

Προσδιορισμός Μαγνησίου σε άμμο με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης

Εργαστηριακή Άσκηση 2η

Σκοπός

Να είσθε σε θέση:

- να εξοικειωθείτε με την αίσθηση πραγματικών δειγμάτων
- να διαπιστώσετε ότι της κυρίως ανάλυσης προηγείται προετοιμασία του δείγματος
- να ασκηθείτε στη χρήση του οργάνου της ατομικής απορρόφησης

Βασικές γνώσεις

Η ατομική φασματοσκοπία στηρίζεται στην ικανότητα των ατόμων να απορροφούν συγκεκριμένα μήκη κύματος, δηλαδή ακτινοβολίες εντελώς ορισμένης ενέργειας. Αποτέλεσμα αυτής της απορρόφησης είναι η διέγερση του ατόμου την οποία ακολουθεί εκπομπή των ίδιων ποσών ενέργειας, άρα και ακτινοβολιών των ίδιων μηκών κύματος.

Το φαινόμενο αυτό αποτελεί τη βάση της ατομικής απορρόφησης όπου χρησιμοποιούνται η διέγερση και εκπομπή και η απορρόφηση. Στο πείραμά μας θα χρησιμοποιηθεί λυχνία Mg για να παραγάγει ένα σύνολο ακτινοβολιών από τις οποίες θα χρησιμοποιηθεί για την ανάλυση εκείνη με μήκος κύματος 285,2 nm. Αυτής της ακτινοβολίας θα μετρηθεί η απορρόφηση από το δείγμα που θα μετατραπεί σε ένα ατομικό αεροζόλ από το σύστημα εκνέφωσης και ατομοποίησης. Η διερχόμενη έτσι ακτινοβολία θα περάσει από τον μονοχρωμάτορα και μετά θα μετρηθεί από τον ανιχνευτή.

Η εκνέφωση και η ατομοποίηση θα γίνει με ένα ρεύμα πεπιεσμένου αέρα που θα φέρει τα σταγονίδια του διαλύματος, σαν μια ομίχλη, στη φλόγα αέρα -ασετυλίνης. Εκεί με την υψηλή θερμοκρασία της φλόγας ένα μικρό μέρος των ατόμων Mg θα διεγερθεί ενώ το μεγαλύτερο μέρος θα παραμένει στη θεμελιώδη του κατάσταση. Αυτά τα μη διεγερμένα άτομα θα απορροφήσουν την ακτινοβολία που φτάνει από τη λυχνία. Μέσα από την καμπύλη αναφοράς που θα ετοιμαστεί θα γίνει ο τελικός προσδιορισμός.

Η κυριότερη πηγή σφαλμάτων στην AAS είναι οι παρεμβολές από το λεγόμενο μητρικό υγρό, το οποίο περιέχει και άλλα συστατικά πλην εκείνου που θα προσδιοριστεί. Συστατικά τα οποία είτε υπάρχουν στο φυσικό δείγμα είτε δημιουργούνται κατά την όλη προετοιμασία, π.χ. διαλυτοποίηση, του

δείγματος. Αυτά προκαλούν μεταβολή στην απορρόφηση του δείγματος ως προς την απορρόφηση ενός καθαρού προτύπου έστω και τις ίδιες συγκεντρώσεις. Αυτό διορθώνεται, σε κάποιο ποσοστό, ετοιμάζοντας τα πρότυπα διαλύματα με το ίδιο μητρικό υγρό με το οποίο ετοιμάζεται το δείγμα. Έτσι και εδώ επειδή για την ετοιμασία του δείγματος χρησιμοποιείται διάλυμα NH_4Cl το ίδιο διάλυμα θα χρησιμοποιηθεί και για τα πρότυπα, γνωστής συγκέντρωσης, διαλύματα του Mg.

Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα

1. 5 ογκομετρικές και 5 κωνικές φιάλες των 50 mL
2. 2 ογκομετρικές φιάλες των 250 mL
3. 3 ποτήρια ζέσεως των 250 mL
4. 2 μαγνητικοί αναδευτήρες με θερμαινόμενη πλάκα
5. χωνί γυάλινο
6. χαρτί διήθησης
7. διάλυμα NH_4Cl : 25,9 g NH_4Cl ανά L διαλύματος
8. πρότυπο διάλυμα Mg^{2+} 10 mg /L (10 ppm)
9. δείγμα άμμου (θαλασσινή ή οικοδομών)

Πορεία ανάλυσης

Προετοιμασία του δείγματος και των προτύπων

Επειδή το δείγμα στην AAS πρέπει να είναι σε μορφή διαλύματος η ένωση του Μαγνησίου πρέπει να εξαχθεί (εκχυλιστεί) από το δείγμα της άμμου. Παρασκευάστε δύο παράλληλα δείγματα για μεγαλύτερη ακρίβεια και σύγκριση της αναπαραγωγής της μεθόδου. Έτσι:

(1) ζυγίστε από 0,5 g (με ακρίβεια του ζυγού που χρησιμοποιείται) δείγματος άμμου και βάλτε τα σε κωνικές των 50 mL

(2) προσθέστε σε κάθε κωνική 25 mL από το διάλυμα του NH_4Cl που έχετε ετοιμάσει, το μαγνητικό αναδευτήρα και καλύψτε τις φιάλες με πώμα

(3) βάλτε τις κωνικές στην πλάκα του μαγνητικού αναδευτήρα. Αναδεύστε για 30 min ώστε να εκχυλιστεί όλη, κατά το δυνατόν, η ποσότητα της ένωσης του Μαγνησίου

(4) μετά την ανάδευση διηθήστε σε ηθμό και γυάλινο χωνί, υποδεχόμενοι το διήθημα στην ογκομετρική των 50 mL. Ξεπλύνετε το ίζημα με το διάλυμα του NH_4Cl προσέχοντας μην ξεπεράσετε τη χωρητικότητα της ογκομετρικής. Αραιώστε με το ίδιο διάλυμα μέχρι τη χωρητικότητα. Το διάλυμα είναι έτοιμο για μέτρηση

(5) ετοιμάστε τρία πρότυπα διαλύματα Mg^{2+} προσθέτοντας 2,5, 5 και 10 mL από το διάλυμα των 10 ppm σε τρεις ογκομετρικές των 50 mL. Συμπληρώστε μέχρι την χαραγή με το διάλυμα του NH_4Cl : Έχετε τρία διαλύματα 0,5, 1 και 2 ppm.

Οι ρυθμίσεις του οργάνου μέτρησης και η μέτρηση.

Κατά τη διάρκεια του χρόνου ανάδευσης του δείγματος είναι δυνατόν να ξεκινήσουν οι ρυθμίσεις του φασματόμετρου ατομικής απορρόφησης. Είναι βέβαιο ότι κάθε μοντέλο έχει κάποιες ιδιαιτερότητες, ιδίως αν συνδέεται με υπολογιστή ή όχι. Όπως και αν είναι οι διάφορες παράμετροι πρέπει να αριστοποιηθούν για να επιτυγχάνεται η μέγιστη ευαισθησία. Έτσι πρέπει να γίνουν ρυθμίσεις πάνω στο μήκος κύματος, στο οποίο θα γίνει η μέτρηση, στην ευθυγράμμιση της λυχνίας, στο ύψος καυστήρα και φλόγας και στις πιέσεις και ροές των αερίων.

Στη συνέχεια αφού ανάψει το όργανο γίνονται οι παρακάτω ρυθμίσεις:

