

Debreceni Egyetem
Szervetlen és Analitikai Kémiai Tanszék

A környezet analitika szervetlen kémiai módszerei

Összeállította:

Braun Mihály,
Hubay Katalin, Baranyai Edina, Harangi Sándor

2014

Környezet analitika szerves kémiai módszerei

2015/2016 II. félév

1. csoport	Bak Csilla Erdős László Dacsin Dániel
2. csoport	Győri Ágnes Krakomperger Márton Tóth István
3. csoport	Juhász Anna Kerekes Donát Sike Dávid

	1. csoport	2. csoport	3. csoport
Február 26.	1. Feladat	2. Feladat	6. Feladat
Március 4.	6. Feladat	1. Feladat	2. Feladat
Március 11.	2. Feladat	6. Feladat	1. Feladat
Március 18.	8. Feladat	8. Feladat	8. Feladat
Április 15.	4. Feladat	7. Feladat	5. Feladat
Április 22.	5. Feladat	3. Feladat	4. Feladat
Április 29.	3. Feladat	4. Feladat	7. Feladat
Május 6.	7. Feladat	5. Feladat	3. Feladat

1. Feladat

Hidrogénkarbonát- és karbonát-koncentráció meghatározása

A meghatározás elve

A lúgosság a vízben lévő savval titrálható anyagok mennyisége. Tiszta vizek esetében a lúgosságot a hidrogén-karbonátion és egyéb ionok (karbonát, szilikát, borát, stb.) adják. Szerves anyagokkal erősen szennyezett vizeknél a lúgosságban a fehérjék és egyéb bázikus tulajdonságú anyagok, ill. bomlástermékek (pl. peptidek, aminosavak) is szerepet játszhatnak. A meghatározás két sav-bázis titrálásból áll. A vízmintát először fenolftalein indikátor mellett titráljuk sósav mérőoldattal (*p-lúgosság* meghatározása), majd a titrálást tovább folytatjuk metilnarancs indikátor mellett (*m-lúgosság* meghatározása).

Szabad vagy fenolftalein (p) lúgosság: a fenti érték, ha a semlegesítést pH = 8,3-ig (a fenolftalein átcsapása) végezzük.

Összes vagy metilnarancs (m) lúgosság: a fenti érték, ha a semlegesítést pH = 4,5-ig (a metilnarancs átcsapása) végezzük.

A karbonát- és hidrogén-karbonát koncentrációját a p- és m-lúgosságból határozzuk meg. A karbonát- és hidrogén-karbonát ionok mennyiségét a fogyásokból az **1. táblázat** segítségével számítjuk. Feltétel, hogy a vízben más lúgosságot okozó ion nincs.

Indikátoros végpontjelzésnél a minta színe, ill. zavarossága zavarhat. Ilyenkor a végpontjelzést pH-metriásan is végezhetjük. Az aktív klór az indikátort roncsolhatja, a zavaróhatást néhány kristály nátrium-tioszulfát adagolásával szüntethetjük meg. Nagyobb mennyiségű karbonát esetében a felszabaduló szén-dioxid zavar, ilyenkor a szén-dioxidot a végponton ki kell forralni. Ha a víz szabad ásványi savat, vagy szerves bázist tartalmaz, a lúgosságból a hidrogén-karbonát és karbonát mennyisége nem számítható. A szilikát-, borát-, alumínát-, foszfát- és szulfidion az összes lúgosság meghatározását nem zavarja, de jelenlétükben az m-lúgosság és a hidrogén-karbonát-, karbonát- és hidroxid-ionok közötti összefüggés nem érvényes. A természetes vizekben előforduló metakovasav a meghatározást nem zavarja.

Sósav mérőoldat faktorának meghatározása

A sósav oldatot $0,1 \text{ mol/dm}^3$ KHCO_3 oldattal faktorozzuk. 1 cm^3 $0,1 \text{ mol/dm}^3$ KHCO_3 oldatra pontosan 1 cm^3 $0,1 \text{ mol/dm}^3$ sósav fogy. A meghatározáshoz 10 cm^3 reagens oldatot pipettázunk 250 cm^3 titrálólombikokba. 3 párhuzamos titrálást végzünk. Desztillált vízzel kb. 100 cm^3 -re hígítjuk az oldatokat. A titrálást metilnarancs indikátor mellett végezzük. Az átcsapási szín (vöröshagymahéj) megjelenésekor az oldatokat kiforraljuk, lehűtjük. Ha lehűtés után az indikátor átmeneti színe eltűnt, a titrálást tovább folytatjuk mindaddig, míg az átmeneti szín forralást követően is megmarad.

$$f = \frac{V_{\text{KHCO}_3}}{V_{\text{fogyás}}}, \text{ ahol}$$

$f =$ a $0,1 \text{ mol/dm}^3$ -es HCl mérőoldat faktora,

$V_{\text{kálium-hidrogén-karbonát}} =$ a bemért kálium-hidrogénkarbonát oldat térfogata cm^3 -ben,

$V_{\text{fogyás}} =$ a titrálás során fogyott sósavoldat térfogata cm^3 -ben.

A p- és m lúgosság meghatározása

Csapvíz minta

Első lépés (p-lúgosság)

- 100 cm^3 térfogatú csapvizet mérünk 250 cm^3 térfogatú titrálólombikokba és 2-5 csepp fenolftalein indikátor oldatot adunk hozzá. 3 párhuzamost készítünk. Ha az oldatok rózsaszínűek lesznek, akkor a víznek szabad lúgossága (p-lúgosság) van.
- $0,1 \text{ mol/dm}^3$ sósav oldattal, fehér alátét fölött éppen szintelenre titráljuk a mintákat. A titrálást pH-metriásan is végezhetjük $8,3$ pH értékig.

$$p - \text{lúgosság (mg} \cdot \text{e}^3/\text{dm}^3) = \frac{b \cdot f \cdot 100}{V}, \text{ ahol}$$

p-lúgosság (p) $\text{mg e}^3/\text{dm}^3$

$b =$ a fogyott $0,1 \text{ mol/dm}^3$ sósavoldat cm^3 -ek száma fenolftalein indikátor mellett

$f =$ a sósav oldat faktora

$V =$ a meghatározáshoz használt minta térfogata (cm^3 -ben).

Második lépés (m-lúgosság)

- Azokhoz a 100 cm^3 mintákhoz, amelyek nem lettek a fenolftaleintől rózsaszínűek, ill. a p-lúgossághoz megtitrált mintákhoz 2-5 csepp metilnarancs indikátort adunk.

2. Az oldatokat $0,1 \text{ mol/dm}^3$ sósavval addig titráljuk, míg a metilnarancs színe hagymavörös átmeneti színre nem változik. Ekkor a mintákat kiforraljuk. Ha lehűtés után az indikátor átmeneti színe eltűnt, a titrálást tovább folytatjuk mindaddig, míg az átmeneti szín forralást követően is megmarad.

$$m - \text{lúgosság (mg} \cdot \text{e}^{\ominus} / \text{dm}^3) = \frac{a \cdot f \cdot 100}{V}, \text{ ahol}$$

m-lúgosság (m) mg e[⊖]/dm³-ben

a= a fogyott $0,1 \text{ mol/dm}^3$ sósavoldat cm³-ek száma metilnarancs indikátor mellett

f= a mérőoldat faktora

V= a meghatározáshoz használt minta térfogata (cm³).

