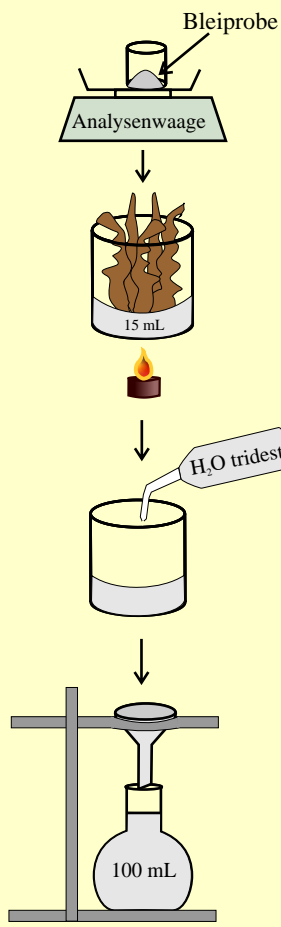


# Lehrstuhl für Analytische Chemie

## Bestimmung von Cadmium durch Atomabsorptionsspektroskopie im UTRM Chemielabor

### 1. Herstellen der Probelösung



Bleiprobe

ca. 100 mg Bleiprobe in 100 mL Becherglas auswiegen (genauen Wert notieren!)

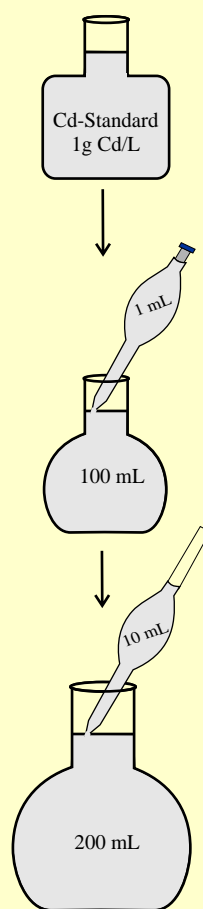
15 mL konz. Salpetersäure ( $\text{HNO}_3$ ) zugeben und unter dem Abzug erhitzen, solange bis keine braunen nitrosen Gase mehr entweichen. **(Nicht eintrocknen lassen!)**

Vorsichtig mit ca. 50 mL tridestilliertem Wasser verdünnen.

In 100 mL Messkolben durch Weißbandfilter filtrieren, mit Wasser nachspülen und mit tridestilliertem Wasser bis zur 100 mL Marke auffüllen. Messkolben verschließen und gut durchschütteln.

Die resultierende Probelösung enthält das gesamte Cadmium der eingewogenen Bleiprobe.

### 2. Ansetzen der Standardzusatzlösung



Cd-Standard steht aus!

1 mL Cd-Standard mit Eppendorf-pipette in Messkolben überführen und mit tridest  $\text{H}_2\text{O}$  bis zur 100mL Marke auffüllen. (Konzentration nach 1:100 Verdünnung:  $10\mu\text{g Cd/mL}$ )

10 mL der 1:100 verdünnten Lösung in 200 mL Messkolben überführen und bis zur 200 mL-Marke auffüllen. (Konzentration nach 1:20 Verdünnung:  $0,5\mu\text{g Cd/mL}$ )

### 3. Herstellen der Messlösungen

In 100 mL Messkolben werden Probe- und Standardlösung gegeben, mit Wasser aufgefüllt und kräftig geschüttelt.

Nummer der Messlösung	Probelösung	Standard $c=0,5\mu\text{g Cd/ml}$	Konzentration Cd durch den Standard
1	10 ml	0 ml	$0\mu\text{g}/100\text{ ml}$
2	10 ml	10 ml	$5\mu\text{g}/100\text{ ml}$
3	10 ml	20 ml	$10\mu\text{g}/100\text{ ml}$
4	10 ml	40 ml	$20\mu\text{g}/100\text{ ml}$
5	10 ml	60 ml	$30\mu\text{g}/100\text{ ml}$

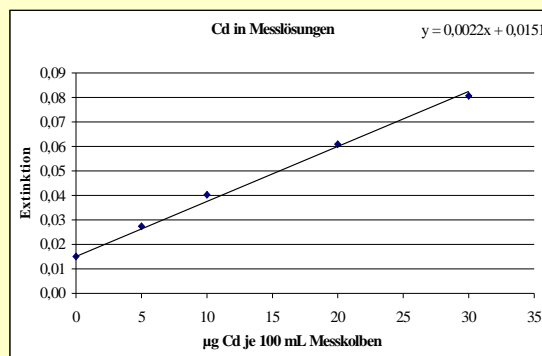
Messlösungen werden mit AAS gemessen.



### 4. Auswertung der Cd-Bestimmung

Messlösungen	Messwert Extinktion
1) Bleiprobe $0\mu\text{g}$	0,0151
2) Addition 1 $5\mu\text{g}$	0,0274
3) Addition 2 $10\mu\text{g}$	0,0403
4) Addition 3 $20\mu\text{g}$	0,0609
5) Addition 4 $30\mu\text{g}$	0,0807

In einer vorbereiteten Excel-Tabelle werden die Werte in der obigen Reihenfolge eingegeben und der Wert für die Extinktion der Probelösung ohne Cadmium-Standard-Zusatz als Schnittpunkt der Ausgleichsgeraden mit der y-Achse festgelegt. Aus der Geradengleichung lässt sich nun die Konzentration des Cadmiums in der Probelösung berechnen:



$$y = 0,00224x + 0,0151$$

$$x = -0,0151 / 0,00224$$

$$x = -6,7$$

→ Im Messkolben 1 sind  $6,7\mu\text{g Cd}$  enthalten.

Messkolben 1 enthält nur 1/10 der Probelösung.

→ Die Gesamtprobe enthält demnach  $m(\text{Cd})_{\text{gesamt}} = 67\mu\text{g Cd}$ .

Der Massenanteil beträgt  $w(\text{Cd}) = m(\text{Cd})_{\text{gesamt}} / m(\text{Einwaage})$

→  $w(\text{Cd}) = 0,067\text{ mg} / 100\text{ mg} \cdot 100\% = 0,067\%$