Atomová absorpční spektrometrie

E. Bartáková *, V. Kubáň **, J. Pařízek ***, B. Slunečková ****
* SGAGY Kladno, Plzeňská 3103; ** G Brno, tř. Kpt. Jaroše 14, *** G Čelákovice, J. A. Komenského 414; **** G Benešov, Husova 470
* evebartak@centrum.cz, ** malmed@email.cz, *** jirka86@email.cz, **** sluneckova_bara@yahoo.com

Abstrakt:

Atomová absorpční spektrometrie (AAS) je metoda, která nachází široké uplatnění v kvantitativní chemické analýze. S její pomocí lze stanovovat koncentrace celé řady prvků, které absorbují záření o charakteristické vlnové délce. Stanovovali jsme koncentrace olova v roztocích ozářených různými dávkami urychlených elektronů.

1 Úvod

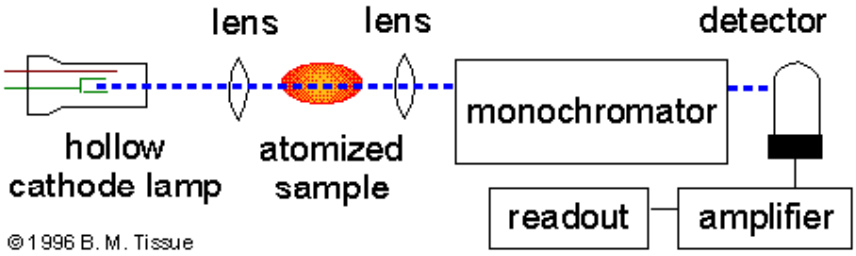
Jedním z problémů řešených v současné době na FJFI je radiační odstraňování těžkých kovů z povrchových a podzemních vod. Princip tohoto způsobu odstraňování toxických kontaminantů spočívá v radiační redukci kovových iontů na metalickou formu. Nejdůležitějšími přechodnými produkty radiolýzy vody jsou OH radikály a solvatované elektrony. A právě reakcí kovového iontu se solvatovaným elektronem dochází k jeho redukci. Pro úspěšný průběh této reakce je ovšem nutné vychytat z roztoku vytvořené OH radikály, které mohou redukovaný kov zpětně oxidovat. Proto se do ozařovaných vod přidávají tzv. vychytávače OH radikálů (mravenčnany, jednoduché alkoholy). V našem konkrétním případě se jednalo o radiační redukci olova. Tento procese je možné dále urychlit přídavkem tuhé fáze, na jejímž povrchu dochází k absorpčně – desorpčním procesům.

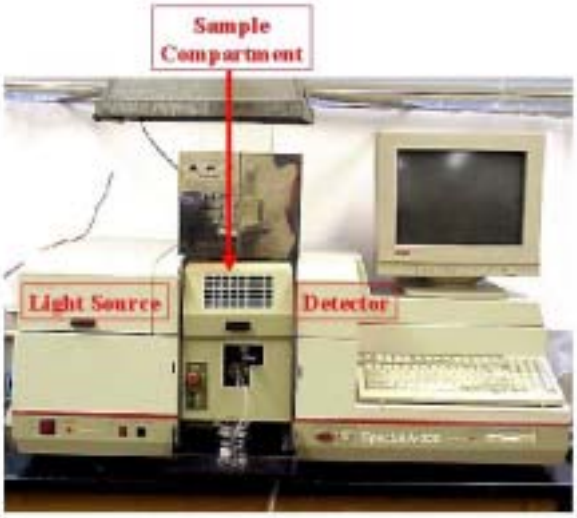
2 Materiály a metody

Ke stanovení koncentrace olova v ozářených roztocích jsme použili metodu atomové absorpční spektrometrie. AAS náleží k nejmladším analytickým metodám, její počátky sahají již do 19.století. Absorpční čáry ve slunečním spektru pozoroval poprvé Wollston již roku 1802. Podrobněji je studoval Fraunhofer roku 1814, teoreticky objasnil Kirchhoff formulací základního vztahu mezi emisí a absorpcí. Ale až v roce 1953 byl sestaven první atomový absorpční spektrometr (Dr. A.Walsh). Od té doby se metoda rychle šířila do všech oblastí a aplikací analytické chemie.

