

Debreceni Egyetem

Szervetlen és Analitikai Kémiai Tanszék

# A környezet analitika szervetlen kémiai módszerei

Összeállította:

Braun Mihály,  
Hubay Katalin, Baranyai Edina, Harangi Sándor

2013

**Környezet analitika szerves kémiai módszerei**

2013/2014 I. félév

<b>1. csoport</b>	Torma András Péter István János Szabó Ákos Ábrán Szabina	Hetes: Okt. 11.
<b>2. csoport</b>	Sántha Judit Klára Szászi Éva Bettina Janó Gizella	Hetes: Okt. 18.
<b>3. csoport</b>	Herman Petra Tóth Kitti Sárándi Kitti Nagy Nikolett	Hetes: Okt. 25.
<b>4. csoport</b>	Jenei Iлона Edina Kunsági Nikoletta Sándor Evelin Kreszin Krisztina	Hetes: Nov. 8.
<b>5. csoport</b>	Tóth Csenge Lili Molnár Viktor Berényi Mónika Ecsedi Zsolt	Hetes: Nov. 15.
<b>6. csoport</b>	Bata Alexandra Molnár Vanda Éva Suta Bettina	Hetes: Nov. 22.
<b>7. csoport</b>	Molnár Ákos Máté Ujfalusi Péter Buda Áron	Hetes: Nov. 29.
<b>8. csoport</b>	Pap András Kovács Rajmund Schmidt Tamás	Hetes: Dec. 6.

	<b>1. csoport</b>	<b>2. csoport</b>	<b>3. csoport</b>	<b>4. csoport</b>	<b>5. csoport</b>	<b>6. csoport</b>	<b>7. csoport</b>	<b>8. csoport</b>
<b>Okt. 11.</b>	1. Feladat	2. Feladat	3. Feladat	4. Feladat	5. Feladat	6. Feladat	7. Feladat	8. Feladat
<b>Okt. 18.</b>	2. Feladat	3. Feladat	4. Feladat	5. Feladat	6. Feladat	7. Feladat	8. Feladat	1. Feladat
<b>Okt. 25.</b>	3. Feladat	4. Feladat	5. Feladat	6. Feladat	7. Feladat	8. Feladat	1. Feladat	2. Feladat
<b>Nov. 8.</b>	4. Feladat	5. Feladat	6. Feladat	7. Feladat	8. Feladat	1. Feladat	2. Feladat	3. Feladat
<b>Nov. 15.</b>	5. Feladat	6. Feladat	7. Feladat	8. Feladat	1. Feladat	2. Feladat	3. Feladat	4. Feladat
<b>Nov. 22.</b>	6. Feladat	7. Feladat	8. Feladat	1. Feladat	2. Feladat	3. Feladat	4. Feladat	5. Feladat
<b>Nov. 29.</b>	7. Feladat	8. Feladat	1. Feladat	2. Feladat	3. Feladat	4. Feladat	5. Feladat	6. Feladat
<b>Dec. 6.</b>	8. Feladat	1. Feladat	2. Feladat	3. Feladat	4. Feladat	5. Feladat	6. Feladat	7. 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  $0,1 \text{ mol/dm}^3$   $\text{KHCO}_3$  oldattal faktorozzuk.  $1 \text{ cm}^3$   $0,1 \text{ mol/dm}^3$   $\text{KHCO}_3$  oldatra pontosan  $1 \text{ cm}^3$   $0,1 \text{ mol/dm}^3$  sósav fogy. A meghatározáshoz  $10 \text{ cm}^3$  reagens oldatot pipettázunk  $250 \text{ cm}^3$  titrálólombikokba. 3 párhuzamos titrálást végzünk. Desztillált vízzel kb.  $100 \text{ cm}^3$ -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  $\text{cm}^3$ -ben,

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

### A p- és m lúgosság meghatározása

#### Csapvíz minta

#### Első lépés (p-lúgosság)

- $100 \text{ cm}^3$  térfogatú csapvizet mérünk  $250 \text{ cm}^3$  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 színtelenre titráljuk a mintákat. A titrálást pH-metriásan is végezhetjük 8,3 pH értékig.

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

p-lúgosság (p) mg eé/dm<sup>3</sup>

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

f= a sósav odat faktora

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

#### Második lépés (m-lúgosság)

- Azokhoz a  $100 \text{ cm}^3$  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 metilvörös 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<sup>⊖</sup>/dm<sup>3</sup>-ben

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

f= a mérőoldat faktora

V= a meghatározáshoz használt minta térfogata (cm<sup>3</sup>).

