

Esercitazione 4: determinazione della concentrazione di sodio e potassio in campioni di acqua mediante spettroscopia atomica di emissione in fiamma

Principio del metodo

Sodio e potassio vengono determinati in **campioni di acqua potabile (commerciale o di acquedotto)** mediante un **fotometro a fiamma digitalizzato**, in grado di misurare parallelamente le intensità di emissione relative ai due elementi e, usando il segnale del litio come standard interno e un'opportuna calibrazione, fornire direttamente le concentrazioni dei due ioni.

Strumentazione

Fotometro a fiamma digitalizzato DIGIFLAME C, con fiamma alimentata a GPL.



Soluzioni (da preparare)

Soluzione dello standard interno (Li): prelevare, con una pipetta in vetro, **10 mL** della soluzione **10500 ppm** di Li^+ già presente sul banco di laboratorio e trasferirli in un matraccio da **1 L**, portando a volume con acqua distillata. La soluzione ottenuta conterrà **105 ppm** di Li^+ .

Soluzione madre di sodio e potassio: pesare 1.1700 g di NaCl e 1.4900 g di KCl , trasferire le due quantità nello stesso matraccio da 100 mL e portare a volume con **acqua deionizzata**. La soluzione conterrà **200 mmoli/L** di entrambi i cationi.

Soluzioni standard 1, 2, 3 di sodio e potassio:

Soluzione 3: prelevare con **estrema cura**, usando una micropipetta da 200 μL , **100 μL** della soluzione madre dei due cationi e diluire a 100 mL con la soluzione di standard interno. **La concentrazione finale sarà 200 $\mu\text{mol/L}$.**

Soluzione 2: prelevare, con la buretta in dotazione, **50 mL** della soluzione standard 3, trasferirli in un matraccio da **100 mL** e portare a volume con la soluzione di standard interno. **La concentrazione finale sarà 100 $\mu\text{mol/L}$.**

Soluzione 1: prelevare, con la buretta in dotazione, **50 mL** della soluzione standard 2, trasferirli in un matraccio da **100 mL** e portare a volume con la soluzione di standard interno. **La concentrazione finale sarà 50 $\mu\text{mol/L}$.**

Procedura

Accensione del fotometro a fiamma posizionato sotto cappa aspirante (operazione da effettuare UNICAMENTE in presenza del docente)

Accendere l'aspiratore della cappa aspirante in cui è posto il fotometro.

Ammesso che non sia già sollevato, sollevare lo sportellino laterale del camino del fotometro, posto nella sua parte posteriore, e bloccarlo con l'apposita manopola.

Aprire la valvola principale della bombola del gas, controllando che la pressione segnata dal manometro laterale non superi il valore 1.5 Kg/cm².

Portare nella posizione **START** l'interruttore di accensione posto sulla destra nella parte posteriore del fotometro e, successivamente, premere il tasto che innesca la scintilla di accensione della fiamma. Controllare, attraverso la finestrella posta sul camino, che la fiamma sia accesa e lasciarla stabilizzare per circa un minuto.

Taratura del fotometro

Premere in successione, sulla tastiera del fotometro, il tasto **PRG**, il tasto **2** e il tasto **#** per selezionare il programma di acquisizione numero 2 (Na/K con standard interno Li).

Fare aspirare per almeno 5 secondi dall'apposito tubicino la soluzione dello **standard interno di litio**, preventivamente trasferita in una provetta da 10 mL appositamente numerata, avendo cura di non toccare mai con le dita la parte terminale del tubicino stesso; successivamente premere il pulsante **ZERO**.

Dopo alcuni secondi sui due display del fotometro appariranno valori riferiti all'intensità della radiazione registrata per lo standard interno sui due canali del fotometro.

In modo analogo fare aspirare la **soluzione standard 100 $\mu\text{mol/L}$ di sodio e potassio** e premere poi il pulsante **STD**.

Successivamente ripetere le due misure con lo standard interno e con la soluzione standard 100 $\mu\text{mol/L}$ ma premendo il pulsante **CAMP**.