Základním principem AAS je měření pohlcení záření prvkem, který stanovujeme. Vyhodnocením této absorpce získáme informaci o množství daného prvku ve vzorku. Součástí přístroje je dutá katoda naplněná argonem. Pro každý prvek existuje specifická katoda, která právě tento prvek obsahuje. Z katody, na kterou je vloženo napětí 600 V jsou

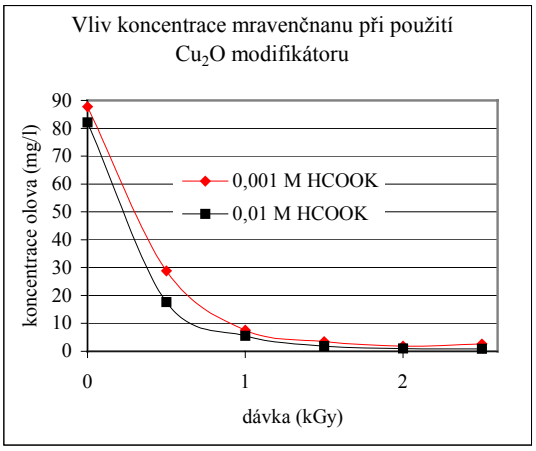
emitovány elektrony, které excitují argon tvořící plynovou náplň. Excitované molekuly argonu naráží na katodu a dochází k excitaci daného prvku, který vyšle úzký svazek záření o charakteristické vlnové délce. V našem případě se jednalo o excitaci olověné katody, která vysílá záření o $\lambda = 217$ nm. Toto světlo prochází vzorkem. Vzorek se nasaje do přístroje, kde dojde k jeho rozprášení o nebulizátor a vznikne aerosol. Část aerosolu se dostane do plamene acetylenového hořáku, kde dochází k rozkladu molekul stanovované látky na atomy. Tyto atomy záření absorbují. Světlo, které projde do další části přístroje je vyhodnocováno pomocí detekčního zařízení. Výsledkem je určení množství prvku v daném vzorku.

