

Protokoll: Flammenemissionsspektroskopie (FES) - Natrium

Aufgabenstellung: Erstellen einer Kalibrierkurve mit Natriumlösungen bekannter Konzentration und Bestimmen des Gehaltes einer Natriumlösung unbekanntes Gehaltes.

Geräte: - 9 Maßkolben 100ml
- Vollpipette 10 ml
- 8 Bechergläser
- Flammenspektrometer
- Tropfpipetten

Chemikalien: - NaCl-Stammlösung 0,1 M

Durchführung:

1. ERSTELLEN EINER KALIBRIERKURVE:

Gegeben ist eine 0,1 M NaCl-Stammlösung. Aus dieser muss eine Verdünnungsreihe hergestellt werden, wobei sich der Gehalt zwischen 2 und 30 ppm bewegen soll. Um Volumina zu erhalten, die sich gut abpipettieren lassen, legt man zuerst die aus der Stammlösung zu entnehmenden Volumina fest und berechnet dann die dazugehörigen Gehalte in ppm. Die entnommenen Volumina werden auf 100 ml verdünnt.

Bevor das Spektrometer genutzt werden kann, wird es mit entionisiertem Wasser auf 0 geeicht, mit der höchst konzentrierten Lösung der Verdünnungsreihe auf circa 500 gestellt und anschließend noch einmal geprüft, ob sich mit entionisiertem Wasser 0 einstellt (wenn nicht nochmals nachkorrigieren). Es kann nun mit der Aufnahme der Kalibrierkurve begonnen werden, in dem die Lösungen mit steigender Konzentration gemessen werden und in konstanten Zeitabständen von jeweils etwa 10 Sekunden 10 Messergebnisse notiert werden. Nach jedem Messvorgang wird mit entionisiertem Wasser durchgespült.

2. MESSUNG DER UNBEKANNTEN LÖSUNG:

Ist die Kalibrierkurve aufgenommen, wird die unbekannt konzentrierte Natriumlösung auf 100 ml verdünnt und nach dem gleichem Prinzip wie oben beschrieben eine Messung durchgeführt, bei der jedoch 20 Messwerten aufgenommen werden.

Theorie:

Beim Einsprühen der Natriumlösung in die Flamme wird die Probe atomisiert, ohne dass nennenswerte Mengen von Ionen gebildet werden. Ein Teil der Atome wird dabei aus seinem Grundzustand in einen angeregten elektronischen Zustand überführt. Das heißt, das Elektronen der äußeren Schalen auf Grund thermischer Kollision von Bestandteilen des brennenden Gases mit den in der Gasphase befindlichen Atomen der Probelösung auf weiter innen gelegene Schalen übergehen. Da dieser Zustand nicht energetisch stabil ist, kehren die Elektronen wieder auf die ursprüngliche Schale zurück. Dabei kommt es zur Emission einer für das Element Natrium charakteristischen Strahlung mit definierter Wellenlänge und Frequenz. Pro Elektronenübergang wird ein Photon ausgesandt. Es entsteht wie bei jedem angeregtem Element ein sogenanntes diskontinuierliches Spektrum mit charakteristischen Spektrallinien. Mit Hilfe eines Wellenlängenselektors wird nur die interessierende Wellenlänge (bei Natrium 590 nm) zum Photodetektor weitergeleitet und dort registriert. Die funktionelle Abhängigkeit der Intensität der emittierten Strahlung von der Konzentration der Probelösung macht die Aufnahme einer Kalibrierkurve möglich.