Ismeretlen minta m-lúgosságának meghatározása

1. A kapott ismeretlen mintákat (2 db), egyenként, külön-külön maradéktalanul 100cm³-es mérőlombikokba mossuk 2x ioncserélt vízzel, és jelre töltjük, lezárjuk, homogenizáljuk. A 100 cm³ mintákat, 250 cm³ –es Erlenmeyer lombikba átmoszuk kevés desztillált vízzel, majd a mintákhoz 2-5 csepp metil narancs indikátort adunk hozzá.
2. Az oldatokat $0,1 \text{ mol/dm}^3$ sósavval addig titráljuk, míg a metil narancs színe hagyma vörös átmeneti színre nem változik. Ekkor a mintákat kiforraljuk. Ha lehűtés után az indikátor átmeneti színe eltűnt, a titrálást tovább folytatjuk mindaddig, míg az átmeneti szín a forralást követően is megmarad.

$$m - \text{lúgosság (mg} \cdot \text{e}^{\ominus} / \text{dm}^3) = \frac{a \cdot f \cdot 100}{V}, \text{ ahol}$$

m-lúgosság (m) mg e[⊖]/dm³-ben

a= a fogyott $0,1 \text{ mol/dm}^3$ sósavoldat cm³-ek száma metil narancs indikátor mellett

f= a mérőoldat faktora

V= a meghatározáshoz használt minta térfogata (cm³).

3. Az ismeretlen mintákra fogyott HCl mérőoldat térfogatát és az ismeretlen oldatok, m-lúgosság értékét valamint a mérőoldat faktorát kell leadni a gyakorlatot vezető tanárnak, valamint a jegyzőkönyvben feltüntetni.

A hidrogén-karbonát és karbonát koncentrációjának kiszámítása

Az m- és p- lúgosság közötti összefüggés alapján, az alábbi módon számíthatjuk ki a hidrokarbonát és karbonát ionok mennyiségét.

1. táblázat. Az m- és p- lúgosság átszámítása hidrokarbonát és karbonát koncentrációra

A p- és m-lúgosság viszonya	Hidrogén-karbonát mg eé/dm ³ (a)	Karbonát mg eé/dm ³ (b)
p = 0	m	0
2p < m	m-2p	2p
2p = m	0	2p
2p > m	0	2(m-p)
p = m	0	0

$$\text{HCO}_3^- \text{ mg eé/dm}^3 = a$$

$$\text{HCO}_3^- \text{ mg/dm}^3 = a \cdot 61$$

$$\text{CO}_3^{2-} \text{ mg eé/dm}^3 = b$$

$$\text{CO}_3^{2-} \text{ mg/dm}^3 = b \cdot 30$$

a - a hidrokarbonát ion mg·eé/dm³ értéke, amit a p és m kerekítetlen értékeiből a táblázat szerint számítunk ki.

b - a karbonát ion tartalom mg·eé/dm³ értéke, amit a p és m kerekítetlen értékeiből a táblázat alapján számítunk ki. Az értékek nem túl szennyezett felszíni vizek esetében a halobitás megítélésére elég pontosak.

2. Feladat

Kloridion meghatározása argentometriás módszerrel

A meghatározás elve

A kloridionokat tartalmazó oldatot ezüst-nitrát (AgNO_3) oldattal titráljuk. Indikátorként kálium-kromát (K_2CrO_4) használunk (Mohr szerinti módszer). A titrálás alatt előbb az oldhatatlanabb ezüst-klorid (AgCl) csapadék válik ki. Ha az oldatban lévő összes kloridot lecsaptuk, az AgNO_3 első fölöslegétől vörösbarna ezüst-kromát (Ag_2CrO_4) csapadék válik le, amiről a titrálás végpontja észrevehető. A titrálás egyenlete a következő:



A meghatározást pH 6,5-8,5 közötti kémhatású mintákon végezhetjük el. A savas, ill. lúgos mintákat semlegesíteni kell. A bromid- és jodid- ionok ekvivalens kloridként jelentkeznek (termásvizek kloridion koncentrációjának meghatározásakor ezt figyelembe kell venni). A szulfid-, tioszulfát-, szulfit- és cianidionok zavarják a meghatározást. Ortofoszfát ionok 25 mg/l-nél nagyobb mennyiségben ezüstoffoszfátként leválnak. Vas jelenléte ($\text{Fe} > 10 \text{ mg/l}$ esetén) a végpont észlelését megnehezíti, ilyen esetekben szükséges a minták hígítása.

A meghatározás menete

1. Az ezüst-nitrát oldat faktorát nátrium-klorid oldatra határozzuk meg. 5 cm^3 nátrium-klorid oldatot pipettázunk 250 cm^3 térfogatú lombikokba. Desztillált vízzel 100 cm^3 -re egészítjük ki őket, majd 1 cm^3 (~5csepp) kálium-kromát indikátort adunk hozzájuk. A mintákat olyan ezüst-nitrát mérőoldattal titráljuk, melynek 1 cm^3 -re 1 mg Cl^- ionnal reagál. 3 párhuzamos titrálást végzünk. Ekvivalencia ponton az oldat tartós vörösbarna színbe csap át. Az átmenet nem éles, egy jól titrált mintát készítünk összehasonlításra. Vigyázni kell, mert állás közben a csapadék színe megváltozik. Az átcsapási szín érzékelése személyenként változhat. Három párhuzamos titrálást végzünk, a számolásokhoz a három fogyás átlagát használjuk fel.
2. 250 cm^3 térfogatú titráló lombikokba 100 cm^3 térfogatú csapvizet mérünk és 1 cm^3 (~5csepp) kálium-kromát indikátort adunk hozzájuk. Az indikátor adagolását pipettával végezzük. A faktorozással azonos módon elvégezzük a Cl^- ion meghatározását.

3. Az ismeretlen minták kezelése:

A kapott ismeretlen mintákat (2 db), egyenként, külön-külön maradéktalanul 100cm³-es mérőlombikokba mossuk 2x ioncserélt vízzel, és jelre töltjük, lezárjuk, homogenizáljuk. A 100 cm³ mintákat, 250 cm³ –es Erlenmeyer lombikba kevés desztillált vízzel átmoszuk, majd a mintákhoz 1 cm³ (~5 csepp) kálium-kromát indikátort adunk. A faktorozással azonos módon elvégezzük a Cl⁻ ion meghatározását. (Beadandó a Cl⁻ ion koncentráció, a mérőoldat faktora és az ismeretlen mintákra fogyott mérőoldat térfogata.)

Számítások

Az ezüst-nitrát oldat faktorának kiszámítása

$$f = \frac{V_{\text{NaCl}}}{V_{\text{fogyás}}}, \text{ ahol}$$

f= az ezüst-nitrát oldat faktora,

V_{NaCl}= a bemért nátrium-klorid oldat térfogata cm³-ben,

V_{fogyás}= a titrálás során fogyott ezüst-nitrát oldat térfogata cm³-ben.

A mintaoldatok kloridion koncentrációjának kiszámítása

$$\text{Cl}^- \text{ mg/dm}^3 = \frac{f \cdot V_{\text{fogyás}}}{V_{\text{minta}}} \cdot 1000, \text{ ahol}$$

f= az ezüst-nitrát oldat faktora,

V_{fogyás}= a titrálásnál fogyott ezüst-nitrát mérőoldat térfogata cm³-ben,

V_{minta}= a bemért mintaoldat térfogata cm³-ben.

