

Szacharóztartalom meghatározása Lippich féle (félárnyék) polariméterrel

Eszközök: 2 db 100 cm³-es mérőlombik, kis tölcser, beméréshez főzőpohár, gyorsmérleg, polariméter, szacharóz

A mérés menete

1. Gyorsmérlegem lemérünk 2x13 g szacharózt. Főzőpohárban kb. 50 cm³ ioncserélt vízzel feloldjuk, majd 1-1 (100 cm³-es) mérőlombikba töltve, azokat jelig töltjük, és jól homogenizáljuk. Az egyik mérőlombikot felcímkézve beadjuk, majd visszakapva jelig töltjük. Ez lesz az ismeretlen minta. A másik lombikban levő – ismert összetételű – oldat segítségével meghatározzuk a szacharóz fajlagos forgatóképességét (ez várhatóan 66° körüli érték).
2. A polarimétert bekapcsoljuk. Kb. 10 perces bemelegedés szükséges.
3. A polárcsővet kimossuk és ioncserélt vízzel feltöltve ellenőrizzük a készülék nulla pontját. A látómezőben levő elválasztó vonalakat az okulár lencse elforgatásával élesre állítjuk. Leolvasáskor a három mezőnek egyforma fényintenzitásúnak kell lennie. A leolvasás egy 0,05 fok történik. Az ioncserél vízzel mért esetleges korrekciós értéket feljegyezzük.
4. Ezután a polárcsőbe buborékmentesen az ismert összetételű oldatot töltjük. Megmérjük a forgatás szögét és meghatározzuk az alfa értéket.
Az eredmény ismeretében kiszámítjuk a fajlagos forgatási szöget.

Összetételt az alábbi összefüggés alapján számolhatunk: $\alpha = [\alpha]_D^t \frac{c \cdot l}{100}$

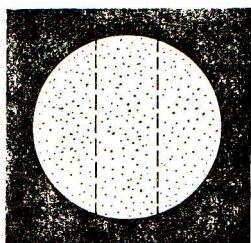
ahol c az oldat koncentrációja, g/100 cm³
 α a mért forgatási szög,
 l a folyadékréteg hossza (dm),
 $[\alpha]_D^t$ a fajlagos forgatási szög.

5. Ezután a polárcsőbe buborékmentesen az ismeretlen összetételű oldatot töltjük. Megmérjük a forgatás szögét és meghatározzuk az oldat koncentrációját.
Ehhez is a fenti összefüggést használjuk.
6. A készüléket kikapcsoljuk és a polárcsővet kimossuk.

Beadandó:

A szacharóz fajlagos forgatóképessége és az ismeretlen minta százalékos szacharóz-tartalma.

Útmutató a polariméter leolvasásához



- Ioncserélt vízzel ellenőrizzük hogy a körtárcsa álló nulla pontja a mozgó tárcsa 0 pontján legyen. A látómezőben nem különíthető el a három sáv.
- Cukoroldatot teszünk a polárcsőbe. A látómezőben három sáv látható! Lassan az analizátort az óra mutató járásával egyező irányba tekerjük és keressük ugyanazt az egyszínű (szürkés-sárga) látómezőt, mint amit az ioncserélt víznél láttunk.

20°-nál biztos nem nagyobb a leolvasandó szög!!!

Tanulmányozzuk a fenti ábrát. A helyes leolvasott szögérték: 3,65° A tizedek leolvasásakor azt keressük, hogy a nóniusz skála melyik osztása esik egybe a mozgó skála valamelyik osztásával.

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 első kémcsőbe 2 cm³ oldatot és 8 cm³ ioncserélt vizet engedünk. A második kémcsőbe 3 cm³ oldatot és 7 cm³ ioncserélt vizet engedünk. Hasonlóan készítünk még 4, 5, 6, 7, 8 cm³-rel is oldatokat, mindegyiket ioncserélt vízzel 10 cm³ egészítve ki. (Összesen 7 tagú lesz az oldatsorozat.)
4. A refraktométer prizmáját kinyitjuk és ioncserélt vízzel lemossuk, majd szárazra töröljük. A sorozat első tagjából 1-2 cseppet a prizmára cseppentünk, majd a prizmát zárjuk. A prizmát mozgató 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 közepére 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 grafikont 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, kvarc küvetta, 0,1 g/dm³ összetételű szalicilsav törzsoldat, spektrofotométer

A mérés menete

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

Beadandó egy 100 cm³-es mérőlombik az ismeretlen mintának és a bűrettába 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 küvetta bűrettába 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 küvetta bűrettába, 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).

