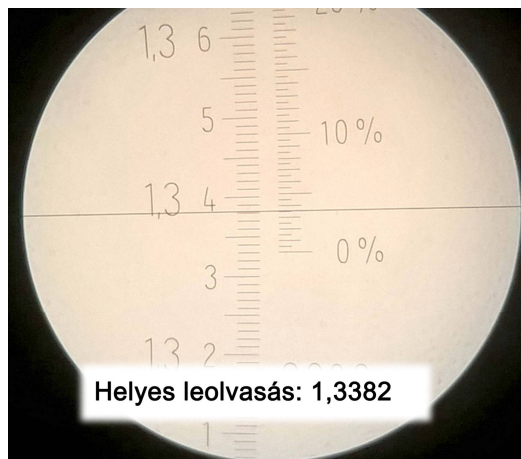
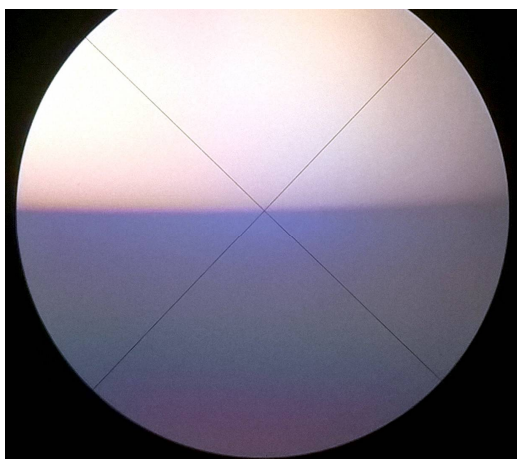


Anyagtartalom meghatározás Abbe-féle refraktométerrel

Eszközök: Refraktométer, 2 db 100 cm³-es mérőlombik, kis főzőpohár minta beméréshez, üvegbot, vizsgálati anyag (NaNO₃, NaCl, NH₄-acetát stb.)

A mérés menete

1. A vizsgálandó vegyületből 20,00 g-ot gyorsmérlegben bemérünk, ioncserélt vízben feloldjuk és egy 100 cm³-es mérőlombikba átmoszuk. Jelig töltjük, homogenizáljuk és beadjuk kivételre. Visszakapva újra jelig töltjük. Ez lesz a vizsgálandó minta.
2. Az adott vegyületből még egyszer bemérünk hasonló módon 20,00 g-ot, a kalibráló oldatsorozat elkészítéséhez. Felszerelünk két bürettát. Az egyikbe az előbb elkészített oldatot, a másikba ioncserélt vizet töltünk.
3. Tiszta száraz kémcsövekbe készítjük el az oldatsorozatot.
Az 1. kémcsőbe 2 cm³ oldatot és 8 cm³ ioncserélt vizet engedünk.
A 2. kémcsőbe 4 cm³ oldatot és 6 cm³ ioncserélt vizet engedünk.
A 3. kémcsőbe 6 cm³ oldatot és 4 cm³ ioncserélt vizet engedünk.
A 4. kémcsőbe 8 cm³ oldatot és 2 cm³ ioncserélt vizet engedünk.
(Az ioncserélt vízzel és a törzsoldattal együtt összesen 6 tagú lesz az oldatsorozat.)
4. A refraktométer prizmáját kinyitjuk, és ioncserélt vízzel lemossuk, majd szárazra töröljük. A vizsgálandó oldatból keveset a prizmára cseppentünk, majd a prizmát zárjuk. A prizmát mozgó kart addig forgatjuk, amíg a látómezőben a sötét és világos térrész meg nem jelenik. Ekkor a fonálkeresztet élesre állítjuk, az Amici-prizmát addig forgatjuk, amíg a választóvonal szürke színű nem lesz. Ezután a választó vonalat pontosan a fonálkereszt középre állítjuk. Ekkor olvassuk le a törésmutató értékét.



5. A prizmát szétnyitjuk, letöröljük és a következő oldatot töltjük bele. Végigmérjük az oldatsorozatot és megmérjük a vizsgálandó oldat törésmutatóját is.
6. A mérések végén a prizmákat lemossuk és szárazra töröljük.
7. A kapott adatokból kalibrációs egyenest szerkesztünk.