- (1) Η ένταση του ρεύματος της λυχνίας του Mg. Στο prospectus του οργάνου και της λυχνίας δίνεται η τιμή της έντασης (περί τα 15 mA).
- (2) Το εύρος και το ύψος της σχισμής (slit) του μονοχρωμάτορα. Βάλτε εύρος 0,7 nm και ύψος στο "high".
- (3) Τοποθετήστε το μήκος κύματος στο οποίο θα γίνει η μέτρηση. Εδώ είναι 285,2 nm. Προσέξτε την ώρα που γυρνάτε τον επιλογέα των μηκών κύματος τις ενδείξεις του οργάνου μέτρησης της ακτινοβολίας που φτάνει στον ανιχνευτή. Μια και η δέσμη περνά μόνο από τον αέρα η απορρόφηση είναι η ελάχιστη ή η διαπερατότητα είναι η μέγιστη στο μήκος κύματος αυτό. Αν η μέγιστη τιμή αυτή είναι «μικρή» με τον διακόπτη Gain μεγαλώστε τη μέχρι πάνω από τα 2/3 της κλίμακας.
- (4) Με τους δύο κοχλίες ευθυγραμμίστε τη λυχνία έτσι ώστε να έχετε την μεγαλύτερη ένδειξη στην κλίμακα.
- (5) Βρείτε την καλύτερη θέση για τον καυστήρα. Πρώτα με τον κοχλία της οριζόντιας θέσης. Με το «λευκό χαρτί» βεβαιωθείτε ότι η δέσμη περνά σε ευθεία γραμμή πάνω από τον καυστήρα. Μετά με τον κοχλία του ύψους ανεβάστε τον καυστήρα μέχρι του σημείου η δέσμη να σταματά σε αυτόν (το όργανο δείχνει μέγιστη απορρόφηση). Κατεβάστε σιγά -σιγά τώρα τον καυστήρα μέχρις ότου η δέσμη να περνά ακριβώς από την επιφάνειά του. Σταματήστε τώρα και ρυθμίστε τελικά γυρνώντας τον κοχλία στα 3/4 μιας πλήρους στροφής. Αυτό θα φέρει τη δέσμη στο κέντρο της φλόγας.
- (6) Ανοίξτε τους διακόπτες, υπό την επίβλεψη του επιβλέποντος το πείραμα, των ροών του αέρα και της ασετυλίνης. Μη δουλεύετε αν τα μανόμετρα

των φιαλών των αερίων δείχνουν για τον αέρα λιγότερο των 35 atm και για την ασετυλίνη 8 atm.

- (7) Με την επιτήρηση του επιβλέποντα ανάψτε τη φλόγα στον καυστήρα. Με τα ροόμετρα στο αριστερό του οργάνου ρυθμίστε τις ροές των αερίων σύμφωνα με τις οδηγίες του οργάνου. Συνήθως η πίεση του αέρα πρέπει να είναι γύρω στις 4 atm ενώ της ασετυλίνης λίγο κάτω από μία atm. Στο ροόμετρο του οργάνου φαίνονται ενδείξεις σαν 4 για τον αέρα και 2-2,5 για το ακετυλένιο. Η φλόγα τώρα είναι σταθερή με ένα κυανίζον χρώμα.
- (8) Με ένα ποτήρι με απιονισμένο νερό περάστε το νερό στον εκνεφωτή. Φροντίστε να περνά το απιονισμένο νερό συνέχεια στο διάστημα που δεν μετράται για να ψύχει και να καθαρίζει τον καυστήρα. Το όργανο είναι έτοιμο πια να μετρήσει. Γενικά ένας χρόνος μεταξύ 15 και 20 min είναι απαραίτητος για την προθέρμανση και καλή λειτουργία του οργάνου.
- (9) Ρυθμίστε τη λειτουργία του εκνεφωτή. Γυρίστε τον κοχλία του σε φορά αντίθετη με τη φορά των δεικτών του ρολογιού μέχρις ότου αρχίσουν να βγαίνουν φυσαλίδες από την άκρη του μικρού σωλήνα που είναι εμβαπτισμένος στο ποτήρι με το απιονισμένο νερό. Μετά φέροντε το πυκνότερο πρότυπο, αναρροφάτε και γυρνώντας τον κοχλία ανάποδα βρείτε τη θέση της μέγιστης απορρόφησης. Τότε «κλειδώστε» τον εκνεφωτή. Απορροφήστε απιονισμένο νερό.
- (10) Ξεκινήστε μετρώντας τα τρία πρότυπα διαλύματα και μετά τα δείγματα, μέσα στις κωνικές τους. Αρχίστε με το τυφλό διάλυμα (του NH_4Cl) και συνεχίστε από το αραιότερο του 0,5 ppm προς εκείνο των 2 ppm. Μεταξύ κάθε μέτρησης να απορροφάται απιονισμένο νερό για 2 τουλάχιστον λεπτά. Σε κάθε μέτρηση πάρτε τη μέση ένδειξη επί 3 sec. Μεταξύ των μετρήσεων μηδενίζεται το όργανο με το απιονισμένο νερό. Σημειώστε στο ημερολόγιό σας τις ενδείξεις του τυφλού, των τριών προτύπων και μετά των δύο δειγμάτων.
- (11) Οι μετρήσεις έχουν τελειώσει. Το όργανο πρέπει να παραμείνει σε λειτουργία, αναρροφώντας απιονισμένο νερό για 15 min ακόμα, προκειμένου να καθαρίζεται ο εκνεφωτής και ο καυστήρας. Κλείστε τώρα το όργανο με την επιτήρηση του επιβλέποντος. Βγάλτε τον σωλήνα από το ποτήρι με το νερό και αφήστε ακόμα 30 sec να λειτουργεί αναρροφώντας αέρα. Κλείστε τη βαλβίδα της ασετυλίνης στη φιάλη της. Το όργανο σταματά αυτόματα όταν χάσει την πίεση της ασετυλίνης. Κλείστε τον γενικό διακόπτη του οργάνου και τελευταία τον αέρα είτε από την φιάλη του είτε από το συμπιεστή του.