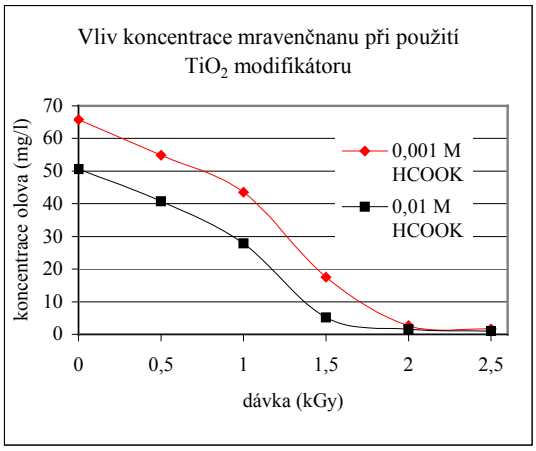


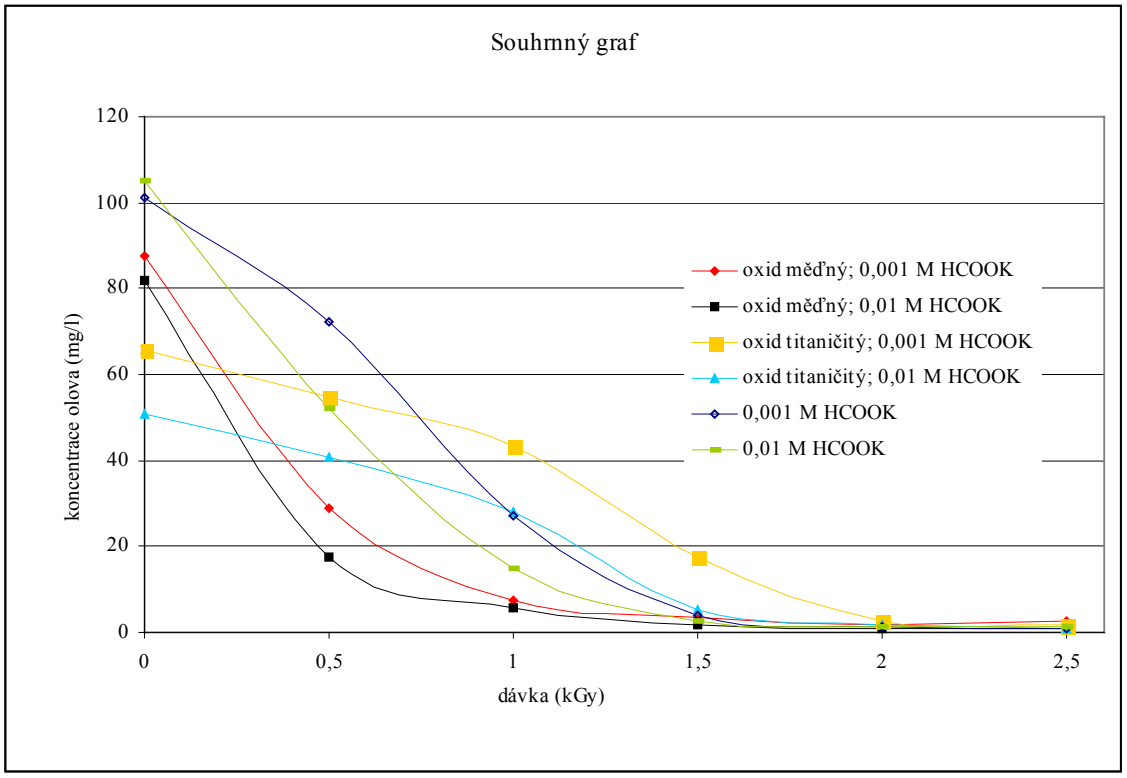


Při naší práci jsme používali Spektr AA-200.

Stanovovaný systém sestával z vodného roztoku dusičnanu olovnatého o počáteční koncentraci 100 mg/l. Byla porovnána radiační redukce olova za přítomnosti oxidu měďného a oxidu titaničitého s roztoky, kde tuhá fáze nebyla přítomna. Protože ve vodě je za standardních podmínek přítomen kyslík, který může radiačnímu procesu bránit, byly roztoky před ozářením nasyceny oxidem dusným. Ozařování se provádělo na vysokofrekvenčním lineárním urychlovači elektronů. Dávky záření se pohybovaly v intervalu 0 – 5 kGy.







3 Shrnutí

Metodou AAS jsme stanovovali koncentraci olovnatých iontů v ozářených roztocích. Tato metoda umožňuje kvantitativně stanovovat koncentrace prvku s vysokou citlivostí i při nízkých koncentracích. Naměřené výsledky ukazují, že vhodný typ tuhé fáze může výrazně zvýšit účinnost radiačně redukčního procesu. Jako nejvhodnější se za daných podmínek ukazuje použití oxidu měďného.

Poděkování

Chtěli bychom poděkovat FJFI a Ing. Vojtěchu Svobodovi za realizaci Fyzikálního týdne 2004 a sponzorům této akce. Dále našim supervisorům Ing. Václavu Čubovi, Ph.D. a Ing. Barboře Drtinové, kteří nám ochotně pomáhali při našem miniprojektu a našem snažení.

Reference:

[1] HEJTMÁNEK M. A KOL.: *Atomová absorpční spektrometrie,* Vydavatelství VŠCHT, 1979, pp. 145

[2] MAJER V.: *Základy jaderné chemie,* SNTL Praha, 1961, pp. 607