3. Feladat

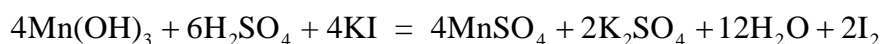
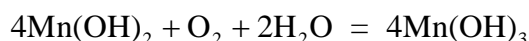
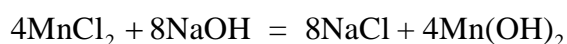
Felszíni vizek oldott oxigéntartalmának vizsgálata

A meghatározás elve

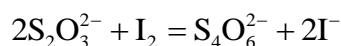
A természetes vizek oldott oxigéntartalma jelentősen befolyásolhatja a vízben végbemenő folyamatokat. Ipari alkalmazásoknál pedig a korrózió szempontjából lehet fontos a vízben oldott oxigén mennyiségének ismerete. A gyakorlaton a Winkler féle oldott oxigén meghatározás Maucha Rezső által módosított "félmikro" változatát ismertetjük. Ennek végrehajtása terepen is egyszerűen kivitelezhető.

A lúgos közegben leválasztott mangán(II)-hidroxid a vízben oldott oxigént nagyobb oxidációs számú mangán-hidroxo vegyületek képződése közben pillanatszerűen köti meg. Az oldat átsavanyítása után a nagyobb oxidációs számú mangán a jodidionokat ekvivalens mennyiségben jóddá oxidálja, miközben mangán(II)-ionná redukálódik. A kivált és a vízben oldott oxigénnel egyenértékű jódot nátrium-tioszulfát oldattal mérjük keményítő indikátor jelenlétében.

Az oldott oxigén lecsapásakor végbemenő folyamatok:



A kivált jód a titrálás során a tioszulfáttal az alábbi egyenlet szerint reagál:



Ez az eljárás csak nitritmentes, és elhanyagolható mennyiségű szerves anyagot tartalmazó vizekben használható. A meghatározás megbízhatósága szempontjából fontos a mintavétel. A kémszerek hozzáadásakor a levegő oxigénjéből még nyomnyi mennyiség sem kerülhet a vizsgálandó vízbe. Ezért szilárd vegyszereket, ill. tömény oldatokat használunk.

Esetünkben a reagenseket szilárd formában adjuk a mintához, ezért nem kell ismernünk az edény térfogatát. Az edényből kivett ismert térfogatú rész titrálását híg tioszulfát oldattal végezzük, melynek koncentrációját minden alkalommal gondosan ellenőrizni kell.

Mintavétel és meghatározás

A mintavételt 100-200 cm³ térfogatú, jól záródó csiszolattal ellátott üvegedényekkel végezzük. Fontos, hogy az üvegdugó alja gömbölyű legyen. Csiszoltos jódszám-lombikok használata esetén előfordul, hogy a dugó felületén bemélyedések vannak. Ez esetben az

edényt nem lehet buborékmentesen lezárni. Célszerű a mintavétel előtt minden egyes edényt kipróbálni, ill. direkt erre a célra készített üvegedényeket használni. Merített minta vételekor a vízmintát közvetlenül a csiszolatos üvegedénybe vesszük.

A vizsgálat első szakasza

1. Mintavételkor megmérjük a levegő és a víz hőmérsékletét. A hőmérsékletet legalább $0,1^{\circ}\text{C}$ pontossággal kell megadni.
2. A tiszta és száraz, csiszolt-dugós üvegedénybe 1-2 nagyobb üvegyöngyöt ejtünk, majd megtöltjük őket vízmintával (csapvíz).
3. A színültig töltött edényekbe spatula hegynyi mangán(II)-kloridot, majd kevés nátrium-hidroxid pasztillát ejtünk.
4. Az előre megnedvesített dugóval az edényeket buborékmentesen bedugaszoljuk. Ha buborékok maradnak benne, akkor új mintát kell vennünk!
5. Az edényekben kialakuló csapadékot lassú fel-le mozzgatással elegyítjük. Erőteljesen ne rázzuk, mert akkor az eredetileg pelyhes szerkezetű csapadék összetöredezik, és nehezen ülepedhetővé válhat. Az edényeket közvetlen napfénytől védett helyre állítjuk, hogy a csapadék ülepedjék. Ha az edényeket szállítanunk kell, akkor a dugót parafilmel rögzítjük, és az edényeket vödörbe állítva, víz alatt tartva szállítjuk a laboratóriumba.

A vizsgálat második szakasza

1. Leülepedés után az edényeket műanyag tálba állítjuk. Mindegyik edény dugóját kivesszük, és spatula hegynyi kristályos kálium-jodidot szórunk beléjük óvatosan, hogy a csapadék ne keveredjen fel. Ezután egyenként 5 cm^3 25%-os kénsavat pipettázunk az edényekbe, és hirtelen bedugjuk őket, mielőtt a nagy sűrűségű kénsav a csapadékot felkapná. Fontos, hogy az edény visszazárása buborékmentes legyen!!
2. Az edények fel-le mozzgatásával homogenizáljuk a tartalmukat. A kiváló jód sárgára festi az oldatot.
3. A dugókat kivesszük és a mintákból 50 cm^3 -t mérünk 100 cm^3 -es (vagy 250 cm^3) titráló lombikokba. Az oldatokat $0,005\text{ N}$ nátrium- tioszulfáttal titráljuk először világossárgáig, majd néhány csepp keményítő hozzáadása után színtelenig. Jód jelenlétében a keményítő indikátor kékre festi az oldatot. Mintánként két párhuzamos titrálást végzünk. A két párhuzamos titrálás között ideális esetben a különbség kisebb, mint $0,05\text{ cm}^3$.

A tioszulfát oldat faktorának meghatározása

1. A tioszulfát oldatot mindennap faktorozni kell. Ezt 0,01 N kálium-jodát oldattal végezzünk.
2. 5 cm³ 0,01 N kálium-jodát oldatot pipettázunk csiszolatos jódszámlombikba. Desztillált vízzel kb. 50 cm³-re hígítjuk, majd késhegynyi kálium-jodidot szórunk bele. Enyhe rázogatóással feloldjuk. Ezután 5 cm³ 25%-os kénsavat pipettázunk az edénybe, hirtelen bedugjuk és összerázzuk. Az oldatot 0,005 N nátrium- tioszulfáttal titráljuk először világossárgáig, majd néhány csepp keményítő hozzáadása után szintelenig. A faktort három párhuzamos titrálás átlagából számoljuk.

Az ismeretlen meghatározása

Az ismeretlen minták kezelése:

A kapott ismeretlen mintákat (2 db), egyenként, külön-külön maradéktalanul átmoszuk 50 cm³ es mérőlombikba. 2x ioncserélt vízzel. Utána öntsük át a csiszolatos jódszámlombikba, majd késhegynyi kálium-jodidot szórunk bele. Enyhe rázogatóással feloldjuk. Ezután 5 cm³ 25%-os kénsavat pipettázunk az edénybe, hirtelen bedugjuk és összerázzuk. Az oldatot 0,005 N nátrium- tioszulfáttal titráljuk először világossárgáig, majd néhány csepp keményítő hozzáadása után szintelenig.

Beadandó: Az ismeretlen mintára fogyott mérőoldat térfogata, a faktor, valamint a csapvíz oldott oxigén koncentrációja és oxigén telítettsége.

Számítások

A nátrium-tioszulfát oldat faktorának kiszámítása

$$f = \frac{2 \cdot V_{\text{kálium-jodát}}}{V_{\text{fogyás}}}, \text{ ahol}$$

f= a nátrium-tioszulfát oldat faktora,

V_{kálium-jodát}= a bemért kálium-jodát oldat térfogata cm³-ben,

V_{fogyás}= a titrálásnál fogyott nátrium-tioszulfát oldat térfogata cm³-ben.