Υπολογισμοί

Κατασκευάστε την καμπύλη αναφοράς με άξονα των x τις συγκεντρώσεις 0,5, 1 και 2 ppm και άξονα των y τις αντίστοιχες ενδείξεις του οργάνου. Από τις απορροφήσεις των δειγμάτων υπολογίστε τις συγκεντρώσεις τους. Κάντε τη σύγκριση.

Μια πιθανή σειρά μετρήσεων θα έχει την παρακάτω μορφή:

[Mg] σε mg/L	Απορρόφηση	Δείγμα
0.00	0.023	Το τυφλό
0,50	0.075	0,5 ppm
1,0	0.149	1,0 ppm
2,0	0.273	2,0 ppm
;	0,089	δείγμα 1
;	0,092	δείγμα 2

Από την καμπύλη αναφοράς βρίσκετε την περιεκτικότητα σε mg/L (ppm) του διαλύματος του δείγματος σε Mg.

Αν π.χ. βρείτε 0,7 ppm τότε έχετε 0,7 mg/L ή $0,7 \cdot 50 / 1000 = 35 \mu\text{g Mg}$ στα 50 mL άρα και στο δείγμα. Αν έχετε ζυγίσει 0,5081 g άμμου τότε η περιεκτικότητα της άμμου σε Mg είναι 0,0069 % (w/w)

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Η ενέργεια μεταφέρεται είτε στο κενό είτε στον αέρα είτε μέσα από διαφανή υλικά ως **ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία**. Είναι μια σύνθετη ακτινοβολία η οποία μπορεί να αναλυθεί σε επιμέρους ακτινοβολίες κάθε μια από τις οποίες χαρακτηρίζεται από ένα **μήκος κύματος λ** ή τη **συχνότητά της ν** . Η ταχύτητά της είναι σταθερή για όλες τις ακτινοβολίες, εξαρτώμενη από το μέσο και για το κενό είναι $c_0 = 300\,000\text{ km/s}$. Είναι δε πάντα $c = \lambda \cdot \nu$. Η δε ενέργεια που μεταφέρει κάθε ακτινοβολία είναι ανάλογη με τη συχνότητά της.

Αν η ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία αναλυθεί και ταξινομηθούν οι επιμέρους ακτινοβολίες με βάση π.χ. το μήκος κύματός τους προκύπτει το λεγόμενο **φάσμα** της ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας. Το **ορατό φως** αποτελεί μικρό τμήμα του φάσματος αυτού και περιλαμβάνει μήκη κύματος από 400 έως 700 nm. Το ηλιακό φως και γενικότερα το λευκό φως είναι και αυτό σύνθετο και αναλύεται σε επιμέρους ακτινοβολίες με συγκεκριμένα χρώματα. Είναι το **ορατό φάσμα**.