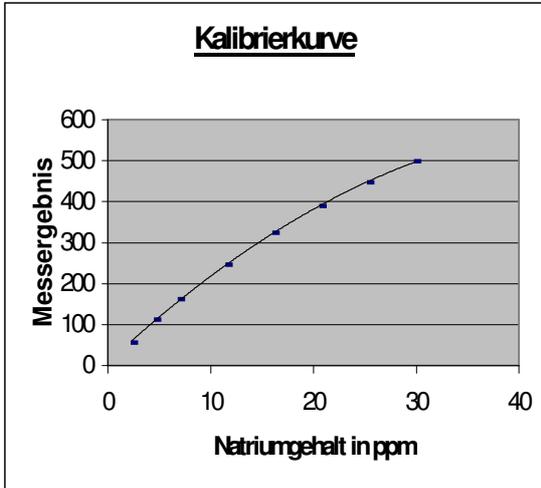
Auswertung:

1. Messwerte für die Kalibrierkurve

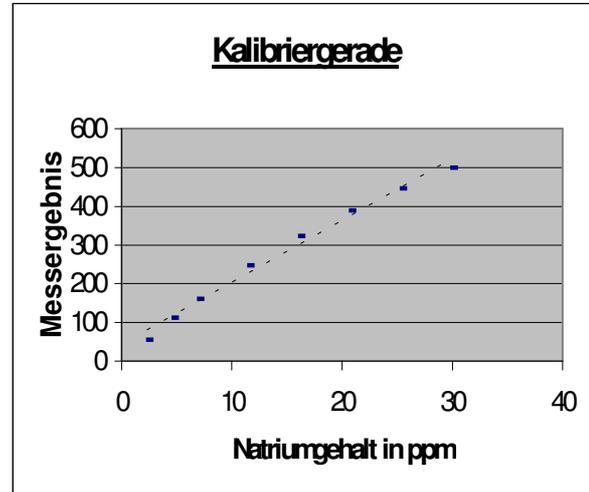
	Volumen in ml	Natriumgehalt in ppm	Messergebnis (Mittelwert)
1	1	2,299	55,4
2	2	4,598	112,4
3	3	6,897	161,5
4	5	11,495	246,4
5	7	16,093	323,4
6	9	20,691	389
7	11	25,289	446,5
8	13	29,887	499,3

2. Messung der unbekanntem Lösung

	Messergebnis (Mittelwert)
Probe 1	303,3
Probe 2	289,75



Quadratische Angleichung :
 $y = -0,237 x^2 + 23,4676 x + 7,123$
 $(R^2 = 0,9997)$



Lineare Angleichung :
 $y = 15,999 x + 44,705$
 $(R^2 = 0,9877)$

Die Kalibrierkurve ist so schwach gekrümmt, dass sowohl eine lineare als auch eine quadratische Angleichung in Frage kam. Jedoch stellten wir fest, dass der aus der quadratischen Angleichung erhaltene Wert dem wahren Ergebnis erheblich näher kam, weshalb nur er in der Fehlerbetrachtung einbezogen wird. Außerdem ist R^2 für die quadratische Angleichung größer als für die lineare. Das heißt, dass die quadratische Gleichung die bessere Näherung ergibt.

	Beate Burkhart	Andrea Bramborg
Messergebnis	303,3	289,75
Gehalt (aus quadratischer Angleichung)	$y = -0,237 x^2 + 23,4676 x + 7,123$ $x_{1,2} = \frac{-23,4676 \pm \sqrt{(23,4676)^2 + 4 \cdot 0,237(7,123 - y)}}{-0,474}$	
	(1ppm entspricht 1mg/1000ml → 0.1ppm entspricht 1mg/100ml)	
	x1 = 14,847 ppm x2 = 84,162 ppm	x1 = 14,032 ppm x2 = 84,977 ppm
	14,85 ppm → <u>1,485 mg in 100 ml</u>	14,032ppm → <u>1,403 mg in 100ml</u>
Gehalt (aus linearer Angleichung)	16,16 ppm → <u>1,616 mg in 100 ml</u>	15,32ppm → <u>1,53 mg in 100 ml</u>

Fehlerbetrachtung:

