

Online Chemie Projektlabor

Technische Universität Berlin

Theoretische Durchführung für die Spurenanalytik in Wasser

Leitung des Projektlabor: Prof. Dr. Th. Friedrich

Ersteller des Dokumentes: Daniel Christian Brüggemann

Studiengang: Bsc. Chemie

Inhaltsverzeichnis

Theorie:.....	3
Geräte und Chemikalien:.....	4
Durchführung:.....	4
Herstellung der Kalibrationslösungen.....	5

Planung der Durchführung

Theorie:

(Kurzfassung, näheres im Blog dann, dort bin ich gerade noch bei der Funktionsweise der Hohlkathodenlampe am schreiben)

Atome sind in der Lage, Lichtquanten von einer spezifischen Wellenlänge zu absorbieren. Daher ist man mit einem AAS in der Lage, nachdem selben Gesetzeslagen des Lambert-Beerschen Gesetz zu arbeiten, wodurch eine genaue Bestimmung eines Stoffes möglich ist.

Dazu ist eine Hohlkathodenlampe von Nöten, die die Wellenlänge des zu untersuchenden Stoffes am ehesten entspricht. Dadurch lassen sich Metalle und Halbmetalle sehr genau untersuchen. In der Untersuchung wird der zu untersuchende Stoff in einer Kammer verdunstet und in eine Acetylen/Luft flamme geleitet, die ausreichend Energie liefert für die Atomisierung der Stoffe jedoch mit ca. 2300°C auch nicht zu heiß ist. Dies basiert auf die theoretischen Grundlagen von Herrn Bunsen, der festgestellt hat, dass Atome bei einer genügenden Anregung Licht emittieren. Diese Methode wird heute immer noch bei der Flammprobe genutzt. Damit entspricht die Flamme der Küvette eines normalen Fotometer, wo der zu Untersuchende Stoffe in gelöster Form vorliegt.

Geräte und Chemikalien:

Kupfersulfat alternativ Kupfer(II)-nitrat, Flammrohr-AAS, 20x100ml Messkolben

Durchführung:

Es wird ein Kupferrohr (P1) mit Mineralwasser befüllt und 12-24h stehen gelassen. Ebenfalls wird dies für Mischrohrverbindung durchgeführt, die in den Kombinationen Stahlrohr-Kupferrohr (P2), verzinktes Stahlrohr-Kupferrohr (P3) und Mehrschichtverbundrohr- Kupferrohr (P4) durchgeführt werden.

Die Wasserproben werden in 100ml Messkolben überführt.

Da diese Proben vermutlich eine hohe Konzentration an Kupfer enthalten, werden diese bereits F20 Verdünnt. Dazu werden 5 ml der Probe in ein 100ml Messkolben gegeben und auf 100 ml aufgefüllt. Es ist beim Berechnen der Gehaltskonzentration der Probe zu beachten, dass der Gehalt dann mit 20 multipliziert werden muss, um den Gehalt ohne Verdünnung zu erhalten (Ist eher eine Erinnerung für mich)

Die daraus resultierenden Proben werden anschließend im AAS Vermessen und der Gehalt über die folgende Kalibration bestimmt.

Diese Messungen werden dann ebenfalls wiederholt, bei unterschiedlichen pH-Bereichen von 6-8 in den Wasserrohren.

(Meinung dazu wäre nett ob sinnvoll).

Herstellung der Kalibrationslösungen

Zur Vermessung der Proben auf ihren Kupfergehalt, werden 0,1 L Kupferstammlösung ($\beta=1 \text{ g/L}$) hergestellt. Dazu wird eine Kupfersulfat genutzt, dabei wird folgende Einwaage vorgenommen:

$$\beta = \frac{m}{v}$$

$$m = v * \beta$$

$$m = 0,1 \text{ L} * 1 \frac{\text{g}}{\text{L}} = 0,1 \text{ g}$$

M CuSO4 in g/Mol	249,69
M Cu in g/mol	63,55
Anteil:	0,25
Einwaage an Cu in g:	0,10
Einwaage an CuSO4 in g:	0,39
Einwaage an Cu in mg:	392,93

Tabelle 1: Einwaage an Kupfersulfat

Es muss daher 392,93 mg an Kupfersulfat eingewogen werden. Diese Stammlösung wird F10 verdünnt, es werden also 10 ml abgenommen und auf 100 ml aufgefüllt.

Diese neue Stammlösung hat folglich die Konzentration von $0,1 \text{ g/L} = 100 \text{ mg/L}$.

Daraus werden fünf Kalibrierlösungen zwischen 1 mg/L und 10 mg/L hergestellt, dazu wird folgende Gleichung verwendet:

$$\beta_1 * v_1 = \beta_2 * v_2$$

$$v_1 = \frac{\beta_2 * v_2}{\beta_1}$$

$$v_1 = \frac{2 \text{ mg} * 0,1 \text{ L} * \text{L}}{100 \text{ mg} * \text{L}} = 0,002 \text{ L} = 2 \text{ ml}$$

Damit benötigen wir 2 ml der verdünnten Stammlösung auf 100 ml für die erste Kalibrierlösung.

Für die anderen Lösungen ergibt sich damit folgende Volumen:

Index	Volumen F10 Standard in ml:	Konzentration in mg/L
1	2	2
2	4	4
3	6	6
4	8	8
5	10	10

Tabelle 2: Geplante Kalibration

In Falle des nutzen von Kupfer(II)-nitrat ändern sich die Einwaage wie folgt:

M Cu(NO ₃) ₂ in g/Mol	187,55
M Cu in g/mol	63,55
Anteil:	0,34
Einwaage an Cu in g:	0,10
Einwaage an CuSO ₄ in g:	0,30
Einwaage an Cu in mg:	295,14

Tabelle 3: Einwaage bei der Verwendung von Kupfer(II)-nitrat

In den fall werden dann 295,14mg an Kupfer(II)-nitrat benötigt. An der Kalibration jedoch ändern sich nichts und es kann mit den Werten von oben gearbeitet werden.