Beadandó

A kalibrációs diagram az ismeretlen oldat százalékos összetételével (az eredeti 20 g bemérésre vonatkoztatva).

Szalicilsav tartalom meghatározása fotometriás módszerrel

Szükséges eszközök

1 db 1000 cm³-es mérőlombik, 2 db 100 cm³-es mérőlombik, kvarcküvetta, 0,1 g/dm³ összetételű szalicilsav törzsoldat, spektrofotométer

A mérés menete

A törzsoldat elkészítése: gyorsmérlegen bemérünk 0,1 g szalicilsavat, majd ioncserélt vízzel 1000 cm³-es mérőlombikba mossuk. A lombikot 2/3-részig feltöltve rázogatással segítjük az oldódást (vagy ultrahangos mosóba helyezük 1-2 percre). A teljes oldódást követően a mérőlombikot jelre állítjuk, homogenizáljuk.

Beadandó egy 100 cm³-es mérőlombik az ismeretlen mintának és a bürettába töltött 0,1 g/dm³ szalicilsav törzsoldat. A mérőlombikot visszakapva, azt jelig töltjük.

Egy másik 100 cm³-es mérőlombikba 20 cm³-t mérünk be a 0,1 g/dm³ szalicilsav törzsoldatból, majd ezt is jelig töltjük. Ez az ismert összetételű viszonyító oldatunk.

Valamelyik oldatunkat a kvarc küvettaiba töltjük (A kvarc küvetta nagyon drága, igen óvatosan bánjunk vele, nehogy eltörjön!)

Meghatározzuk a szalicilsav elnyelési maximumát 260 – 340 nm hullámhossz intervallumban.

Beállítjuk a meghatározott hullámhossz-maximumot. Ioncserélt vizet töltve a küvettaiba, nullázunk (Zero)

Ezek után az ismert, majd az ismeretlen minta abszorbanciáját mérjük meg.

A mérés végeztével a készüléket kikapcsoljuk.

Kiszámítjuk az ismeretlen minta szalicilsav tartalmát mg/100 cm³ egységben.

(Mellékeljük a kinyomtatott elnyelési spektrumot is).

Vízben oldódó színezék abszorpció maximumának és összetételének meghatározása spektrofotometriás módszerrel

Szükséges eszközök

Színezék minta, 100 cm³-es mérőlombik, 6 db 250 cm³-es mérőlombik, kis főzőpohár - minta beméréshez, bemosó tölcser, üvegbot, buretta, műanyag küvetták, spektrofotométer

A mérés menete

Törzsoldat készítése: A kapott (választott) színezékből az üvegre ráírt mennyiséget (pl. 0,2 g/100 cm³) gyorsmérlegesen bemérjük és átmoszuk (többnyire) 100 cm³-es mérőlombikba és jelig töltjük.

Oldatsorozatot készítése: Büretta használatával 2-4-6-8-10 cm³ törzsoldatot mérünk egy-egy 250 cm³-es mérőlombikba. A lombikokat jelig töltjük, homogenizáljuk.

Az oldatsorozat legtöményebb tagjával meghatározzuk a színezék abszorpció-maximumát.

Színezékminta: A bürettába töltött törzsoldatot egy bürettába töltjük és egy 250 cm³-es mérőlombikkal együtt beadjuk. A visszakapott mérőlombikot jelig töltjük. Ez lesz az ismeretlen összetételű oldat.

A színezékminta összetételének meghatározása

Beállítjuk a meghatározott abszorpciós maximumot. A küvettába ioncserélt vizet töltve nullázunk. Ezek után a küvettába az oldatsorozat tagjait töltjük egymás után és megmérjük mindegyik fényelnyelését. Hasonló módon mérjük meg az ismeretlen minta abszorbanciáját is.

A kapott adatok segítségével kalibrációs egyenest készítünk. Az abszcisszára az összetételt, az ordinátára az abszorbancia értékeket mérjük fel. A pontokhoz egyenest illesztünk. Ennek segítségével határozzuk meg az ismeretlen minta összetételét.

Beadandó az ismeretlen színezékminta mennyisége mg/250 cm³-ben és a törzsoldatra vonatkoztatott cm³-ben is. Mellékelni kell az abszorpció maximum görbét (ha ez nem nyomtatható ki, akkor az abszorpciómaximumot).