Az oldott oxigén koncentrációjának kiszámítása

$$O_2 \text{ mg/dm}^3 = \frac{f \cdot V_{\text{fogyás}}}{V_{\text{minta}}} \cdot 40, \text{ ahol}$$

f = a nátrium-tioszulfát oldat faktora,

$V_{\text{fogyás}}$ = a titrálásnál fogyott nátrium-tioszulfát mérőoldat térfogata cm³-ben,

V_{minta} = a bemért mintaoldat térfogata cm³-ben.

Az oxigén-telítettség kiszámítása

Az oxigén-telítettség azt jelenti, hogy a vízben a mintavétel idején uralkodó körülmények között a levegővel egyensúlyban lévő oxigén mennyiségének hány százaléka van oldva. Az oxigén oldódása függ a hőmérséklettől és a légnyomástól. A gyakorlaton csak a hőmérséklettől való függést vesszük figyelembe, az alábbi táblázat segítségével. A hőmérsékletet 0,1°C pontossággal határozzuk meg, a táblázat adatai alapján az aktuális telítettséget interpolációval kell megállapítani.

1. táblázat. A légköri nyomású (101 kPa) levegővel érintkező vízben oldott oxigén koncentrációja különböző hőmérsékleteken.

°C	O ₂ (mg/dm ³)	°C	O ₂ (mg/ dm ³)	°C	O ₂ (mg/ dm ³)
0	14,16	10	10,92	20	8,84
1	13,77	11	10,67	21	8,68
2	13,40	12	10,43	22	8,53
3	13,05	13	10,20	23	8,38
4	12,70	14	9,98	24	8,25
5	12,37	15	9,76	25	8,11
6	12,06	16	9,56	26	7,99
7	11,76	17	9,37	27	7,86
8	11,47	18	9,18	28	7,75
9	11,19	19	9,01	29	7,64
10	10,92	20	8,84	30	7,53

Példa az interpolációra

Példánkban a víz hőmérséklete $18,3^{\circ}\text{C}$ volt. A táblázatból kikeressük a 18°C és a 19°C -hoz tartozó oldott-oxigén értékeket. Ha a hőmérséklet 18°C -ról 19°C -ra nő, akkor az oldott oxigén koncentrációja $9,18\text{ mg/l}$ -ről $9,01\text{ mg/l}$ -re csökken.

1°C hőmérsékletnövekedésre az O_2 koncentrációjának változása: $9,01-9,18 = -0,17\text{ (mg/l)}$

Esetünkben a keresett hőmérséklet $18,3-18,0 = 0,3^{\circ}\text{C}$ -kal tér el a táblázatban található értéktől. $0,3^{\circ}\text{C}$ hőmérsékletnövekedésre a változás a következő: $0,3 \cdot (-0,17) = -0,051$

$18,3^{\circ}\text{C}$ -on az oldott oxigén koncentrációja: $9,18-0,051 = 9,129\text{ mg/dm}^3$

Az értéket két tizedes pontosságra kerekítjük: $9,13\text{ mg/dm}^3$

Példa az oxigéntelítettség kiszámítására

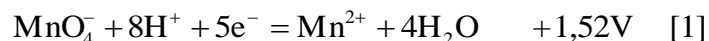
A $18,3^{\circ}\text{C}$ hőmérsékletű vízből vett mintából meghatároztuk az oldott oxigén koncentrációját, ez $8,43\text{ mg/dm}^3$ -nek adódott.

Az 1. táblázat adataiból interpolációval meghatároztuk, hogy ezen a hőmérsékleten, légköri nyomáson maximálisan $9,13\text{ mg}$ oxigén oldódhat vízben. Ezt az értéket tekintjük 100%-nak.

4. Feladat

A kémiai oxigénigény (KOI_{sMn}) meghatározása

A permanganátion erősen savanyú közegben nagy standardpotenciállal oxidál (1. egyenlet), ezért a kálium-permanganátból készült oldat alkalmas a redukálószer (pl. a természetes vizekben lévő szervesanyag) mérésére.



A reakciókörülményektől függően a rendszernek nemcsak standard redoxipotenciálja, hanem a reakciótermék is változik. Ezért a permanganát egyenértéktömege a redoxi-reakcióban az oldat kémhatásától függően a molekulatömeg egyötöde lesz.

A kálium-permanganát mérőoldat analitikai elterjedését annak is köszönheti, hogy a titrálás végén az első csepp mérőoldat felesleg élénk ibolya színe a végpontot külön indikátor nélkül jelzi. A mérőoldat hatóértéke a tárolás közben csökkenhet. Már mikromennyiségű szervesanyag szennyezés (pl. por) hatására részleges redukciót szenved. A redukció terméke, a mangán-dioxid pedig katalizálja a permanganátion bomlását. A bomlás autokatalitikus, a termelődő mangán-dioxid a bomlást tovább katalizálja. A fenti hibát csökkenthetjük azzal, hogy nem használunk frissen készült mérőoldatot. A használat előtt az oldatot kb. egy hétig állni hagyjuk. Ezalatt a bomlást okozó szervesanyagok oxidációja befejeződik. Az oldatban jelenlévő mangán-dioxidot üvegszűrőn megszűrve viszonylag állandó koncentrációjú mérőoldathoz jutunk. Ha sürgősen szükségünk van mérőoldatra, az egyhetes tárolást egy óráig tartó forralással helyettesíthetjük. A lehűlt oldatot üvegszűrőn megszűrve használjuk. Célszerű a mérőoldatot sötét üvegben tárolni, mert a bomlást a fény is elősegíti.

Fontos tudnivalók

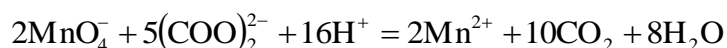
A kálium-permanganáttal savas közegben végzett közvetlen mérések legfontosabb tudnivalói a következők:

1. A meghatározás körülményei rögzítettek. Az oldatok koncentrációjára, a forralás időtartamára és az edények tisztaságára szigorúan ügyelni kell.
2. A természetes vizekből két féle kémiai-oxigénigény (KOI_{sMn}) határozható meg: a felrázott (a), és a szervesetlen szűrőn szűrt (b) minták oxigénigénye. Szűrésre csak zsugorított üvegszűrő, vagy üvegrost szűrőlap használható.
3. A módszerrel hígítás nélkül 10 mg/dm^3 , a maximálisan megengedett hígítással legfeljebb 100 mg/dm^3 oxigénigény határozható meg.

4. Erősen savanyú, halogenidmentes közegben titrálunk. Savanyításra a legtöbb esetben kénsavat, ritkábban perklórsavat használunk.
5. A reakcióelegyet 60-80°C-ra melegítjük.
6. A reakció sebességét mangán(II)-ionoknak MnSO_4 alakjában való hozzáadásával fokozhatjuk.
7. A titrálásra használt permanganát oldat koncentrációja általában a feladattól függően 0,1 N, 0,01 N, ill. 0,001 N.
8. Indikátorra az esetek többségében nincs szükség, mert a permanganát színe még 10^{-5} N oldatban (100 ml oldatra számított 1 csepp 0,1 N KMnO_4 oldat) is jól észlelhető.