### Ismeretlen minta m-lúgosságának meghatározása

1. A kapott ismeretlen mintákat (2 db), egyenként, külön-külön maradéktalanul  $100 \text{ cm}^3$ -es mérőlombikokba mossuk  $2x$  ioncserélt vízzel, és jelre töltjük, lezárjuk, homogenizáljuk. A  $100 \text{ cm}^3$  mintákat,  $250 \text{ cm}^3$  –es Erlenmeyer lombikba átmoszuk, 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<sup>⊖</sup>/dm<sup>3</sup>-ben

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

f= a mérőoldat faktora

V= a meghatározáshoz használt minta térfogata (cm<sup>3</sup>).

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 <sup>3</sup> (a)	Karbonát mg eé/dm <sup>3</sup> (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/dm<sup>3</sup> értéke, amit a p és m kerekítetlen értékeiből a táblázat szerint számítunk ki.
- b - a karbonát ion tartalom mg·eé/dm<sup>3</sup> 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

### Klorid ion meghatározása argentometriás módszerrel

#### A meghatározás elve

A kloridionokat tartalmazó oldatot ezüst-nitrát ( $\text{AgNO}_3$ ) oldattal titráljuk. Indikátorként kálium-kromát ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ) használunk (Mohr szerinti módszer). A titrálás alatt előbb az oldhatatlanabb ezüst-klorid ( $\text{AgCl}$ ) csapadék válik ki. Ha az oldatban lévő összes kloridot lecsaptuk, az  $\text{AgNO}_3$  első fölöslegétől vörösarna ezüst-kromát ( $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$ ) 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-, szulfid- 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.  $5 \text{ cm}^3$  nátrium-klorid oldatot pipettázunk  $250 \text{ cm}^3$  térfogatú lombikokba. Desztillált vízzel  $100 \text{ cm}^3$ -re egészítjük ki őket. A mintákat olyan ezüst-nitrát mérőoldattal titráljuk, melynek  $1 \text{ cm}^3$ -re  $1 \text{ mg Cl}^-$  ionnal reagál. 3 párhuzamos titrálást végzünk. Ekvivalencia ponton az oldat tartós vöröses-barna 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.  $250 \text{ cm}^3$  térfogatú titráló lombikokba  $100 \text{ cm}^3$  térfogatú csapvizet mérünk és  $1 \text{ cm}^3$  (~5csepp) kálium-kromát indikátort adunk hozzájuk. Az indikátor adagolását pipettával végezzük. A faktorozással azonos módon elvégezzük a  $\text{Cl}^-$  ion meghatározását.

### 3. Az ismeretlen minták kezelése:

A kapott ismeretlen mintákat (2 db), egyenként, külön-külön maradéktalanul 100cm<sup>3</sup>-es mérőlombikokba mossuk 2x ioncserélt vízzel, és jelre töltjük, lezárjuk, homogenizáljuk. A 100 cm<sup>3</sup> mintákat, 250 cm<sup>3</sup> –es Erlenmeyer lombikba átmoszuk, majd a mintákhoz 1 cm<sup>3</sup> (~5 csepp) kálium-kromát indikátort adunk hozzá. A faktorozással azonos módon elvégezzük a Cl<sup>-</sup> ion meghatározását. (Beadandó a Cl<sup>-</sup> 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<sub>NaCl</sub>= a bemért nátrium-klorid oldat térfogata cm<sup>3</sup>-ben,

V<sub>fogyás</sub>= a titrálás során fogyott ezüst-nitrát oldat térfogata cm<sup>3</sup>-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<sub>fogyás</sub>= a titrálásnál fogyott ezüst-nitrát mérőoldat térfogata cm<sup>3</sup>-ben,

V<sub>minta</sub>= a bemért mintaoldat térfogata cm<sup>3</sup>-ben.

## 3. Feladat

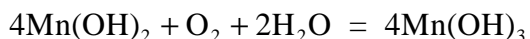
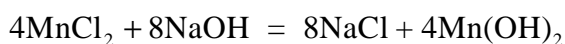
### Felszíni vizek oldott oxigéntartalmának vizsgálata