A méréshez az UV Mini-1240 fotométert használjuk a kihelyezett kezelési leírása szerint.

Vas meghatározása (MSZ 448/4-83), tiocianátos módszerrel

Határkoncentráció: felszíni vízre 0,5 mg/dm³ ivóvízre: 0,2 mg/dm³

Mérési tartomány: 0,05 – 3,5 mg/dm³

Mérési elv: a háromértékű vasion savas közegben tiocianáttal piros színű vegyületet képez. Ha a tiocianát-koncentráció megfelelően nagy, akkor színintenzitás a vasion, illetve az eredeti minta összes vaskoncentrációjával arányos.

Reakcióegyenlet: $\text{Fe}^{3+} + 3 \text{SCN}^- = \text{Fe}(\text{SCN})_3$

Anyagok eszközök: vastörzsoldat 0,2 mg/ cm³, káliumtiocianát-oldat (másneven kálium-rodanid, 40 g/200 cm³), 5%-os H₂O₂-oldat és tömény HNO₃ cseppentőben fülke alatt.

100 cm³-es mérőlombikok, 250 cm³-es mérőlombik, 25 cm³-büretta, 25 cm³-es hasas pipetta, 100 cm³-es főzőpoharak, küvetta.

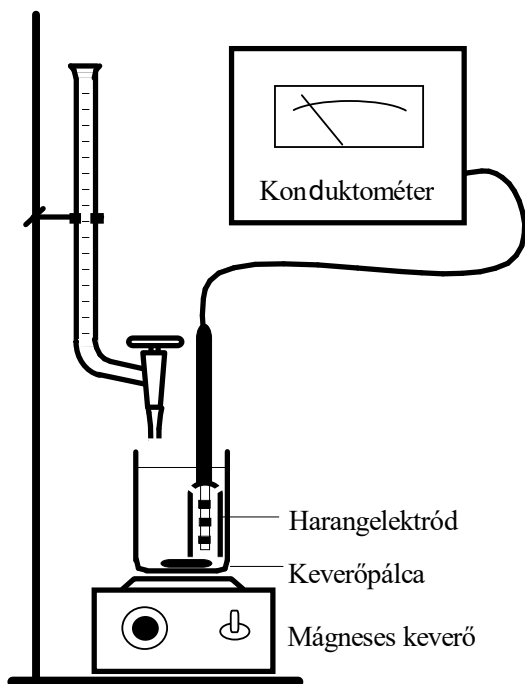
Minta: személyenként beadandó egy címkézett 100 cm³-es mérőlombik és a bürettába töltött munkaoldat.

Mérésmenet:

1. Munkaoldat: a vas törzsoldatból 25 cm³-t 250 cm³-es mérőlombikba mér, tíz csepp salétromsavval savanyít, ioncserélt vízzel jelre állít, homogenizál. A munkaoldat mindig friss legyen! 1 cm³ munkaoldat 20 µg Fe³⁺-iont tartalmaz.
2. A bürettába töltött munkaoldat, felcímkézett 100 cm³-es mérőlombik.
3. Oldatsorozat: bürettával kimér a 100 cm³-es mérőlombikokba: 0,0(vak) – 4,0 – 8,0 – 12,0 – 16,0 – 20,0 cm³ munkaoldatokat, ioncserélt vízzel kiegészíti kb. 50 cm³-re. A mintát az oldatsorozattal azonos módon készíti elő!
4. A minta és az oldatsorozat ioncserélt vízzel kiegészített oldataihoz (fülke alatt) hozzáad 2 csepp tömény HNO₃-at, 5 csepp 5%-os H₂O₂-ot és 1,0 cm³ tiocianát oldatot, majd ioncserélt vízzel jelig tölt, homogenizál.
5. A mintát és az oldatsorozatot 60 percen belül, 500 nm hullámhosszon, az azonos módon elkészített vakmintával szemben fotometrálja.
6. Kalibrációs egyenest készít táblázatkezelővel (Excel).

Beadandó: a szokásos jegyzőkönyvi elemeken kívül, a vasion koncentrációja mg/dm³ koncentrációban kifejezve, az Excelben készített kalibrációs egyenes (csoportonként egy példány).