Ορατό φως μπορεί να παράγεται από μια φλόγα, μια λυχνία και γενικότερα από τη **διέγερση** υλικών σωμάτων. Το φάσμα της ακτινοβολίας που εκπέμπει ένα υλικό σώμα κατάλληλα διεγερμένο λέγεται **φάσμα εκπομπής** του σώματος αυτού και μπορεί να χρησιμοποιηθεί για αναλυτικούς σκοπούς.

Όταν λευκό φως προσπέσει σε ένα υλικό σώμα μέρος του είναι δυνατόν ν' απορροφηθεί. Τότε το υλικό αυτό φαίνεται να έχει κάποιο χρώμα το **συμπληρωματικό** αυτού που απορροφάται. Το φάσμα της ακτινοβολίας που διέρχεται μέσα από το υλικό σώμα και από το οποίο «λείπουν» τα μήκη κύματος που απορροφούνται είναι το **φάσμα απορρόφησης** του υλικού σώματος.

Η **φασματοσκοπία** μελετά τα φάσματα των διαφόρων υλικών και στο κεφάλαιο αναφέρεται η **φασματοσκοπία μοριακής και ατομικής απορρόφησης**, ανάλογα με την κατάσταση του σώματος που εξετάζεται. Όταν το φως που προσπίπτει στο υλικό είναι το ορατό και μετράμε την απορρόφησης του, τότε μιλάμε για **φασματοφωτομετρία**. Με αυτήν προσδιορίζονται **μόρια ή ιόντα** που είναι διαλυμένα σε ένα διαλύτη (μοριακή φασματομετρία απορρόφησης). Η ποιοτική ανάλυση γίνεται από τα μήκη κύματος όπου σημειώνεται η μέγιστη απορρόφηση και η ποσοτική από το ποσοστό της ακτινοβολίας που απορροφάται.

Στην **ατομική απορρόφηση** το δείγμα που απορροφά την ακτινοβολία

έχει κατάλληλα διασπαστεί σε ελεύθερα **άτομα** μέσα σε μια φλόγα που δημιουργεί ανάλογη θερμοκρασία (εκνέφωση και ατομοποίηση). Επίσης η ακτινοβολία της οποίας η απορρόφηση μετρείται δεν είναι συνεχής αλλά γραμμική, παραγόμενη από μια **λυχνία κοίλης καθόδου** της οποίας το υλικό κατασκευής είναι το στοιχείο που θα προσδιορίζεται. Κάθε στοιχείο προσδιορίζεται με τη βοήθεια της αντίστοιχης λυχνίας. Η μέθοδος αυτή εφαρμόζεται κύρια για ποσοτικούς προσδιορισμούς για περίπου 70 στοιχεία από εκείνα του περιοδικού πίνακα.

Γενικότερα οι **οπτικές μέθοδοι ανάλυσης** χρησιμοποιούν όλα τα φαινόμενα που ακολουθούν την επίδραση της ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας πάνω στην ύλη. Η φασματοσκοπία αποτελεί ένα σημαντικό τμήμα αυτών.

ΓΛΩΣΣΑΡΙ

Φασματοσκόπιο: όργανο με το οποίο παράγεται και παρατηρείται με το μάτι το φάσμα μιας σύνθετης ακτινοβολίας.

Φασματογράφος: όργανο το οποίο παράγει και καταγράφει π.χ. σε φωτογραφικό φιλμ ή άλλο καταγραφικό το φάσμα μιας ακτινοβολίας.

Φασματόμετρο: παράγει, καταγράφει και μετρά π.χ. την ένταση των φασματικών γραμμών του φάσματος μια ακτινοβολίας.

Φασματοφωτόμετρο: Φασματόμετρο που λειτουργεί στην περιοχή του ορατού φωτός. Λέγεται και χρωματόμετρο. Καταγράφει τα φάσματα απορρόφησης μιας ουσίας μετρώντας τη διερχόμενη ένταση σαν συνάρτηση του μήκους κύματος. Χρησιμοποιείται στη μελέτη των φασμάτων για ποιοτική και ποσοτική ανάλυση.