A mérőoldat faktorának meghatározása

A faktor beállítására oxálsav oldatot használunk. A permanganátion savas közegben az oxaláttal az alábbi egyenletek szerint reagál:



1. Az oxálsav oldat titrálását meleg oldatban végezzük. A titrálás elején a permanganát színe megmarad, jelezve, hogy a permanganát- és az oxalátionok közötti reakció lassan indul meg. A titrálás előrehaladtával a reakció felgyorsul, indikálva, hogy a permanganát redukciója során keletkező mangán(II)-ionok az oxidációs reakciót katalizálják. A kezdeti, ún. indukciós periódust meggyorsíthatjuk, ha a titrálandó oldathoz kevés mangán(II)-sót adunk. A permanganát és az oxalát közötti reakció kis sebessége azzal magyarázható, hogy a mangánát-ion redukciója több lépésben megy végbe. A keletkező közbenső termékek közül egyesek nagyon lassan, mások gyorsan reagálnak az oxaláttal.
2. A kálium-permanganát oldat faktorát minden alkalommal ellenőrizzük. Ehhez 20 cm^3 0,01 N oxálsav oldatot 100 cm^3 -re hígítunk desztillált vízzel. 5 cm^3 25% kénsavat adunk az oldathoz, valamint néhány üveggyöngyöt, majd felforraljuk. Forrón titráljuk a 0,01 N KMnO_4 -oldattal. A faktort három párhuzamos titrálás átlagából számoljuk. Az oldat faktora nem lehet 1,1-nél nagyobb és 0,9-nél kisebb.

Meghatározás

1. Előzőleg savas kálium-permanganát oldattal kifőzött, másra nem használt, pormentes helyen tárolt 250 cm³-es Erlenmeyer lombikokba 100 cm³ mintát (csapvíz) mérünk. Szükség esetén a vízmintákat szűrjük.
3. Vakpróbát készítünk. 100 cm³ desztillált vizet mérünk 250 cm³-es Erlenmeyer lombikba és a mintákkal teljesen azonos módon kezeljük. Itt is három párhuzamos mintát készítünk.
4. A mintákhoz 5 cm³ 25%-os kénsavat adunk, majd néhány üvegyöngyöt ejtünk az oldatokba. Gyorsan forrásig hevítjük őket.
5. A forrásban lévő oldatokba 20 cm³ 0,01 N koncentrációjú KMnO₄ oldatot engedünk bürettából.
6. A lombikok szájára kis tölcsért helyezünk, és pontosan 10 percig egyenletes, enyhe forrásban tartjuk. Ha az elegy elszíntelenedik, vagy megbarnul, az eljárást kevesebb vízmintával megismételjük. Fontos, hogy a térfogatot ebben az esetben is 100 cm³-re egészítjük ki.
7. A pontosan 10 percig tartó forralást követően 20 cm³ 0,01 N koncentrációjú oxálsav oldatot pipettázunk a mintákhoz. Ha nem színtelenedik el azonnal az oldat, további melegítést igényel.
8. A forró színtelen elegyet 0,01 N KMnO₄-oldattal kezdő rózsaszínűre titráljuk. A fogyást feljegyezzük.
9. A vakpróbára is elvégezzük a három párhuzamos titrálást, és feljegyezzük a fogyások értékét.

Ismeretlen meghatározása

Az ismeretlen minták kezelése:

1. A kapott ismeretlen mintákat (2 db), egyenként, külön-külön maradéktalanul mossuk 100 cm³ es mérőlombikba. 2x ioncserélt vízzel, majd jelre töltjük, lezárjuk, homogenizáljuk.
2. Előzőleg savas kálium-permanganát oldattal kifőzött, másra nem használt, pormentes helyen tárolt 250 cm³-es Erlenmeyer lombikokba kevés desztillált vízzel maradéktalanul mossuk át a 100 cm³ mintát. Adjunk hozzá 5 cm³ 25 % -os kénsavat, néhány üvegyöngyöt, majd felforraljuk.
3. A forró színtelen elegyet 0,01 N KMnO₄-oldattal kezdő rózsaszínűre titráljuk. A fogyást feljegyezzük.

4. Beadandó: a faktor, az ismeretlenre fogyott mérőoldat térfogata, ill. a csapvíz kémiai oxigénigénye.

Számítások

A mérőoldat faktorának kiszámítása

$$f = \frac{V_{\text{oxálsav}}}{V_{\text{fogyás}}}, \text{ ahol}$$

f = a kálium-permanganát oldat faktora,

$V_{\text{fogyás}}$ = a titrálásnál fogyott mérőoldat térfogata cm^3 -ben,

$V_{\text{oxálsav}}$ = a bemért oxálsav oldat térfogata cm^3 -ben.

Kémiai oxigénigény kiszámítása

$$\text{KOI}_{\text{sMn}} \text{ O}_2 \text{ mg/dm}^3 = \frac{(V_{\text{fogyás}} - V_{\text{vak}}) \cdot f \cdot 80}{V_{\text{minta}}}, \text{ ahol}$$

$V_{\text{fogyás}}$ = az ismeretlen mintára fogyott KMnO_4 oldat térfogata cm^3 -ben

V_{vak} = a vakpróbára fogyott KMnO_4 oldat térfogata cm^3 -ben

f = a 0,01 N KMnO_4 oldat faktora

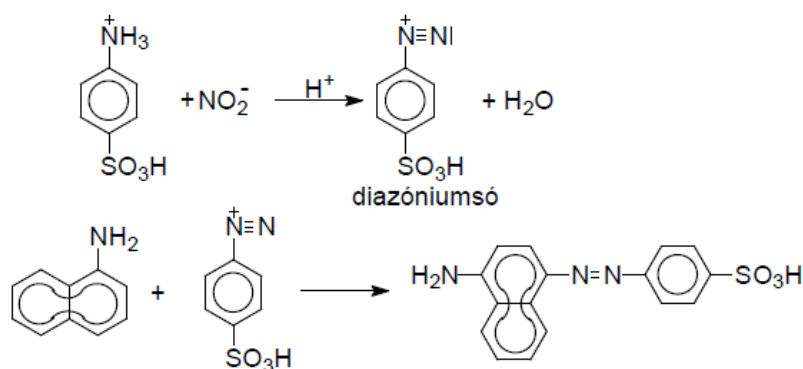
V_{minta} = a hígításra került minta térfogata (cm^3 -ben), hígítás nélkül $V=100 \text{ cm}^3$

5. Feladat

Nitrition meghatározása fotometriás módszerrel

A meghatározás elve

A nitritionok és a szulfanil-amid reakciójából savas közegben diazonium vegyület keletkezik, amely N-naftil-aminnal (NAD) piros színű azo-szinezékké alakul. Az oldat színintenzitása – meghatározott pH – értéken arányos a nitrition koncentrációjával.



1. ábra. Reakcióegyenlet

Standardoldat készítése

1. A standardoldatokat 50 mg/dm^3 nitrit koncentrációjú törzsoldatból készítjük el (2.táblázat). Előveszünk 6 db 50 cm^3 térfogatú mérőlombikot. A lombikokat az alábbi táblázatnak megfelelően jelöljük, és a megfelelő térfogatokat mérjük be a nitrit törzsoldatból automata pipettával.

2. táblázat: Standardoldatok készítéséhez szükséges bemérések

Oldat koncentráció NO_2^- (mg/dm^3)	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
Bemérés térfogata a törzsoldatból, cm^3	0,0	0,10	0,20	0,30	0,40	0,50

2. A lombikba kb. 25 cm^3 desztillált vizet töltünk, majd hozzáadunk $1,0 \text{ cm}^3$ szulfanil-amid oldatot, elegyítjük, és 5 perc állás után $1,0 \text{ cm}^3$ N-naftil-amin-oldatot (NAD) mérünk hozzá és azonnal elegyítjük, és jelig töltjük ioncserélt vízzel.