Kénsav tartalom meghatározása NaOH mérőoldattal, vezetési titrálással



Eszközök: Konduktométer, vezetési elektród, mágneses keverő keverőpálca, buretta, burettaállvány, burettafogó, 250 cm³-es főzőpohár, 100 cm³-es mérőlombik, 20 cm³-es pipetta

Anyagok: 0,1 mol/dm³ koncentrációjú NaOH mérőoldat (pontos koncentrációját meg kell határozni – oxálsavra fenolftalein indikátor mellett*)

Reakcióegyenlet: $\text{H}_2\text{SO}_4 + 2 \text{NaOH} = \text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}$

Beadandó egy 100 cm³-es mérőlombik névvel ellátva az ismeretlen mintának.

A mintát jelig töltjük, homogenizáljuk, majd 20 cm³ mintát pipetázunk a főzőpohárba és beleteszünk egy keverőpálcát. Annyi ioncserélt vízzel hígítjuk, hogy a víz a harangelektrodot ellepje. Megindítjuk a keverést.

A mérőoldatot 1 cm³-enként adagoljuk. A mérőoldat minden részlete után várunk 5-10 másodpercet, míg a lejátszódik a reakció és a keverés a homogenizálja az oldatot. Ekkor feljegyezzük az oldat vezetését. A legkisebb vezetési adat után még 6-8 mérési pontot veszünk fel. Megszerkesztjük a titrálási görbét, a töréspontból meghatározzuk a fogyást, és kiszámítjuk a mintában található kénsav tömegét. Három párhuzamos mérés átlagával számolunk!

0,1 mol/dm³-es NaOH-oldat pontos koncentrációjának meghatározása kristályos oxálsavra

0,126 g körüli kristályvizes oxálsavat (H₂C₂O₄·2H₂O) analitikai mérlegen lemérünk, és egy Erlenmeyer-lombikba bemossuk. Kb. 50 ml ioncserélt vízben feloldjuk, két csepp fenolftalein indikátor hozzáadása mellett megtitráljuk a 0,1 mol/dm³ NaOH-oldattal. Három párhuzamos mérést végzünk.

$$c(\text{NaOH}) = \frac{1000 \cdot b}{63 \cdot V}, \text{ ahol } V \text{ a fogyás cm}^3\text{-ben, } b \text{ a bemért oxálsav tömege grammban.}$$

A három bemérésből számított fogyásokat átlagoljuk.

Foszforsav tartalom meghatározása, sav - bázis titrálással, potenciometrikus végpontjelzéssel

Eszközök: pH-mérő készülék, kombinált üvegelektrod, keverő keverőpálcával, buretta, burettaállvány, burettafogó, min. 200 cm³-es főzőpohár, 250 cm³-es mérőlombik, 25 cm³-es pipetta

Anyagok: 0,2 mol/dm³ koncentrációjú NaOH mérőoldat (pontos koncentrációját meg kell határozni!)

Reakcióegyenlet: $\text{H}_3\text{PO}_4 + \text{NaOH} = \text{H}_2\text{PO}_4^- + \text{H}_2\text{O}$ (első disszociációs lépés)

Beadandó egy 250 cm³-es mérőlombik ismeretlennek. Visszakapva jelig töltjük. Összeállítjuk a mérőhelyet. Bekapcsoljuk a pH/mV-mérő készüléket.

A készülék hitelesítése. Az elektrodokat a titráló pohárból kiemeljük, ioncserélt vízzel leöblítjük és papírvattával a ioncserélt vizet az elektrodok felületéről leitatjuk. A készülék hitelesítését egy pH = 4,0 közeli puffer segítségével végezzük el (+ pH = 7,0 pufferrel)

A készülék titráló poharába pipetázunk 25 cm³-t a foszforsav-tartalmú mintából. Belehelyezzük a mágneses keverőpálcát. Az elektrodokat az oldatba mártjuk úgy, hogy a keverőpálca ne tehessen kárt bennük. Szükség esetén ioncserélt vízzel hígítjuk. A mérőoldatot 1 cm³-enként adagoljuk. Minden alkalommal mérjük az oldat pH-ját és kiszámítjuk az előző méréshez képest a különbséget. Felvesszük a teljes titrálási görbét (mindkét lépcső) és ábrázoljuk milliméterpapíron. A foszforsav háromértékű sav, ennek megfelelően elvben három, gyakorlatban két egyenértékpont határozható meg. Az első kb. 4-5 pH értéknél, a második kb. 10-11 pH értéknél várható.