Φωτόνιο: Το ελάχιστο «κομμάτι» κάθε ακτινοβολίας με ορισμένη συχνότητα. Θα έλεγε κανείς ότι είναι το «άτομο» της ενέργειας.

Φάσμα εκπομπής: Η ανάλυση της ακτινοβολίας που εκπέμπεται από ένα υλικό σώμα το οποίο έχει διεγερθεί κατάλληλα.

Φάσμα απορρόφησης: Η ανάλυση ακτινοβολίας η οποία έχει περάσει μέσα από ένα υλικό σώμα και μέρος της απορροφήθηκε από αυτό.

Μονοχρωματική ακτινοβολία: Ακτινοβολία που έχει ένα ορισμένο μήκος κύματος. Στη φασματοσκοπία ο όρος σημαίνει μια στενή, κατά το δυνατόν, περιοχή μηκών κύματος.

Ορατό φως: Μικρό τμήμα της ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας με μήκη κύματος από 400 έως 700 nm.

Πρίσμα: Γυάλινο στερεό κανονικού σχήματος το οποίο χρησιμοποιείται για την ανάλυση του φωτός. Τα φράγματα έχουν καλύτερη διαχωριστική ικανότητα.

Φωτοκύτταρο: Διάταξη π.χ. λυχνία που μετατρέπει την ακτινοβολία ενέργειας π.χ. φως, σε ηλεκτρικό ρεύμα. Είναι βασικό όργανο των φασματοφωτομέτρων και παίζει το ρόλο ανιχνευτή.

Μήκος κύματος ακτινοβολίας λ : Βασικό χαρακτηριστικό κάθε ακτινοβολίας. Αναφέρεται στον κυματικό χαρακτήρα της και δηλώνει την απόσταση μεταξύ δύο διαδοχικών κορυφών του «κύματος». Μονάδα το m και τα υποπολλαπλάσιά του όπως το μm και το nm .

Συχνότητα ακτινοβολίας ν : Άλλο χαρακτηριστικό κάθε ακτινοβολίας. Δηλώνει τον αριθμό των «κύκλων» που περνούν από ένα σταθερό σημείο στην μονάδα του χρόνου. Έχει μονάδα τους κύκλους ανά s ή s^{-1} ή *Herz* (σύμβολο Hz). Συνδέεται με το μήκος κύματος με την σχέση $c = \lambda \nu$.

Οπτικές μέθοδοι: Αναλυτικές μέθοδοι που χρησιμοποιούν τα φαινόμενα που συνοδεύουν την αλληλεπίδραση της ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας με την ύλη.

Απορρόφηση ακτινοβολίας: Η ύλη απορροφά φωτόνια ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας αυξάνοντας έτσι την εσωτερική της ενέργεια. Μπορεί π.χ. η απορρόφηση να προκαλεί μετάβαση ηλεκτρονίων των ατόμων σε στιβάδες μεγαλύτερης ενέργειας (διέγερση).

Καμπύλη αναφοράς: Η καμπύλη αναφοράς είναι μια γραφική παράσταση του αναλυτικού σήματος (η ένδειξη του ανιχνευτή του οργάνου) σαν συνάρτηση της συγκέντρωσης της ουσίας που προσδιορίζεται. Τέτοιες καμπύλες λαμβάνονται με τη μέτρηση των σημάτων από μια σειρά προτύπων διαλυμάτων γνωστών συγκεντρώσεων. Αυτές μετά χρησιμοποιούνται για τον προσδιορισμό της συγκέντρωσης ενός αγνώστου ή για τον έλεγχο της καλής λειτουργίας (γραμμικότητας) του οργάνου.

Λυχνία κοίλη: Διάταξη για παραγωγή μονοχρωματικής ακτινοβολίας χαρακτηριστικής ενός στοιχείου.

Άτομική απορρόφηση: Μέθοδος που στηρίζεται σε απορρόφηση ακτινοβολίας από μη διεγερμένα άτομα,

Φωτοπολλαπλασιαστής. Όργανο μετατροπής φωτεινής ενέργειας σε ηλεκτρική.

