{x,100 \text{ mL}} = \gamma_x V_{\text{uk}} = 0,4383 \text{ mg}$$

$$\gamma_{\text{uz}} = \frac{m_{x,100 \text{ mL}}}{V_{\text{uz}}} = 0,2191 \text{ mg mL}^{-1}$$

38. Uzorak nekog metalnog naftenata, spaljen i razrijeđen do određenog volumena, dao je na mjernoj ljestvici očitanje 29. Otopinama B i C, koje su sadržavale istu količinu otopine uz dodatak 25, odnosno 50 ppm barija, očitane su vrijednosti 53, odnosno 78.
- Izračunajte prosječnu koncentraciju barija ( $\mu\text{g mL}^{-1}$ ) u analiziranom uzorku, uz pretpostavku da je sustav sukladan Beer-Lambertovom zakonu.
  - Koja je metoda priprave uzorka za analizu primijenjena u ovom primjeru? Je li za analizu uzorka uporabljena molekulska ili atomska spektroskopija? Obrazložite.

| $\gamma_s / \text{mL}$ | $I$ |
|------------------------|-----|
| 0                      | 29  |
| 25                     | 53  |
| 50                     | 78  |

a) 
$$I = 0,98 \gamma_s + 28,8$$

$$0 = 0,98 \gamma_s + 28,8 \Rightarrow \gamma(\text{Ba}) = |- \gamma_s| = \frac{28,8}{0,98} = 29,42 \mu\text{g mL}^{-1}$$

- b) S obzirom na postupak priprave i analize uzorka, može se zaključiti da se radi o atomskoj spektroskopiji.

39. Metodom AAS određeno je olovo u uzorku paprike patvorene dodatkom olovljevog oksida iste boje. Uporabljen je elektrotermički atomski apsorpcijski spektrometar koji omogućuje korekciju pozadine temeljenu na Zeemanovom efektu. U cijev grafitne peći smješteno je 0,001 g praška paprike. Određivanje površine ispod apsorpcijskog signala izvedeno je pri  $\lambda = 283,3$  nm, najprije u odsutnosti, a potom u prisutnosti magnetnog polja. Vrijednost apsorpcijskog maksimuma poslije korekcije pozadine iznosila je 1220 jedinica. Pod istim uvjetima je za 0,01 mL otopine koja je sadržavala  $10 \text{ g L}^{-1}$  Pb očitana vrijednost od 1000 istih jedinica. Izračunajte maseni udio olova u uzorku analizirane paprike.

$$m_{\text{uz}} = 0,001 \text{ g}$$

$$V(\text{Pb}) = 0,01 \text{ mL}$$

$$I(\text{Pb}) = 1000$$

$$I_{\text{uz}} = 1220$$

$$\gamma(\text{Pb}) = 10 \text{ g L}^{-1}$$

$$m(\text{Pb}) = \gamma(\text{Pb}) V(\text{Pb}) = 1 \cdot 10^{-4} \text{ g}$$

$$\frac{m(\text{Pb})}{I(\text{Pb})} = \frac{m(\text{Pb})_{\text{uz}}}{I_{\text{uz}}} \Rightarrow m(\text{Pb})_{\text{uz}} = m(\text{Pb}) \frac{I_{\text{uz}}}{I(\text{Pb})} = 1,22 \cdot 10^{-4} \text{ g}$$

$$w(\text{Pb}) = \frac{m(\text{Pb})_{\text{uz}}}{m_{\text{uz}}} \cdot 100\% = 12,2\%$$

40. Pet standardnih otopina pripravljeno je za određivanje olova u uzorcima A i B. Svim otopinama dodana je jednaka količina otopine Mg. Dobiveni su sljedeći podaci:

| $\gamma_{\text{Pb}} / \text{mg L}^{-1}$ | $I_{\text{Pb}}$ | $I_{\text{Mg}}$ | $I_{\text{Pb}} / I_{\text{Mg}}$ |
|---|-----------------|-----------------|---------------------------------|
| 0,10                                    | 13,86           | 11,88           | 1,17                            |
| 0,20                                    | 23,49           | 11,76           | 2,00                            |
| 0,30                                    | 33,81           | 12,24           | 2,76                            |
| 0,40                                    | 44,50           | 12,00           | 3,71                            |
| 0,50                                    | 53,63           | 12,12           | 4,42                            |
| A                                       | 15,50           | 11,80           | 1,31                            |
| B                                       | 42,60           | 12,40           | 3,44                            |

- a) Izračunajte koncentraciju olova ( $\text{mg L}^{-1}$ ) u dvije otopine uzorka, A i B.
- b) Koja je metoda kvantitativne analize primijenjena u ovom zadatku?

a)

$$\frac{I(\text{Pb})}{I(\text{Mg})} = 8,22 \gamma(\text{Pb}) + 0,344$$

$$\gamma_A(\text{Pb}) = 0,12 \text{ mg L}^{-1}$$

$$\gamma_B(\text{Pb}) = 0,38 \text{ mg L}^{-1}$$

- b) Primijenjena je metoda unutrašnjeg standarda.