Az első mérés csak tájékozódó mérés. A második alkalommal az elektrodok lemosását követően ismét a készülék titráló poharába pipetázunk 25 cm³-t a foszforsav-tartalmú mintából. Az első egyenértékponthoz képest 1,5 cm³-rel kevesebb mérőoldatot engedünk az oldathoz, leolvassuk a pH-t, majd 0,1 cm³-enként adagoljuk a mérőoldatot. Minden mérésnél feljegyezzük a pH-t, és kiszámítjuk az előző méréshez képest a különbséget addig, amíg a különbségek csökkenni kezdenek. Az egyenértékpont a legnagyobb különbségértékhez tartozó fogyás lesz.

Kiszámítjuk az oldat foszforsav-tartalmát ($g_{\text{foszforsav}} / 250 \text{ cm}^3$) Az első egyenértékpont alapján a foszforsavval, mint egyértékű savval kell számolni!

Beadandó az oldat foszforsav tartalma (g/250 cm³-ben) és a teljes titrálási görbe is!

0,2 mol/dm³-es NaOH-oldat pontos koncentrációjának meghatározása kristályos oxálsavra

0,252 g körüli kristályvizes oxálsavat (H₂C₂O₄·2H₂O) analitikai mérlegen lemérünk, és egy Erlenmeyer-lombikba bemessük. Kb. 50 ml ioncserélt vízben feloldjuk, két csepp fenolftalein indikátor hozzáadása mellett megtitráljuk a 0,1 mol/dm³ NaOH-oldattal. Három párhuzamos mérést végzünk.

$$c(\text{NaOH}) = \frac{1000 \cdot b}{63 \cdot V}, \text{ ahol } V \text{ a fogyás cm}^3\text{-ben, } b \text{ a bemért oxálsav tömege grammban.}$$

A három bemérésből számított fogyásokat átlagoljuk.

Acetonoldat abszorpció maximumának és összetételének meghatározása spektrofotometriás módszerrel

A szükséges eszközök

50 cm³-es mérőlombikok, buretta, kvarcüveg küvetta, spektrofotométer.

A szükséges anyagok

Aceton törzsoldat 10 mg/cm³-es aceton tartalommal, ioncserélt víz.

A mérés menete

1. Összehasonlító oldatsorozat készítése 10 mg aceton/cm³ törzsoldatból

- Készítsen 50 cm³-es mérőlombikokba a 10 mg aceton/cm³ törzsoldatból (készen van) öttagú oldatsorozatot 3-6-9-12-15 cm³ törzsoldat bemérésével. A lombikokat desztillált vízzel töltsse fel.
- Számolja ki az oldatsorozat tagjainak tömeg-koncentrációját mg/50 cm³-ben!

2. Vizsgálendő minta

- Beadandó fejenként egy 50 cm³-es mérőlombik névvel ellátva és az aceton törzsoldat burettába töltve.
- Töltsse ioncserélt vízzel felre az 50 cm³-es mérőlombikban kapott anyagot, homogenizálja az oldatot; ez lesz a minta.

3. Az aceton spektrumának meghatározása

- Határozza meg az aceton abszorpció-maximumát az oldatsorozat legtöményebb tagjával, UV tartományban. A méréshez kvarcküvetta használjon.

4. Kalibrációs egyenes felvétele

- Állítsa be a fényelnyelés maximumát. Ezen a hullámhosszon dolgozzon a továbbiakban.
- $\lambda(\text{max})$ hullámhosszon mérje végig (a leghígabbtól a legtöményebb tag felé haladva) az oldatsorozat tagjainak abszorbanciáit.

5. Az ismeretlen minta abszorbanciájának mérése

- Helyezze a fény útjába a mintát tartalmazó küvetta.
- Mérje a minta abszorbanciáját.
- Nyomtassa ki a kalibrációs görbét, illetve a mért adatokat.

6. Az ismeretlen minta összetételének meghatározása

- Adja meg a minta összetételét aceton mg/50 cm³ értékben és g/dm³-ben is.