#### A meghatározás elve

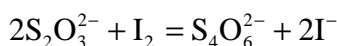
A természetes vizek oldott oxigéntartalma jelentősen befolyásolhatja a vízben végbemenő folyamatokat. Ipari alkalmazásoknál pedig a korrózió szempontjából lehet fontos a vízben oldott oxigén mennyiségének ismerete. A gyakorlaton a Winkler féle oldott oxigén meghatározás Maucha Rezső által módosított "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 cm<sup>3</sup> 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 üveggyöngyöt 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 mozgatóval 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 parafilmrel 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  $5\text{ cm}^3$  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 mozgásával homogenizáljuk a tartalmukat. A kiváló jódsárgára festi az oldatot.
3. A dugókat kivesszük és a mintákból  $50\text{ cm}^3$ -t mérünk  $100\text{ cm}^3$ -es titráló lombikokba. Az oldatokat  $0,005\text{ N}$  nátrium- tioszulfáttal titráljuk először világos sárgáig, 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 cm<sup>3</sup> 0,01 N kálium-jodát oldatot pipettázunk csiszolatos jódszámlombikba. Desztillált vízzel kb. 50 cm<sup>3</sup>-re hígítjuk, majd késhegynyi kálium-jodidot szórunk bele. Enyhe rázogatóással feloldjuk. Ezután 5 cm<sup>3</sup> 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 színtelenig. 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 cm<sup>3</sup> es mérőlombikba. 2x ioncserélt vízzel. Utána öntsük át a csiszolatos jódszámlombikba, majd késhegynyi kálium-jodidot szórunk bele. Enyhe rázogatóással feloldjuk. Ezután 5 cm<sup>3</sup> 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 színtelenig.

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,

$V_{\text{kálium-jodát}}$ = a bemért kálium-jodát oldat térfogata cm<sup>3</sup>-ben,

$V_{\text{fogyás}}$ = a titrálásnál fogyott nátrium-tioszulfát oldat térfogata cm<sup>3</sup>-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 cm<sup>3</sup>-ben,

$V_{\text{minta}}$  = a bemért mintaoldat térfogata cm<sup>3</sup>-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 <sub>2</sub> (mg/dm <sup>3</sup> )	°C	O <sub>2</sub> (mg/ dm <sup>3</sup> )	°C	O <sub>2</sub> (mg/ dm <sup>3</sup> )
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  $18^{\circ}\text{C}$  és a  $19^{\circ}\text{C}$ -hoz tartozó oldott-oxigén értékeket. Ha a hőmérséklet  $18^{\circ}\text{C}$ -ról  $19^{\circ}\text{C}$ -ra nő, akkor az oldott oxigén koncentrációja  $9,18\text{ mg/l}$ -ről  $9,01\text{ mg/l}$ -re csökken.

$1^{\circ}\text{C}$  hőmérsékletnövekedésre az  $\text{O}_2$  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**

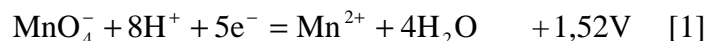
A  $18,3^{\circ}\text{C}$  hőmérsékletű vízből vett mintából meghatároztuk az oldott oxigén koncentrációját, ez  $8,43\text{ mg/dm}^3$ -nek adódott.

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

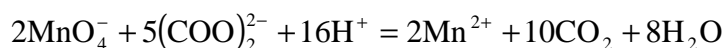
A kálium-permanganáttal savas közegben végzett közvetlen mérések legfontosabb tudnivalói a következők:

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  $10 \text{ mg/dm}^3$ , a maximálisan megengedett hígítással legfeljebb  $100 \text{ mg/dm}^3$  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  $\text{MnSO}_4$  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  $\text{KMnO}_4$  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  $20\text{ cm}^3$  0,01 N oxálsav oldatot  $100\text{ cm}^3$ -re hígítunk desztillált vízzel.  $5\text{ cm}^3$  25% kénsavat adunk az oldathoz, valamint néhány üveggyöngyöt, majd felforraljuk. Forrón titráljuk a 0,01 N  $\text{KMnO}_4$ -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 cm<sup>3</sup>-es Erlenmeyer lombikokba 100 cm<sup>3</sup> mintát (csapvíz) mérünk. Szükség esetén a vízmintákat szűrjük.
3. Vakpróbát készítünk. 100 cm<sup>3</sup> desztillált vizet mérünk 250 cm<sup>3</sup>-es Erlenmeyer lombikba és a mintákkal teljesen azonos módon kezeljük. Itt is három párhuzamos mintát készítünk.
4. A mintákhoz 5 cm<sup>3</sup> 25%-os kénsavat adunk, majd néhány üvegyöngyöt ejtünk az oldatokba. Gyorsan forrásig hevítjük őket.
5. A forrásban lévő oldatokba 20 cm<sup>3</sup> 0,01 N koncentrációjú KMnO<sub>4</sub> 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 cm<sup>3</sup>-re egészítjük ki.
7. A pontosan 10 percig tartó forralást követően 20 cm<sup>3</sup> 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 KMnO<sub>4</sub>-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 cm<sup>3</sup> es mérőlombikba. 2x ioncserélt vízzel, majd jelre töltjük., lezárjuk, homogenizáljuk.
2. Előzőleg savas kálium-permanganát oldattal kifőzött, másra nem használt, pormentes helyen tárolt 250 cm<sup>3</sup>-es Erlenmeyer lombikokba mossuk maradéktalanul a 100 cm<sup>3</sup> mintát.
3. A forró színtelen elegyet 0,01 N KMnO<sub>4</sub>-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  $\text{cm}^3$ -ben,