		Burkhardt	Bramborg
Standardabweichung der Messergebnisse der Analyse	$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - x)^2}{n-1}}$	= <u>1,895</u>	= <u>2,468</u>
Standardabweichung des Natriumgehalts in ppm	$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - x)^2}{n-1}} = 7$	= <u>0,114 ppm</u>	= <u>0,144 ppm</u>
Standardabweichung des Natriumgehalts in mg	$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - x)^2}{n-1}}$	= <u>0,0114 mg</u>	= <u>0,0144 mg</u>
Vertrauensintervall der Messergebnisse der Analyse	$\mu = x \pm \frac{t \cdot s}{\sqrt{n}}$	P = 50%: (t=0,688) <u>303,3 ± 0,3</u>	P = 50%: <u>289,75 ± 0,8</u>
		P = 95%: (t=2,09) <u>303,3 ± 0,9</u>	P = 95%: <u>289,75 ± 1,2</u>
		P = 99%: (t=2,86) <u>303,3 ± 1,2</u>	P = 99%: <u>289,75 ± 1,6</u>
Vertrauensintervall des Natriumgehalts in ppm	$\mu = x \pm \frac{t \cdot s}{\sqrt{n}}$	P = 50%: <u>(14,85 ± 0,02) ppm</u>	P = 50%: <u>(14,03 ± 0,02) ppm</u>
		P = 95%: <u>(14,85 ± 0,05) ppm</u>	P = 95%: <u>(14,03 ± 0,07) ppm</u>
		P = 99%: <u>(14,85 ± 0,07) ppm</u>	P = 99%: <u>(14,03 ± 0,09) ppm</u>
Vertrauensintervall des Natriumgehalts in mg	$\mu = x \pm \frac{t \cdot s}{\sqrt{n}}$	P = 50%: <u>(1,485 ± 0,002) mg</u>	P = 50%: <u>(1,403 ± 0,002) mg</u>
		P = 95%: <u>(1,485 ± 0,005) mg</u>	P = 95%: <u>(1,403 ± 0,007) mg</u>
		P = 99%: <u>(1,485 ± 0,007) mg</u>	P = 99%: <u>(1,403 ± 0,009) mg</u>
Messunsicherheit der Analyseergebnisse durch Einsetzen der Grenzen des Vertrauensintervall der Messwerte in die Kalibrierfunktion	$y = -0,237 x^2 + 23,4676 x + 7,123$ (Es werden nur die Grenzen für P=99% berechnet, da sie die größte Spanne beinhalten.)	P = 99%: <u>303,3 ± 1,2</u> • $304,5 = -0,237x^2 + 23,4676x + 7,123$ $x = 14,92 \text{ ppm}$ <u>= 1,492 mg</u>	P = 99%: 289,75 ± 1,6 • $291,35 = -0,237x^2 + 23,4676x + 7,123$ $x = 14,13 \text{ ppm}$ <u>= 1,413 mg</u>

		>> obere Grenze • $302,1 = -0,237x^2 + 23,4676x + 7,123$ $x = 14,77 \text{ ppm}$ $\underline{\underline{= 1,477 \text{ mg}}}$ >> untere Grenze	>> obere Grenze • $288,15 = -0,237x^2 + 23,4676x + 7,123$ $x = 13,94 \text{ ppm}$ $\underline{\underline{= 1,394 \text{ mg}}}$ >> untere Grenze
Signifikanztest für die Messreihen der beiden Analysenlösungen (P = 95%)	$s_{\text{geoint}}:$ $s_g = \sqrt{\frac{s_1^2(n_1 - 1) + s_2^2(n_2 - 1)}{n_1 + n_2 - 2}}$ $t = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{s_g} \cdot \sqrt{\frac{n_1 n_2}{n_1 + n_2}}$	$s_{\text{geoint}} = 2,26$ $t = 18,955$ $t_{\text{Tabelle}} = 2,1 < 18,955$ >>> die Werte der zwei Messreihen können als verschieden angesehen werden	

Fehlerquellen:

- Ungenauigkeiten beim Abpipettieren der Lösungen und beim Herstellen der Lösungen für
- die Kalibrierkurve
- verunreinigte Geräte
- Messdaten des Emmissionspektrometer ungenau (vor allem in höheren Konzentrationsbereichen)
- Volumenfehler in den Pipetten, da im Labor hohe Temperaturen herrschten (Pipetten sind auf 20°C geeicht)

Entsorgung:

Da die NaCl-Lösungen unbedenklich sind, können sie nach dem Versuch verworfen werden.