3. Az oldatok abszorbanciáját 20 perc várakozás után spektrofotométerrel mérjük, 520nm-en.
4. A mérési eredményeket táblázatba rendezzük. A nitrit koncentráció függvényében ábrázoljuk az 520 nm-en mért abszorbanciát. Egyenest illesztünk. Meghatározzuk az egyenes egyenletét.

A minták vizsgálata

1. A vizsgálatra kapott ismeretlen mintát 50 cm³-es mérőlombikba mossuk. Ügyeljünk rá, hogy a térfogat kb. 25,0 cm³ legyen.
2. Hozzáadunk 1,0 cm³ szulfanil-amid oldatot, elegyítjük, majd 5 perc állás után 1,0 cm³ N-naftil-amin-oldatot (NAD) mérünk hozzá és azonnal elegyítjük, és jelig töltjük ioncserélt vízzel.
3. Az oldatok abszorbanciáját 20 perc várakozás után spektrofotométerrel mérjük, 520 nm-en Az eljárás a 0,01-0,5 mg/dm³ közötti NO₂⁻ koncentráció tartományban használható.
4. A kalibrációs egyenes egyenletének használatával kiszámítjuk az ismeretlen minta nitrit koncentrációját. A számításoknál az 50 ml térfogatra töltött minta koncentrációját kell figyelembe venni!

6. Feladat

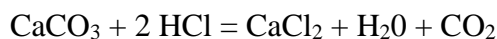
A talaj szénsavas mésztartalmának meghatározása kalciméterrel

A meghatározás elve

A CaCO_3 jelenléte vagy hiánya, kilúgozása és felhalmozódása, mennyisége és eloszlása a talajszelvényben a talajtípus egyik fontos ismertetője. Jelenléte kisebb mennyiségben kedvezően befolyásolja a talaj fizikai és kémiai tulajdonságait. A túlságosan nagy mennyiségű CaCO_3 fiziológiailag szárazzá teszi a talajt. A talajban talált CaCO_3 hatékonysága nagyrészt attól függ, hogy milyen finom eloszlásban van jelen. Nagyobb mennyiségű finom eloszlású mész (ún. fiziológiás mész) a növényeknél klorózt idézhet elő, elsősorban a vas és a mangán lekötése miatt. A növényélettani vonatkozásokon túl a mész kedvezően alakítja a talajok szerkezetességét és a talaj szerkezeti elemeinek stabilitását. A talaj szerkezetén keresztül a megfelelő mészállapot kedvezően befolyásolja a talajok víz-, hő-, és levegőgazdálkodását, valamint ezen keresztül a tápelemek feltáródásához elengedhetetlen mikrobiológiai folyamatokat. A talajok szénsavas mésztartalma alapvetően befolyásolja azok kémhatását, így a különböző tápelemek felvehetőségét is.

CaCO_3 -tartalom meghatározása kalciméterrel

A meghatározás elve, hogy erős savak hatására a kalcium-karbonátból szén-dioxid szabadul fel:

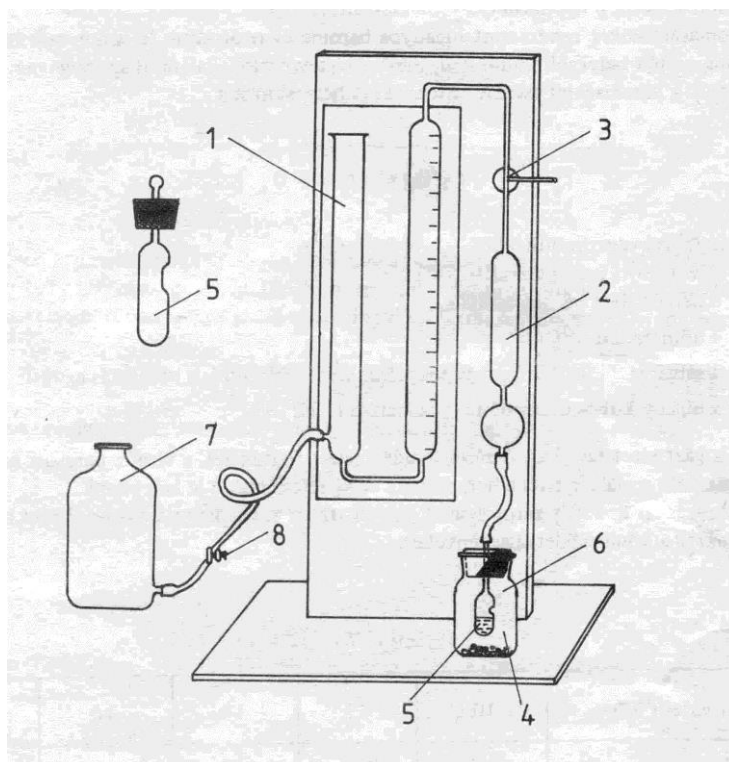


A CaCO_3 -ot 10%-os HCl-val elbontjuk és a fejlődő CO_2 -gáz térfogatát mérjük. Ebből számítjuk ki a CaCO_3 mennyiségét, amit %-osan adunk meg.

A talaj szénsavas mésztartalma alapján az alábbi kategóriákat különböztetjük meg (3.táblázat):

3. táblázat: A talaj szénsavas mésztartalmának határértékei

CaCO_3 (%)	CaCO_3 kategóriák
0	Mészhiányos
0,1-4,9	Gyengén meszes
5,0-19,9	Közepesen meszes
20-	Erősen (túlzottan) meszes



2. ábra: **A Scheibler-féle kalciméter**

(1. U-alakú cső; 3. három furatú csap; 4. reakcióedény;
5. savadagoló; 6. reakcióedény; 7. szintezőedény)

1. A vizsgálathoz 10,00 g légszáras talajmintát mérünk ki dörzsmozsárba és teljesen elporítjuk. A gyakorlaton általában három párhuzamos mintát készítünk el.

2. Az elporított talajmintából 2,00 g-ot mérünk be a reakcióedénybe (a minták mért tömegét 4 tizedes pontossággal jegyezzük fel).

3. A készülék savadagolójába (5) 5 ml 10%-os sósavat adunk (automata pipettával), majd a reakcióedényt a savtartó fölé szerelt gumidugóval elzárjuk. Az U alakú cső (1) háromfuratú csapját (3) olyan helyzetbe állítjuk, hogy a készülék légtere a külső légtérrel álljon összeköttetésben. 4. Ezután a szintező edény (7) emelésével a mérőcsőben (gázbüretta, 1) a zárófolyadékot a skála 0 pontjára állítjuk. A háromfuratú csapot (3) úgy forgatjuk el, hogy a készülék légtere a reakcióterrel kerüljön összeköttetésbe, majd a sósavat részletekben a bemért talajra adagoljuk.

5. A CO₂ fejlődés megindulásakor a zárófolyadék szintjét megfelelő mértékben csökkentjük. A reakcióedény többszöri rázogatóásával a CO₂ fejlődését elősegítjük. E műveletnél ügyeljünk arra, hogy a test hőmérséklete által okozott gáztérfogat változást elkerüljük, ezért a reakcióedényt ne tenyérbe tartsuk, hanem annak peremét három ujjal fogva rázogassuk.

6. A reakció befejeztével a folyadéknívót az U alakú cső két szárában pontosan kiegyenlítjük és leolvassuk a fejlődött CO₂ gáz térfogatát. A reakciót akkor tekintjük befejezettnek, ha a művelet után két perc múlva is egy ml-nél kevesebb CO₂ fejlődik. A mérés befejezésekor leolvassuk a légköri nyomás és hőmérséklet értékét is.

