



7,6

Πολυτεχνείο Κρήτης- Τμήμα Μηχανικών
Περιβάλλοντος
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ Έλεγχος Ρύπανσης Νερών
4^ο Εξάμηνο

Ομάδα 3

ΑΝΑΛΥΣΕΙΣ ΜΕ ΦΑΣΜΑΤΟΦΩΤΟΜΕΤΡΟ

8^η Εργαστηριακή Άσκηση

Ημερομηνία : 13 Μαΐου 2019

Μέλη: Φωτεινοπούλου Ελένη Α.Μ 2017050115

Ολύμπιος Πέτρος Α.Μ. 2017050107

Χατζηαθανασίου Χρύσω Α.Μ. 2017050111

Μανασσάκης Γιώργος Α.Μ.2017050046

Παράμετρος	Τιμή μέτρησης	Αραίωση	Τελική τιμή
Νιτρικό άζωτο	1,4		1,4mg/l NO ₃ -N
Φώσφορος από φωσφορικά	0,0093		0,0093mg/l PO ₄ -P
Χλωριόντα	10,5		10,5mg/l Cl ⁻

Ερώτηση 1: Περιγράψτε συνοπτικά ένα φασματοφωτόμετρο. Σε ποια αρχή στηρίζεται η φασματοφωτομετρία και πώς συσχετίζεται η απορρόφηση με τη συγκέντρωση;

Το φασματοφωτόμετρο (spectrophotometer) είναι όργανο το οποίο μετρά την ένταση μιας επιλεγμένης συχνότητας ακτινοβολίας. Χρησιμοποιείται κυρίως στην Αναλυτική Χημεία, αλλά και σε άλλες θετικές επιστήμες. Σε ό,τι αφορά την αναλυτική χημεία το φασματοφωτόμετρο είναι εξέλιξη του χρωματοφωτομέτρου. Το πρώτο τμήμα του φασματοφωτομέτρου, αποτελείται από την πηγή παραγωγής ακτινοβολίας. Το δεύτερο τμήμα είναι αυτό που διαχωρίζει το επιθυμητό μήκος κύματος (συχνότητα) από τα υπόλοιπα που παράγει η πηγή, παρέχοντας έτσι στο τρίτο μέρος μονοχρωματική ακτινοβολία. Το τρίτο είναι αυτό που τοποθετείται το προς μέτρηση δείγμα και το τελευταίο είναι ο μετρητής της ακτινοβολίας που τελικά "περνά" (δεν απορροφάται) από το δείγμα.

Η φασματοφωτομετρία στηρίζεται στο νόμο του Lambert-Beer, ο νόμος αυτός σχετίζεται με την ποσότητα (ένταση) του φωτός που προσπίπτει σε ένα διάλυμα, και την ποσότητα του φωτός που απορροφάται από αυτό, σε σχέση με την περιεκτικότητα σε διαλυμένη ουσία. Συγκεκριμένα εκφράζεται από τον τύπο:

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c$$

όπου ϵ είναι η μοριακή απορρόφηση (δηλ. η απορρόφηση που θα είχε διάλυμα 1M της ουσίας) , b το μήκος του δείγματος (πάχος κυψελίδας σε cm), και c η συγκέντρωση της διαλυμένης ουσίας (σε mole/l). Το A είναι ο λογάριθμος του λόγου εντάσεως προσπιπτομένου φωτός προς το φως που τελικά περνάει από το διάλυμα.

Η απορρόφηση A της προσπίπτουσας ακτινοβολίας είναι ανάλογη της συγκέντρωσης (C) της ουσίας μέσα στο υδατικό διάλυμα. Όσο πυκνότερο είναι το διάλυμα τόσο περισσότερη ακτινοβολία απορροφάται.

2,3 / 2,5

Ερώτηση 2: Περιγράψτε τη γενική περίπτωση (διαδικασία) μιας ανάλυσης με φασματοφωτόμετρο. Ποιος ο ρόλος του τυφλού;

+ Μετατρέπουμε τα δείγματα σε έγχρωμο με τα κατάλληλα αντιδραστήρια.

Η γενική περίπτωση (διαδικασία) μιας ανάλυσης με φασματοφωτόμετρο είναι του ορατού φάσματος (VIS από το Visible). Σε αυτό η πηγή είναι μια κοινή λάμπα πυράκτωσης. Το σύστημα διαχωρισμού είναι ένα κοινό πρίσμα ή συνηθέστερα ένα παραθλαστικό φράγμα το οποίο απομονώνει την επιθυμητή μονοχρωματική ακτινοβολία (μια συχνότητα ορατή σαν κόκκινο, πράσινο, κίτρινο κλπ φως). Η ακτινοβολία αυτή περνάει μέσα από μια κυψελίδα δηλ. διαφανές άχρωμο δοχείο που περιέχει το προς εξέταση δείγμα και όσο φως δεν απορροφά το διάλυμα μετρείται από ένα κοινό φωτόμετρο που βρίσκεται από την απέναντι πλευρά της κυψελίδας. Το τυφλό (blank) διάλυμα χρησιμοποιείται για το μηδενισμό του φωτόμετρου. Το τυφλό διάλυμα περιέχει όλα τα αντιδραστήρια και έχει υποστεί την ίδια διαδικασία με το προς μέτρηση διάλυμα, δεν περιέχει όμως την ένωση που θέλουμε να βρούμε.

