

Naatriumi ja kaaliumi leekfotomeetriline määramine

31.08.15

<http://tera.chem.ut.ee/~koit/arstpr/nak.pdf>

1 Sissejuhatus

Kaalium (K) on peamine rakus leiduv katioon. Õige kaaliumi tase rakus on vajalik raku normaalseks talitluseks. Ebanormaalselt kõrge kaaliumi tase (hüperkaleemia) või kaaliumitaseme langus (hüpokaleemia) mõjutavad eeskätt närvisüsteemi ja südametegevust, äärmuslikel juhtudel võivad lõppeda surmaga. Normaalse kaaliumi tase veres on 3,5...5,0 millimooli/liitris (mmol/l).

Naatrium (Na) on peamine rakuväline katioon ja mängib rolli vedeliku jaotumisel kehas. Naatriumi kontsentratsioon vereplasmas (st. väljaspool rakke) on 130-145 mmol/l. Kõrgem ja madalam kontsentratsioon viitavad vastavalt hüpernatreemiale ja hüponatreemiale.

Gaasileegi temperatuuril (umbes 1800°C) ergastuvad suhteliselt madala ergastusenergiaga elementide (näiteks leelis- ja leelismuldmetallide) aatomid. Kui naatriumi ja kaaliumi katioone sisaldav lahus pihustatakse gaasileeki, solvent aurustub, ioonid atomiseeritakse ja ergastatakse. Ergastunud aatomi põhiolekusse tagasiminekul kiirgub valguskvant kummalegi aatomile iseloomulikul lainepikkusel: Na: 589 nm, K: 766 nm. Leekfotomeetri abil mõõdetaksegi kiirguva valguse intensiivsust, mis sõltub aatomite kontsentratsioonist leegis.

2 Vajalikud töövahendid ja reaktiivid

1. Leekfotomeeter Eppendorf.
2. Na^+ ja K^+ põhistandardlahused, $c = 1 \text{ mg/ml}$.
3. 6 nummerdatud 100 ml mõõtkolbi ja keeduklaasid.
4. Klaaspipetid: 1, 2, 10 ml.

3 Analüüsi käik

3.1 Standardlahuste valmistamine

Na ja K segu standardlahused valmistatakse põhistandardlahuste lahjendamise teel. Erinevate lahuste jaoks kasutatakse erinevaid klaaspipette ja nummerdatud 100 ml mõõtkolbe. Lahused valmistatakse vastavalt järgmisele tabelile:

Kolvi number	1	2	3	4	5	6
Kasutatava pipeti ruumala	1	1	2	10	10	10
Pipeteeritava Na põhistandardlahuse ruumala	0,5	1	2	4	6	8
Pipeteeritava K põhistandardlahuse ruumala	0,5	1	2	4	6	8
Saadud lahuse kontsentratsioon ($\mu\text{g/ml}$)	5	10	20	40	60	80

Pärast Na ja K põhistandardlahuste pipeteerimist kolbidesse, täidetakse kolvid destilleeritud veega märgini ning segatakse.

3.2 Analüüsitava proovi valmistamine

Analüüsitav proov antakse 100 ml mõõtkolvis. Mõõtkolb tuleb täita destilleeritud veega margini ja segada. Proov sisaldab nii Na kui ka K.

3.3 Mõõtmiste käik

Ettevaatust: Leekfotomeeter kasutab kergestisüttivaid gaase, mis võivad instrumenti valesti kasutades plahvatada. Instrumenti sisse- ja väljalülitamisel on vajalik juhendaja juuresolek! Leekfotomeetri peal on väga kuum ning seal oleva ava peale ei või asetada midagi!

Märkus: Jälgida leeki kogu töö ajal. Kui leek on kustunud, sulgeda koheselt gaasikraan!

Kalibreerimislahuste ja proovi mõõtmine käib keeduklaasidest, kuhu uuritavad lahused mõõtkolbidest valatakse.

Mõõtmine Eppendorf leekfotomeetriga:

1. Lasta instrumendil 5-10 min soojeneda.
2. Sisestada instrumenti destilleeritud vesi.
3. Valida element element Na, pöörates nuppu "Elementwahl".
4. Pöörata välimine "Messbereich" nupp positsiooni "100". Tõmmata "Kompensation I" nupp natuke välja ja reguleerida lugem 0-le. Vajutada "Kompensation I" nupp tagasi. Kui vaja, reguleerida 0 lugem "Kompensation II" nupuga.
5. Sisestada kõige kontsentreeritud standardlahus (lahus nr 6) ja reguleerida näit umbes 350 peale (kõige ülemisel skaalal), kasutades sisemist "Messbereich" nuppu.
6. Sisestada veelkord destilleeritud vesi – instrumendi näit peab olema 0.
7. Sisestada standardlahused nr 1, 2, 3, analüüsitav proov ja siis standardid 4, 5, 6. Mõõtmistulemused märkida protokollilehele.
8. Korrata punkte 3-7 kaaliumi jaoks.
9. Töö lõpus sisestada leekfotomeetrisse vähemalt 5 minutiks destilleeritud vesi, et süsteemi puhastada.

4 Tulemuste arvutamine

1. Joonistada millimeeterpaberile naatriumi ja kaaliumi kalibreerimisgraafikud. Abstsissteljele kanda kontsentratsioonid ja ordinaatteljele instrumendi näidud. Mitte unustada ühikuid!
2. Leida kalibreerimisgraafikutelt naatrium- ja kaaliumioonide kontsentratsioonid analüüsitavas proovis.