$V_{\text{oxálsav}}$  = a bemért oxálsav oldat térfogata  $\text{cm}^3$ -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  $\text{KMnO}_4$  oldat térfogata  $\text{cm}^3$ -ben

$V_{\text{vak}}$  = a vakpróbára fogyott  $\text{KMnO}_4$  oldat térfogata  $\text{cm}^3$ -ben

$f$  = a 0,01 N  $\text{KMnO}_4$  oldat faktora

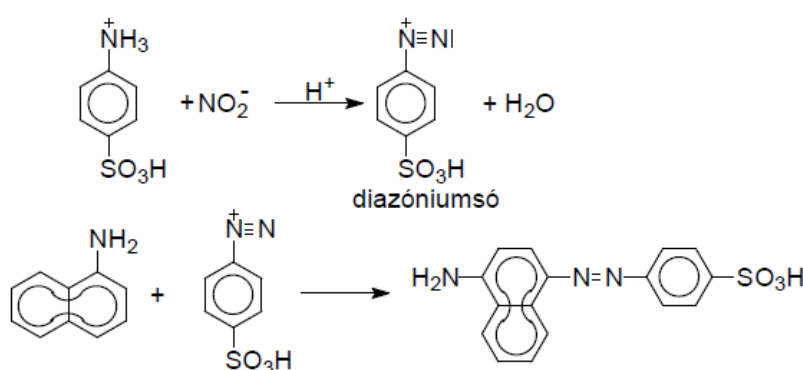
$V_{\text{minta}}$  = a hígításra került minta térfogata ( $\text{cm}^3$ -ben), hígítás nélkül  $V=100 \text{ cm}^3$

## 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 koncentrációval.



1. ábra. Reakcióegyenlet

#### Standardoldat készítése

1. A standardoldatokat  $50 \text{ mg/dm}^3$  nitrit koncentrációjú törzsoldatból készítjük el (2.táblázat). Előveszünk 6 db  $50 \text{ cm}^3$  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 $\text{NO}_2^-$ ( $\text{mg/dm}^3$ )	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
Bemérés térfogata a törzsoldatból, $\text{cm}^3$	0,0	0,10	0,20	0,30	0,40	0,50

2. A lombikba kb.  $25 \text{ cm}^3$  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 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikba mossuk. Ügyeljünk rá, hogy a térfogat kb. 25,0 cm<sup>3</sup> legyen.
2. Hozzáadunk 1,0 cm<sup>3</sup> szulfanil-amid oldatot, elegyítjük, majd 5 perc állás után 1,0 cm<sup>3</sup> 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, 540 nm-en. Az eljárás a 0,01-0,5 mg/dm<sup>3</sup> közötti NO<sub>2</sub><sup>-</sup> 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

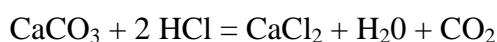
### A talaj szénsavas mésztartalmának meghatározása kalciméterrel

#### A meghatározás elve

A  $\text{CaCO}_3$  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  $\text{CaCO}_3$  fiziológiailag szárazzá teszi a talajt. A talajban talált  $\text{CaCO}_3$  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.

#### $\text{CaCO}_3$ -tartalom meghatározása kalciméterrel

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



A  $\text{CaCO}_3$ -ot 10%-os HCl-val elbontjuk és a fejlődő  $\text{CO}_2$ -gáz térfogatát mérjük. Ebből számítjuk ki a  $\text{CaCO}_3$  mennyiségét, amit %-osan adunk meg.

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

3. táblázat: A talaj szénsavas mésztartalmának határértékei

$\text{CaCO}_3$ (%)	$\text{CaCO}_3$ kategóriák
0	Mészhiányos
0,1-4,9	Gyengén meszes
5,0-19,9	Közepesen meszes
20-	Erősen (túlzottan) meszes



6. A reakció befejeztével a folyadéknívót az U alakú cső két szárában pontosan kiegyenlítjük és leolvassuk a fejlődött CO<sub>2</sub> gáz térfogatát. A reakciót akkor tekintjük befejezettnek, ha a művelet után két perc múlva is egy ml-nél kevesebb CO<sub>2</sub> fejlődik. A mérés befejezésekor leolvassuk a légköri nyomás és hőmérséklet értékét is.