Ερώτηση 3: Τα αντιδραστήρια που έχουμε στη διάθεσή μας αναγράφουν κάποια κλίμακα μέτρησης (π.χ. τα αντιδραστήρια για τα νιτρικά μετρούν από 0,2 έως 20 mg/L $\text{NO}_3\text{-N}$). Τι κάνουμε στην περίπτωση που η μέτρηση σε ένα δείγμα μας δίνει μεγαλύτερη τιμή;

Τα αντιδραστήρια που χρησιμοποιήθηκαν στο 8ο εργαστήριο ήταν τα νιτρικά ιόντα, τα φωσφορικά και τα χλωριόντα. Ωστόσο μεγαλύτερη επικινδυνότητα στην περίπτωση που η μέτρηση σε ένα δείγμα μας δίνει κάποια τιμή εκτός της κλίμακας, εμφανίζουν τα νιτρικά που η κλίμακα μέτρησής τους είναι από 0,2 έως 20 mg/L $\text{NO}_3\text{-N}$. Αυτό συμβαίνει διότι ο φώσφορος είναι πρωταρχικό στοιχείο για την φύση. Έτσι λόγω της θρεπτικότητάς τους, μια μεγαλύτερη ποσότητα θα προκαλούσε μόνο υπερβιταμίνωση στα φυτά που δεν είναι ακίνδυνο γιατί μπορεί να μολυνθεί το νερό. Τα νιτρικά ιόντα σε πολύ μεγάλες συγκεντρώσεις μπορούν να προκαλέσουν υποξία και μπορούν να γίνουν τοξικά. Τέλος τα χλωριόντα σε μεγάλες συγκεντρώσεις δημιουργούν πρόβλημα στις μεταλλικές σωληνώσεις και στα φυτά. Έτσι για την αποφυγή των παραπάνω περιπτώσεων υψηλών συγκεντρώσεων των αντιδραστηρίων μπορεί να γίνει αραίωση με απιονισμένο νερό και να γίνει ξανά η διαδικασία.

+ ποτ/ρος με τον συντελεστή αραίωσης.

Ερώτηση 4: Να μετατρέψετε την τιμή του νιτρικού αζώτου ($\text{mg/l NO}_3\text{-N}$) σε τιμή νιτρικών ιόντων (mg/L NO_3^-) και την τιμή του φωσφόρου από φωσφορικά ($\text{mg/L PO}_4\text{-P}$) σε τιμή ορθοφωσφορικών ιόντων (mg/l PO_4^{-3}).

Αρχικά θα μετατρέψουμε την τιμή του νιτρικού αζώτου ($\text{mg/l NO}_3\text{-N}$) σε τιμή νιτρικών ιόντων (mg/L NO_3^-)

Η μετατροπή γίνεται με την διαδικασία που ακολουθεί παρακάτω :

Στα 62 g NO_3^- περιέχονται 14 gN

Στα x g NO_3^- περιέχονται 1,4 mgN

$$\text{Αρα έχουμε } x = \frac{62 \text{ g} \times 1,4 \text{ mg}}{14 \text{ g}} \Rightarrow x = 6,2 \text{ mg NO}_3^-$$

Επίσης θα μετατρέψουμε την τιμή του φωσφόρου από φωσφορικά ($\text{mg/L PO}_4\text{-P}$) σε τιμή ορθοφωσφορικών ιόντων (mg/l PO_4^{-3}).

Η μετατροπή γίνεται με την διαδικασία που ακολουθεί παρακάτω :

Στα 95g PO_4^{-3} περιέχονται 31g P

Στα x g PO_4^{-3} περιέχονται 0,0093 mg P

$$\text{Αρα έχουμε } x = \frac{95 \text{ g} \times 0,0093 \text{ mg}}{31 \text{ g}} \Rightarrow x = 0,0285 \text{ mg PO}_4^{-3}$$

Ερώτηση 5: Να ορίσετε τις παραμέτρους που μετρήσατε φασματοφωτομετρικά. Για ποιο λόγο μας ενδιαφέρει η τιμή τους και ποια είναι τα όρια για αυτές για νερό ανθρώπινης κατανάλωσης; Σχολιάστε τις μετρήσεις σας.

Αρχικά οι παραμέτροι που μετρήσαμε είναι τα φωσφορικά ιόντα (PO_4^{-3}), Ιόντα χλωρίου (Cl^-) νιτρικά ιόντα (NO_3^-).

