

Stanovení sodíku v pečivu

metodou atomové emisní spektrometrie s plamenovou atomizací

Teorie AES

Atomová emisní (AES) je analytická metoda, využívaná ke **stanovení obsahu minerálních látek**, zejména alkalických kovů. Využívá **emisi záření atomy sledovaného prvku**. Míra emise záření (intenzita) je úměrná koncentraci prvku.

Vzorek se zavádí **do plamene**, kde se spaluje a převádí tak na páru volných atomů. Ty se **teplem excitují** (elektrony přecházejí na vyšší energetickou hladinu), načež rychle **relaxují zpět**, přičemž uvolní charakteristické **záření** = atomová emise. Sodík emituje záření na vlnové délce **589 nm**.



Princip

Sodík se ze vzorku pečiva extrahuje demineralizovanou vodou. Extrakt se filtruje od zbytků pečiva. Protože množství soli v pečivu je poměrně vysoké, extrakt musí být před měřením náležitě zředěn. Do roztoku je nutné přidat deionizační činidlo na výslednou koncentraci 2 g Cs/l. Množství sodíku se vyhodnocuje na základě kalibrační závislosti (0,2 – 2 mg Na/l). Z intenzity emise vzorku je vypočtena koncentrace sodíku v roztoku a následně obsah soli ve vzorku pečiva.

Postup a) Extrakce sodíku a příprava vzorků

Pracujte čistě a v rukavicích (zejména kvůli kontaminaci solí v potu).

Příprava vzorku

1. Vzorek pečiva nakrájejte na asi centimetrové kousky.
2. Do 250ml kádinky navažte přibližně 5 gramů vzorku, přidejte asi 100 ml demineralizované vody a 3 minuty míchejte tyčinkou.
3. Roztok filtrujte přes řídký filtr do další kádinky, zbytek dvakrát znovu rozmíchejte v čisté demineralizované vodě a filtrujte.
4. Filtrát kvantitativně převed'te do 250ml odměrné baňky, doplňte vodou po rysku a promíchejte.
5. Do 10 ml odměrné baňky napipetujte:
 - a. 1000 μ l roztoku CsCl (20 g Cs/l)
 - b. 100 μ l extraktu
 - c. doplňte demineralizovanou vodou po rysku a zamíchejte

Příprava kalibračního roztoku

6. Do 10ml odměrných baněk pipetujte vždy:
 - a. 1000 μ l roztoku CsCl (20 g Cs/l)
 - b. vypočtené množství zásobního roztoku Na (20 mg/l)
 - c. doplňte demineralizovanou vodou po rysku a zamíchejte

Postup b) stanovení koncentrace sodíku

Přístroj Unicam 939 Solaar uvedeme do provozu – hořák otočíme na úhel 90 °, spustíme hlavní plyn (acetylen), okysličovadlo (vzduch) a zapálíme plamen. Do programu nastavíme snímání emise na rezonanční čáře Na a ideální průtoky obou plynů (acetylen, vzduch).

Seřízení vlnové délky a citlivosti detektoru provedeme podle nejvyššího kalibračního roztoku. Změříme intenzity emise kalibračních roztoků a vzorků.

Vyhodnocení výsledků

Analýza je vyhodnocena **metodou kalibrační přímky**. Vytvořte XY-bodový graf, kde na ose x je koncentrace a na ose y intenzita. Do grafu vložte **lineární spojnici** trendu a nechte zobrazit rovnici její rovnici.

Koncentraci sodíku ve vzorku vypočítejte dosazením naměřené intenzity do rovnice. Tuto koncentraci je nutné přepočítat na **obsah sodíku v pečivu** (v případě navažování 5 g vzorku a doplnění na objem 250 ml a následném ředění 100x je celkový faktor zředění 5000).

Uveďte obsah železa ve vzorku vyjádřený jako **mg Na/100g**.

Co do protokolu:

příprava vzorku

- navážka, výsledný faktor zředění

Stanovení Na pomocí AES

- princip (~dvě věty), shrnutí postupu
- kalibrační graf + rovnice lineární závislosti ve tvar $y = a \cdot x + b$
- výpočet koncentrace Na z naměřené intenzity emise
- výpočet obsahu Na v původním vzorku (faktor zředění)

Závěr

- obsah Na v miligramech na 100 g pečiva

Pomůcky: odměrná baňka 250 ml, 2x odměrná baňka 10 ml, 2x kádinka 250 ml, kádinka 150 ml, tyčinka, filtrační nálevka + filtrační papír, pipeta 0,1-1 ml + 3 špičky

Chemikálie: Na 20 mg/l, Cs 20 g/l