### **Számítások**

A vizsgált talajminta szénsavas mésztartalmát CaCO<sub>3</sub>(%)-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 CO<sub>2</sub>-gáz térfogata ml-ben

m a bemért talaj tömege g-ban.

## **Talajminták Arany-féle kötöttségi számának (K<sub>A</sub>) meghatározása**

### **A módszer elve**

A fizikai talajféleség vizsgálatát legegyszerűbben az Arany-féle kötöttségi szám (K<sub>A</sub>) meghatározásával végezhetjük. A K<sub>A</sub> azt a 100 g légszáraz talajra vonatkoztatott vízmennyiséget adja meg, amelyet a vizsgált talaj a képlékenységi és hígfolyóssági határan 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 képlékenységi és hígfolyóssági 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 keverőboton, illetve az edényben lévő talajpépen talajkúp keletkezik és hegye lehajlik.

3. A sikeres fonálpróbát követően leolvassuk és feljegyezzük a fogyott desztillált víz mennyiségét.

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

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 megdöntésénél 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

### NH<sub>3</sub> kimutatása a labor légtéréből

#### A meghatározás elve

1. Mérjük ki mérőhengerrel 20 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup> 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 <sub>3</sub> (mg/l)	0,0	0,1	0,2	0,5	1,0
Bemérés térfogata a törzsoldatból (cm <sup>3</sup> )	0	0,1	0,2	0,5	1,0

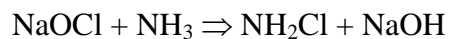
3. Az 50,0 mg/l koncentrációjú törzsoldatból 50 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikokba mérjük az alábbi térfogatokat (4 .táblázat). A standard oldatokhoz 20 cm<sup>3</sup> 1%-os kénsavat adagolunk, majd meg lúgosítjuk 1,00 cm<sup>3</sup> 30%-os NaOH oldattal. Pipetázzunk hozzá 5,00 cm<sup>3</sup> Indofenol „A” („A” oldat: nátrium-szalicilát + trinátrium-citrát + nátrium-nitrozo-pentaciano-ferrát(III))oldatot, és nagyon alaposan rázzuk össze. Ezután 5,00 cm<sup>3</sup> Indofenol „B” oldatot („B” oldat: NaOH + HYPO NaOCl + NH<sub>3</sub> ⇒ NH<sub>2</sub>Cl + NaOH) adjunk hozzá, majd töltsük jelig a lombikokat. Parafilmmel lezárva alaposan rázzuk össze a mérőlombikok tartalmát.

4. A 0,0 mg/l koncentrációjú NH<sub>3</sub> 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 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikba, adjunk hozzá 1,00 cm<sup>3</sup> 30%-os NaOH oldatot illetve 5,00 cm<sup>3</sup> Indofenol „A” oldatot és alapos összerázás után 5,00 cm<sup>3</sup> 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  $\text{mg/m}^3$  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  $100\text{ cm}^3$  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  $5\text{ cm}^3$  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  $1\text{ cm}^3$  30% (m/m)  $\text{H}_2\text{O}_2$ -ot adagolunk a lombikokba. A mintákat tovább melegítjük. A pezsgés rövid időn belül megszűnik, az oldatok kitisztulnak.
5. Lehűlésüket követően a lombikok tartalmát  $250\text{ cm}^3$  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  $1000\text{ mg/dm}^3$  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  $1000 \text{ mg/dm}^3$  kálium koncentrációjú, FLUKA gyártmányú standardból készítjük el a kalibráló oldatokat.
2. A törzsoldatból az 5.táblázatban található térfogatokat mérjük ki  $100 \text{ cm}^3$ -es mérőlombikokba. A lombikokat  $0,1 \text{ mol/dm}^3$  koncentrációjú salétromsavval töltjük jelig.

**5. táblázat.** Standardoldatok készítéséhez szükséges bemérések

Standard	vak	1	2	3	4	5
K koncentráció ( $\text{mg/dm}^3$ )	0	2	4	6	8	10
Bemérés térfogata a törzsoldatból ( $\text{cm}^3$ )	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  $\text{mg/dm}^3$ -ben, a minta tömegét g-ban, a mintaoldat térfogatát  $\text{cm}^3$ -ben kell a képletbe behelyettesíteni