Φωσφορικά ιόντα (PO_4^{-3}): Λοιπόν ο φώσφορος και το άζωτο αποτελούν τα βασικά θρεπτικά για την ανάπτυξη των φυτών όμως βρίσκεται σε πολύ μικρές συγκεντρώσεις και αποτελεί τον περιοριστικό παράγοντα ανάπτυξης. Οι ενώσεις του φωσφόρου υπάρχουν στα λιπάσματα και στα απορρυπαντικά και μεταφέρονται στο έδαφος και στα επιφανειακά νερά με τα λύματα, βιομηχανικά απόβλητα και τα εκπλύματα.

Νιτρικά ιόντα (NO_3^-): Τα νιτρικά ιόντα είναι η πιο οξειδωμένη μορφή των αζωτούχων ενώσεων. Βρίσκονται σε επιφανειακά και υπόγεια νερά λόγω του ότι είναι το τελικό προϊόν της αερόβιας αποικοδόμησης του αζωτούχου οργανικού υλικού. Ο προσδιορισμός των νιτρικών βοηθά στην εκτίμηση του χαρακτήρα και του βαθμού οξείδωσης στα επιφανειακά και στα υπόγεια νερά, στις βιολογικές διεργασίες και στην επεξεργασία των αποβλήτων. Πηγές των

νιτρικών είναι εκροές επεξεργασμένων λυμάτων, εκπλύματα από γεωργικές εκτάσεις στις οποίες χρησιμοποιούνται λιπάσματα, συστήματα αποχέτευσης με διαρροές και βιομηχανικές εκροές που περιέχουν αναστολείς διάβρωσης.

Ιόντα Χλωρίου (Cl^-) : Τα ιόντα χλωρίου είναι ένα από τα κυριότερα ανόργανα ιόντα του νερού και των αποβλήτων. Στο πόσιμο νερό η αλμυρή γεύση που προέρχεται από τις συγκεντρώσεις των Cl^- ποικίλλει και εξαρτάται από τη χημική σύσταση του νερού.

Ο λογος που ασχολούμαστε με αυτούς τους παραμέτρους είναι ότι σε μεγάλες συγκεντρώσεις είναι αρκετά βλαβερά. Στα φωσφορικά ιόντα μια πολύ μικρή αύξηση στις συγκεντρώσεις του μπορεί να προκαλέσει πολλά προβλήματα στα ποτάμια, όπως υπέρμετρη ανάπτυξη των φυτών, ανάπτυξη φυτοπλαγκτού, μείωση του διαλυμένου οξυγόνου και ίσως το θάνατο κάποιων ψαριών, ασπόνδυλων ή άλλων υδρόβιων οργανισμών. Γι' αυτό οι ανωτατες συγκεντρώσεις είναι της τάξης του $0,01 \text{ mg/l}$. Επειτα τα νιτρικά μαζί με τα φωσφορικά σε υψηλές συγκεντρώσεις μπορεί να προκαλέσουν ευτροφισμό, υπέρμετρη ανάπτυξη των φωτοσυνθετικών οργανισμών. Αυτό με τη σειρά του, επηρεάζει το διαλυμένο οξυγόνο, τη θερμοκρασία και άλλους δείκτες. Πολύ υψηλές συγκεντρώσεις νιτρικών μπορεί να προκαλέσουν υποξία. Τα επίπεδα του διαλυμένου οξυγόνου μειώνονται τόσο πολύ που μπορεί να γίνουν τοξικά για τα θερμόαιμα ζώα. Ακόμη στο πόσιμο νερό μπορούν να βλάψουν βρέφη. Τα φυσικά επίπεδα νιτρικών σε επιφανειακά νερά είναι χαμηλά, συνήθως κάτω από 1 mg/l , ενώ σε νερά εκροών από μονάδες επεξεργασίας αποβλήτων μπορεί να είναι ως 30 mg/l και στο πόσιμο νερό δεν θα πρέπει να ξεπερνά τα 50 mg/l . Τέλος για τα ιόντα χλωρίου, οι συγκεντρώσεις χλωρίου είναι μεγαλύτερες στα απόβλητα λόγω του NaCl της ανθρώπινης διαίτας το οποίο περνά αναλλοίωτο τον πεπτικό σωλήνα και σε υψηλές συγκεντρώσεις προκαλούν βλάβες στις μεταλλικές σωληνώσεις αλλά και στα αναπτυσσόμενα φυτά. Γι' αυτό οι επιτρεπόμενες συγκεντρώσεις είναι της τάξης $25-200 \text{ mg/l}$.

Οι τιμές όμως που βρήκαμε εμείς είναι για τα φωσφορικά ιόντα $0,0093$ όπου δεν ξεπερνά τα ανώτατα όρια, για τα νιτρικά ιόντα $1,4$ όπου δεν είναι ανησυχητικό αφού είναι στα όρια και τέλος για τα ιόντα χλωρίου $10,5$ όπου και αυτό δεν ξεπερνά τα όρια.

2/2,5