Számítások

A vizsgált talajminta szénsavas mésztartalmát CaCO₃(%)-ban kifejezve az alábbi összefüggés alapján számítjuk ki:

$$w(\text{CaCO}_3) = (V * f) / m,$$

ahol f az aktuális hőmérséklettől és nyomástól függő szorzószám (táblázatból),

V a fejlődött CO₂-gáz térfogata ml-ben

m a bemért talaj tömege g-ban.

Talajminták Arany-féle kötöttségi számának (K_A) meghatározása

A módszer elve

A fizikai talajféleség vizsgálatát legegyszerűbben az Arany-féle kötöttségi szám (K_A) meghatározásával végezhetjük. A K_A azt a 100 g légszáraz talajra vonatkoztatott vízmennyiséget adja meg, amelyet a vizsgált talaj a képlékenység és hígfolyósság határán tartalmaz. Mértéke elsősorban a talaj eliszapolható frakciójának (iszap- és agyagfrakció) mennyiségétől függ, ezért használható fel a fizikai talajféleség meghatározására.

A vizsgálat menete

1. Táramérlegben műanyagtálba vagy dörzsmozsárba mérünk 50 g talajmintát.
2. 50 ml-es bürettából állandó keverés közben addig adagolunk desztillált vizet a mintához, amíg talajunk a képlékenység és hígfolyósság határáig jut. A talajpép ekkor teljesen átnedvesedett, egynemű, csomómentes, a talaj az ún. fonalpróbát adja. Ezt úgy érzékeljük, hogy a talajpépből hirtelen kirántott és vízszintesen tartott dörzsmozsár törője, illetve az edényben lévő talajpépen talajkúp keletkezik és hegye lehajlik.

3. A sikeres fonálpróbát követően leolvassuk és feljegyezzük a fogyott desztillált víz mennyiségét. A csoport minden tagjának el kell végezni egy mérést.

Megjegyzés: Az edény falára és a keverőre tapadt talajpépet időnként célszerű letisztogatni az edény aljára, hogy ez a talajrész is erőteljesen átnedvesedjen.

A homokos és erősen humuszos talajok nem adják a fonálpróbát. Ezeknél addig adagoljuk a bürettából a vizet állandó eldolgozás mellett, míg a talajpép felülete nem csillog, vagy a talajpép az edény hirtelen megdőntésénél illetve ütésénél előre nem csúszik.

Arany-féle kötöttségi szám (K_A) kiszámítása

$$K_A = \frac{V_{(ml)}}{m_{(g)}} \cdot 100, \text{ ahol}$$

$V_{(ml)}$: A fogyott desztillált víz térfogata ml-ben

$m_{(g)}$: A bemért talajminta tömege g-ban

A fizikai talajféleség meghatározása

A K_A szám és a talaj szövete között ásványi talajok esetén jó összefüggés van (6. táblázat), így értékéből a talaj fizikai félesége meghatározható.

Megjegyzés: A sok humuszt, Na-sót vagy Na-iont tartalmazó talajok K_A értéke magas. A vas- és alumínium-hidroxidot tartalmazó talajok és a lösz nagyobb K_A értéket adnak. A vulkáni tufák málladékanak K_A -ja nem jellemző érték.

6. táblázat. A fizikai talajféleség és az Arany-féle kötöttségi szám közötti kapcsolat

A talaj szövete, fizikai félesége	K_A érték
Durva homok	25>
Homok	25-30
Homokos vályog	30-37
Vályog	37-42
Agyagos vályog	42-50
Agyag	50-60
Nehéz agyag	60<

7. Feladat

NH₃ kimutatása a labor légtéréből

A meghatározás elve

1. Mérjük ki mérőhengerrel 20 cm³ 1%-os kénsavat és öntsük a gázmosóba. 30 percen át buborékoltassunk át levegőt ismert sebességgel (A sebességet rotaméterrel mérjük, a pontos értéket jegyezzük fel.).

Eközben készítjük el a vizsgálatához szükséges standard oldatsorozatot.

Standardoldat készítése

2. Az 1000 mg/l koncentrációjú ammónia-oldatból hígítással készítsünk 50,0 cm³ 50,0 mg/l koncentrációjú ammónia-oldatot. A standard oldatokat az elkészített 50,0 mg/l koncentrációjú oldatból készítjük el.

4. táblázat: Ammónia kalibráló oldatokhoz szükséges koncentrációk és bemérések

Standard oldat koncentráció NH ₃ (mg/l)	0,0	0,1	0,2	0,5	1,0
Bemérés térfogata a törzsoldatból (cm ³)	0	0,1	0,2	0,5	1,0

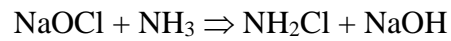
3. Az 50,0 mg/l koncentrációjú törzsoldatból 50 cm³-es mérőlombikokba mérjük az alábbi térfogatokat (4 .táblázat). A standard oldatokhoz 20 cm³ 1%-os kénsavat adagolunk, majd meg lúgosítjuk 1,00 cm³ 30%-os NaOH oldattal. Pipetázzunk hozzá 5,00 cm³ Indofenol „A” („A” oldat: nátrium-szalicilát + trinátrium-citrát + nátrium-nitrozo-pentaciano-ferrát(III))oldatot, és nagyon alaposan rázzuk össze. Ezután 5,00 cm³ Indofenol „B” oldatot („B” oldat: NaOH + HYPO NaOCl + NH₃ ⇒ NH₂Cl + NaOH) adjunk hozzá, majd töltsük jelig a lombikokat. Parafilmmel lezárva alaposan rázzuk össze a mérőlombikok tartalmát.

4. A 0,0 mg/l koncentrációjú NH₃ oldat lesz a vakpróba. A fentieknek megfelelően kezeljük, a többi oldattal együtt.

5. A 30 perc letelte után állítsuk le a buborékoltatást, és a gázmosó tartalmát kevés desztillált vízzel mossuk át egy 50 cm³-es mérőlombikba, adjunk hozzá 1,00 cm³ 30%-os NaOH oldatot illetve 5,00 cm³ Indofenol „A” oldatot és alapos összerázás után 5,00 cm³ Indofenol „B” oldatot pipetázzunk hozzá, és töltsük jelig a lombikot. Parafilmmel zárjuk le és alaposan rázzuk össze és 30 percig hagyjuk állni az oldatokat.

6. 30 perc után (ekkorra érik el az oldatok a végleges színüket) fotometriás méréssel, 665 nm-en készítsünk kalibrációs görbét, és állapítsuk meg a labor légterének ammóniatartalmát mg/m^3 értékben.

7. Ismételjük meg az előbbi mintavételt úgy, hogy a mérőhelytől kb. 1m távolságra helyezzünk el 1 percre egy nyitott ammóniás üveget. Majd az első mintavételnek és minta előkészítésnek megfelelően járjunk el.



8. Feladat

Növényi minták elemösszetételének vizsgálata

A meghatározás elve

A gyakorlaton növényi minták elemanalízisét végezzük el. A minták kálium koncentrációját Mikrohullámú Plazma Atomemissziós Spektrometriás (MP-AES) módszerrel határozzuk meg. A mintákat nedves roncsolással készítjük elő az analízishez. A minták szárítása és homogenizálása időigényes, ezért a gyakorlaton előre előkészített (szárított és darálással homogenizált) növényi minták elemanalízisére kerül sor. A nedves feltárás (roncsolás) a szerves nitrogén és foszforvegyületek alapvető előkészítési módszere, de sok más elem meghatározása szempontjából is gyakran megbízható. Erős oxidálószerként koncentrált salétromsavat használunk. A reagensek lehetnek nyomelemmel szennyezettek, ezért legalább alt. (analitikailag legtisztább) minőségű vegyszereket kell használnunk, és minden esetben kontroll mintát (vakot) kell készítenünk.