In questo caso i valori letti sul display dovrebbero essere 000 (± 5) per lo standard interno e 100 (± 5) per la soluzione di sodio e potassio. Se ciò non accade ripetere la procedura di taratura. Se ancora non si riscontrano i valori corretti contattare il docente.

Eeguire la misura nella modalità CAMP anche per le **soluzioni standard 50 e 200 $\mu\text{mol/L}$ di sodio e potassio**.

Se il fotometro è in condizioni di linearità si dovrebbero ottenere le letture 050 (± 5) e 200 (± 10), rispettivamente, sui display. Se ciò non accade rivolgersi al docente.

Potrebbe essere necessario ri-tarare il fotometro o, nella peggiore delle ipotesi, ripreparare le soluzioni 50, 100 e 200 $\mu\text{mol/L}$.

Misura sul campione di acqua

La preparazione del campione di acqua per la misura di fotometria in fiamma **dipenderà dalla concentrazione attesa per i cationi Na^+ e K^+ in esso, che, nel caso delle acque commerciali, sarà desumibile dall'etichetta**.

In particolare:

- 1) per concentrazioni fino a 4.6 mg/L per il Na^+ e 7.8 mg/L per il K^+ non sarà necessaria alcuna diluizione del campione;
- 2) per concentrazioni superiori andrà scelto, insieme al docente, un fattore di diluizione in acqua deionizzata tale da farle rientrare nei limiti indicati al punto 1).
Nel caso dell'acqua dell'Acquedotto Pugliese, il fattore di diluizione dovrebbe essere pari a 4, salvo situazioni particolari.

Sia per i campioni di tipo 1 che per i campioni di tipo 2 le soluzioni da analizzare saranno predisposte in matracci da 20 mL.

Nel caso dei campioni di tipo 1 si riempirà quasi totalmente il matraccio con l'acqua da analizzare, poi si aggiungeranno 200 μL di soluzione di Li^+ 10500 ppm, in modo da raggiungere una concentrazione finale di Li^+ di 105 ppm, e si porterà infine a volume con l'acqua da analizzare.

Nel caso dei campioni di tipo 2 si introdurrà nel matraccio il volume di acqua da analizzare, calcolato in base al fattore di diluizione individuato (ad esempio 10 mL, in caso di una diluizione 1 a 2, 4 mL, in caso di diluizione 1 a 5, ecc.), si aggiungeranno 200 μL della soluzione di Li^+ 10500 ppm e infine si porterà a volume con acqua deionizzata.

Parte del campione di acqua così ottenuto sarà travasata in una provetta da 10 mL opportunamente contrassegnata (C1, C2 o C3) e, usando questa, potrà essere aspirata nel fotometro.

Dopo 5 s di aspirazione si potrà premere il pulsante **CAMP**.

Per come è stata effettuata la taratura del fotometro i valori mostrati sui display saranno direttamente espressi in $\mu\text{moli/L}$ di sodio e di potassio nel campione trasferito in fiamma. Quelli nel campione originario dipenderanno dall'eventuale diluizione effettuata preliminarmente; il loro calcolo andrà dunque effettuato moltiplicando per il fattore di diluizione i valori letti sul fotometro.

Successivamente **essi andranno annotati su una tabella affissa in laboratorio accanto al fotometro**.

La tabella suddividerà automaticamente i valori ottenuti in due gruppi (due per il Na^+ e altrettanti per il K^+).

Al termine delle esercitazioni tali dati verranno comunicati a tutti gli studenti e poi utilizzati per i test statistici, come discusso a lezione.

Nello specifico, **il test di Kolmogorov-Smirnov per la normalità andrà effettuato, per ciascun catione, per il Gruppo A, per il Gruppo B e per il gruppo complessivo, per un totale di sei test**.

A seguire, per ciascuno dei due cationi, si effettuerà **il test di confronto delle varianze associate ai gruppi A e B e poi quello di confronto delle loro medie, la cui tipologia dipenderà dall'esito del test di confronto delle varianze**.

I test di confronto fra medie e varianze potranno essere effettuati anche se uno o entrambi i gruppi confrontati risulterà non distribuito normalmente. In tal caso andrà specificato, nella relazione, che si prosegue con i test confidando nella loro robustezza rispetto a piccoli scarti dalla normalità.