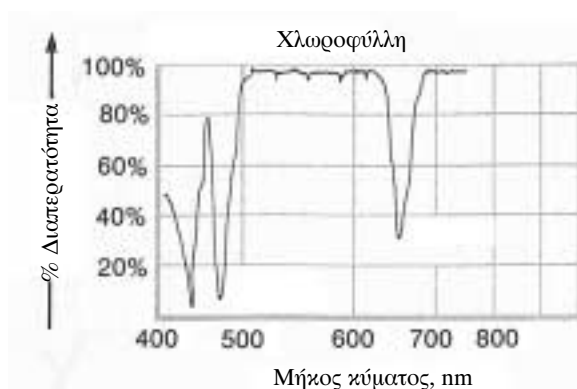
Διαπερατότητα T: Το αντίστροφο της απορρόφησης.

Ερωτήσεις

1. Σε ποια από τις δύο περιπτώσεις του σχήματος υπάρχει απορρόφηση ακτινοβολίας;



2. Ένας ραδιοφωνικός σταθμός εκπέμπει σε συχνότητα 96 MHz (μεγάγκλοι ανά s). Μετατρέψτε τη συχνότητα αυτή σε μήκος κύματος του σταθμού. Σε ποια «κύματα» θα ψάξετε για τον σταθμό αυτό; [3,125 m. Στα υπερβραχέα ή FM κύματα.]
3. Στο σχήμα δίνεται το φάσμα απορρόφησης της χλωροφύλλης. Μπορείτε με βάση αυτό να δικαιολογήσετε το χρώμα της;



4. Φασματοσκοπικές μέθοδοι χρησιμοποιούνται για τον προσδιορισμό του Λιθίου, Li, στο αίμα. Έτσι προσδιορίζονται ποσότητες μέχρι $5,0 \cdot 10^{-8}$ mol/mL. Μετατρέψτε την περιεκτικότητα αυτή σε ppm [0,345 ppm].

5. Η φασματοφωτομετρική μελέτη διαλυμάτων για φωσφορικά ιόντα, PO_4^{3-} , έδωσε τις εξής απορροφήσεις για τις αντίστοιχες συγκεντρώσεις:

συγκέντρωση σε ppm	απορρόφηση σε αυθαίρετες μονάδες από 1 έως 10
0,1	0,88
0,5	2,21
1	3,77
2	6,58
3	9,50

Κάντε μια καμπύλη αναφοράς με τα δεδομένα αυτά. (Αν χρησιμοποιείτε υπολογιστή, το Excel θα σας βοηθήσει πολύ...). Αν το άγνωστο έχει απορρόφηση 8,9 ποια η συγκέντρωσή του στα ιόντα αυτά; [2,8 ppm]. Κάντε και ένα υπολογισμό με ένα μόνο, το πλησιέστερο, πρότυπο. [2,8 ppm]

6. Ποιες είναι οι διαφορές φασματοφωτομετρίας και ατομικής απορρόφησης; Εντοπίστε στην απάντησή σας στη μορφή του δείγματος και στην πηγή της ακτινοβολίας.

7. Με την ατομική απορρόφηση προσδιορίζονται κατ' αρχήν μεταλλοκατιόντα σε διαλύματα. Μπορείτε να περιγράψετε τρόπο προσδιορισμού αμετάλλων π.χ. Cl^- σε νερό;

8. Τι ονομάζουμε «τυφλό» διάλυμα σε μια ανάλυση; Στην ατομική απορρόφηση το όργανο μηδενίζεται ως προς το τυφλό ή ως προς απιονισμένο νερό; Γιατί;

9. Ένα πυκνό πρότυπο διάλυμα Ασβεστίου παράγεται με διάλυση 0,1834 g $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ σε 100 mL απιονισμένο νερό και αραιώση του διαλύματος σε 1000 mL. Από το διάλυμα λαμβάνονται 2,5, 5,0 και 10 mL τα οποία αραιώνονται σε τρεις ογκομετρικές των 50 mL με ενδείξεις 1- 2 και 3. Από το άγνωστο διάλυμα λαμβάνονται 2,0 mL και αραιώνονται επίσης στα 50 mL. Οι αραιώσεις γίνονται με διάλυμα ενός άλατος (SrCl_2) για περιορισμό των χημικών παρεμβολών. Τυφλό, πρότυπα και δείγμα εξετάζονται με AAS και φλόγα ακετυλενίου - αέρα. Πάρθηκαν τα παρακάτω αποτελέσματα:

Όνομα	Απορρόφηση
Τυφλό	1,5
No 1	10,6
No 2	20,1
No 3	38,5
Δείγμα	29,6

Υπολογίστε σε ppm την περιεκτικότητα του δείγματος σε Ασβέστιο [7,5ppm]

Ελεύθερο Ανάγνωσμα

Ο έλεγχος της χημικής διέγερσης των αθλητών (anti-doping control)

Το 1992 η Διεθνής Ολυμπιακή Επιτροπή (ΔΟΕ, IOC) έφτιαξε μια λίστα με περίπου 500 θανατηφόρες ή δηλητηριώδεις ουσίες. Αυτές μπορούν να καταταγούν σε τέσσερις κατηγορίες ενώσεων: *διεγερτικά, παυσίπονα - ναρκωτικά, αναβολικά στεροειδή και βήτα- αναστολείς*. Πολλές από τις δραστηκές αυτές ενώσεις μπορούν να ανιχνευθούν στα ούρα του ανθρώπινου οργανισμού, μέσα από τα προϊόντα μεταβολισμού τους.

Η ΔΟΕ πιστοποίησε περίπου 20 εργαστήρια στον κόσμο, ανάμεσα στα οποία και το εργαστήριο anti-doping που βρίσκεται στο ΟΑΚΑ (Μαρούσι), και τους χορήγησε την άδεια για να κάνουν αναλύσεις και σχετικούς ελέγχους. Ο αριθμός των αναλύσεων κατ' έτος είναι μεγάλος (7000 μόνο στην Γαλλία).

Οι αναλύσεις γίνονται στα ούρα των αθλητών. Κάθε δείγμα υπόκειται σε ένα πολύπλοκο αναλυτικό πρωτόκολλο το οποίο περιλαμβάνει τρία επίπεδα:

Φάση ταχείας ανίχνευσης.

Στο στάδιο αυτό χρησιμοποιούνται μέθοδοι που ξεκινούν από απλά χρωματικά tests φτάνοντας σε χρωματογραφία συνδεδεμένη με φασματομετρία μάζας. Με την τελευταία ανιχνεύονται θραύσματα των μορίων των ενώσεων ή των προϊόντων μεταβολισμού τους.

Φάση ταυτοποίησης και επιβεβαίωσης.

Κάθε δείγμα που βρέθηκε θετικό αναλύεται για τις πιθανές ενώσεις που υποπτεύεται η πρώτη φάση. Οι αναλύσεις γίνονται με αέρια χρωματογραφία ή με υγρή χρωματογραφία υψηλής πίεσης συνδεδεμένη με φασματομετρία μάζας. Στη φάση αυτή επιβεβαιώνεται η παρουσία ενώσεων και γίνεται και ένας ημιποσοτικός προσδιορισμός.

Φάση ποσοτικού προσδιορισμού.

Στην φάση αυτή με βάση τα αποτελέσματα της δεύτερης γίνεται ακριβής ποσοτικός προσδιορισμός, αν βέβαια αυτό κριθεί απαραίτητο. Οι αναλύσεις εδώ γίνονται με συμβατική χρωματογραφία ή φασματοσκοπικές τεχνικές όπως η **φασματοφωτομετρία ορατού ή υπεριώδους**.

Η όλη διαδικασία γίνεται ακόμα πιο χρονοβόρα και πολύπλοκη αν αναλογιστεί κανείς ότι τα εργαστήρια για να διαφυλάξουν το κύρος και την αξιοπιστία τους κάνουν διπλές αναλύσεις στο ίδιο δείγμα. Επίσης λαμβάνουν όλα εκείνα τα μέτρα που είναι απαραίτητα σε κάθε στάδιο της ανάλυσης από τη δειγματοληψία μέχρι την τελική ανάλυση.