A nedves feltárást végezhetjük Kjeldahl-lombikban, roncsoló csövekben, Erlenmeyer-lombikban, vagy főzőpohárban is. Roncsolásra gyakran használunk salétromsavat és hidrogén-peroxidot. A habzás elkerülése végett a növényi mintára először a salétromsavat mérjük rá, majd később cseppenként a hidrogén-peroxidot. A hidrogén-peroxid adagolásakor a minták meggyulladhatnak. Ezt elkerülhetjük, ha a mintákhoz a peroxid adagolása előtt kevés desztillált vizet adunk. A mintákat óvatosan, kevergetve melegítjük, nem engedjük szárazra párolódni.

Végrehajtandó feladatok

Növényi minták roncsolása atmoszférikus nyomáson (100°C), majd a kálium koncentrációjának meghatározása MP-AES módszerrel. A nedves feltárás a növényi anyag oxidálását jelenti savak elegyével. A nedves feltárás gyorsabb folyamat, mint a hamvasztás, de állandó felügyeletet igénylő művelet.

Biztonsági utasítások: Tömény savak szájjal történő pipettázása, ill. automata pipettával való felszívása szigorúan tilos! Csak az erre a célra gyártott saválló diszpenzert, vagy mérőhengert használjunk! Védőszemüveg használata kötelező! A salétromsav adagolást, roncsolást, szűrést vegyifülke alatt kell végezni.

1. Előkészítünk 6 db 100 cm^3 térfogatú Erlenmeyer lombikot, melyeket sorszámokkal látunk el. Öt lombikba $0,1\text{ g}$ mintát mérünk analitikai mérlegen, a hatodik (üresen hagyott) lombik lesz a vak.
2. A lombikokba 5 cm^3 65% (m/m) salétromsavat adagolunk diszpenzerrel. A vakmintába is bemérjük a fenti savmennyiséget. Ez lesz a kontroll minta, mellyel a sav szennyezettségét ellenőrizzük.
3. A lombikokat a vegyifülke alatt elhelyezett fűtött lapra, vagy homokfürdőre helyezzük. A lap, ill homokfürdő hőmérséklete $100\text{-}120^\circ\text{C}$. A roncsolás kezdetén erős habzás léphet fel. Ha a habképződés megindul, az edényt a roncsolólapról levesszük, és a fülke alatt hűlni hagyjuk. Ha a hab visszahúzódott, az edényt ismét a roncsolólapra helyezzük.
4. A roncsolást addig folytatjuk, amíg az edényben lévő minta fel nem oldódik (kb.20-30 min.). Ha a nitrózus gázok képződése megszűnt, a mintákat néhány percig hűlni hagyjuk, majd óvatosan kevés desztillált vizet ($2\text{-}3\text{ cm}^3$) és 1 cm^3 30% (m/m) H_2O_2 -ot adagolunk a lombikokba. A mintákat tovább melegítjük. A pezsgés rövid időn belül megszűnik, az oldatok kitisztulnak.
5. Lehűlésüket követően a lombikok tartalmát 250 cm^3 mérőlombikba szűrjük. A szűrőpapírt előzőleg $0,1\text{ mol/dm}^3$ salétromsavval mossuk át.
6. A szűrőpapíron összegyűlt oldás maradékot $0,1\text{ mol/dm}^3$ salétromsavval átmoszuk, majd a lombikot jelig töltjük. A lezárt lombik tartalmát rázással homogenizáljuk.
7. Az így elkészített oldatok kálium koncentrációját MP-AES módszerrel határozzuk meg.

A minták kálium koncentrációjának meghatározása MP-AES módszerrel

Standard oldatok készítése

Elemanalitikai mérésekhez 1000 mg/dm^3 koncentrációjú standardoldatokat hoznak forgalomba, rendszerint $100\text{-}500\text{ cm}^3$ térfogatú folyadék üvegekben. Mivel ezek az oldatok igen drágák, csak a szükséges mennyiséget használjuk fel! A standard oldatot tartalmazó gyári üvegbe sohasem nyúlunk bele semmilyen eszközzel, hogy az esetleges szennyeződést elkerüljük. A törzsoldat kis részletét előzőleg másra nem használt, tiszta és jól záródó műanyag edénybe töltjük. A szükséges mennyiségeket ebből mérjük ki mikropipettával.

1. Az 1000 mg/dm^3 kálium koncentrációjú, FLUKA gyártmányú standardból készítjük el a kalibráló oldatokat.
2. A törzsoldatból az 5.táblázatban található térfogatokat mérjük ki 100 cm^3 -es mérőlombikokba. A lombikokat $0,1 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú salétromsavval töltjük felig.

5. táblázat. Standardoldatok készítéséhez szükséges bemérések

Standard	vak	1	2	3	4	5
K koncentráció (mg/dm^3)	0	2	4	6	8	10
Bemérés térfogata a törzsoldatból (cm^3)	0	0,2	0,4	0,6	0,8	1

A mikrohullámú plazmás mérések a gyakorlatvezető által kijelölt helyen és készüléken folynak. A készülék működtetésének módját és körülményeit a helyszínen ismertetjük. A készülék beállítását a gyakorlat vezetője végzi.

1. A jegyzőkönyvbe jegyezzük fel a készülék beállításának paramétereit: elemzővonal, kiolvasási idő, porlasztógáz nyomása stb.
2. A standard- és mintaoldatok mérésekor minden esetben 5 alkalommal jegyezzük fel az intenzitás értékeket. A számításokhoz ezek átlagát használjuk fel.
3. A készülék optikai kalibrálást követően a standard oldatok intenzitását méri, majd a nedves roncsolással előkészített oldatokkal folytatja.

A mágnesesen gerjesztett mikrohullámú plazmaforrás nitrogén gázzal működik, amelyet a készülékhez kapcsolt generátor és kompresszor segítségével a laboratórium levegőjéből állítunk elő. A plazmaégő (torch) radiális állású, a megfigyelés azonban axiálisan történik. A kialakuló plazma hőmérséklete $5000\text{-}6000 \text{ K}$, a detektálást CCD detektor végzi. A háttérkorrekció a méréssel szimultán, a vonalakat leképezi és a vonal környezete is megjelenik a spektrumban. A program illesztett spektrummal számol, ami jó reprodukálhatóságot és alacsony jel/zaj viszonyt eredményez.

Számítások

1. Elsőként meg kell határozzuk a koncentráció/jel függvényt. Ábrázoljuk a standard oldatokra kapott intenzitás értékeket a koncentráció függvényében. Határozzuk meg az egyenes egyenletét.

2. Az egyenlet alapján számítsuk ki a minta és a vak oldatok kálium koncentrációját.
3. A minta tömegének (m), a mintából készített oldat térfogatának (V) és koncentrációjának (c_K) ismeretében számítsuk ki a minták kálium koncentrációját. Az eredményeket mg/kg-ban, száraz tömegre vonatkoztatva adjuk meg.

$$K \text{ (mg/kg)} = \frac{(K_{\text{Minta}} - K_{\text{vak}}) \cdot V}{m_{\text{minta}}}$$

A kálium koncentrációját mg/dm³-ben, a minta tömegét g-ban, a mintaoldat térfogatát cm³-ben kell a képletbe behelyettesíteni