Helios γ (UNICAM) spektrofotométerek rövid kezelési utasítása

1. **Bekapcsolás** A bemelegedés után a kijelzőn az utoljára használt hullámhossz jelenik meg.
2. **Spektrum felvétele** bekapcsoljuk a számítógépet (is). Az „Aurora scan” ikonra kattintva, azt megnyitjuk. A megjelenő képernyő utasításai közül először beírjuk a vizsgálati spektrumfelvétel kezdő és vég hullámhosszát valamint a léptetési intervallumot (5 nm). Ezt követi az alapvonal felvétel (üres mintatér), majd mintát behelyezve RUN. Megjelenik a minta elnyelési spektruma és oldalt az elnyelési maximum is.
3. **Bezárjuk** az „Aurora scan” ablakot. Ekkor (újra) a spektrofotométer billentyűi élnek.
4. **Abszorbancia mérés** Beírjuk a vizsgálati hullámhossz értékét (elnyelési maximum). Új hullámhossz beírása jobb vagy bal nyíl gomb – SET λ xxx nm ENTER (a kijelzett érték villog); begépeljük az új hullámhosszt, ENTER.
5. Blank mérés (tisztá oldószer behelyezése) majd ZERO gomb megnyomása.
6. Minta behelyezése, a kijelzőn közvetlenül megjelenik a mért abszorbancia érték

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

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

Ezek után öttagú oldatsorozatot készítünk 2-4-6-8-10 cm³ törzsoldat bemérésével egy-egy 250 cm³-es mérőlombikba.

Az oldatsorozat legtöményebb tagjával meghatározzuk a színezék abszorpció maximumát.

A színezék összetételét ezután a használt spektrofotométerrel határozzuk meg. A készülék bekapcsolása után győződjünk meg, hogy a wolfram lámpa ég-e.

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 görbét szerkesztünk, az abszcisszára az összetételt, az ordinátára az abszorbancia értékeket mérjük fel. A pontokat egyenessel összekötve kapjuk az értékelő görbét. Ennek segítségével határozzuk meg az ismeretlen minta összetételét. Kalibrációs görbe készíthető az Excel diagram varázslójával is.

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 és egy kézzel készített vázlatot az elnyelési görbéről) és kalibrációs görbét is.

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.

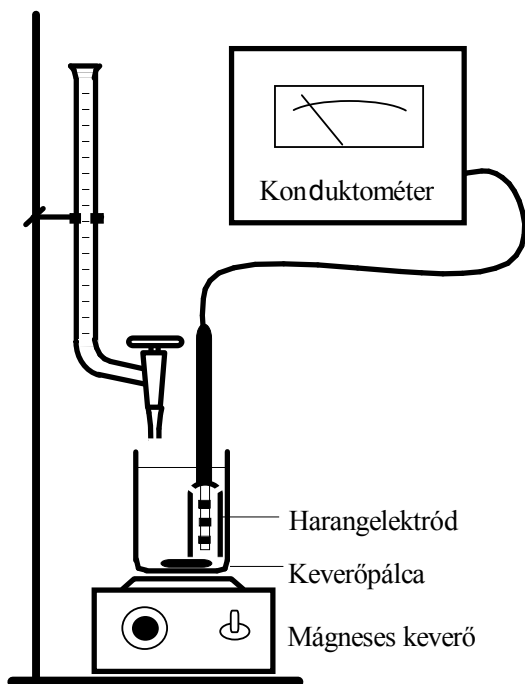
Minta: személyenként beadandó egy címkézett 100 cm³-es mérőlombik és a bürettába töltött munkaoldat.

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: H₂SO₄ + 2 NaOH = Na₂SO₄ + H₂O

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 készüléken mérési határ kezdeti értékét úgy állítsuk be, hogy a vezetés csökkenő értéket fog mutatni. 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!

***0,5 mol/dm³-es NaOH-oldat készítése és pontos koncentrációjának meghatározása**

Nátrium-hidroxidból közvetlen beméréssel nem készíthető pontos koncentrációjú mérőoldat (az NaOH nedvszívó, levegőn elfolyósodik felületét nátrium-karbonát réteg vonja be).

0,5 liter 0,1 mol/dm³-es oldat készítéséhez gyorsmérlegen, főzőpohárba bemérünk 2,1 – 2,4 g NaOH-ot; feloldás; hűtés; mérőlombikba 0,5 literre kiegészítjük. A bemérés során védőszemüveg használata kötelező! A kész oldat átöntjük egy literes folyadéküvegbe, melyet szabályosan felcímkézünk.

Pontos koncentráció meghatározás kristályos oxálsavra. Az oxálsav mennyiségét úgy határozzuk meg, hogy a várható elméleti fogyás 20,0 ml legyen (20 ml 0,1 mol/dm³ NaOH-oldat 0,126 g kristályos oxálsavval egyenértékű). Az előbbi mennyiségű oxálsavat kb. 50 ml ioncserélt vízben feloldjuk, két csepp fenolftalein indikátor hozzáadása mellett megtitráljuk (az előbb elkészített burettába töltött NaOH-oldattal; három párhuzamos mérés!)

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

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 tehesen 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!

Különböző összetételű pufferoldatok készítése és pH értékük meghatározása pH-mérő készülékkel

Eszközök: pH-mérő, megfelelő elektródokkal, puffer oldatok, 2 db 250 cm³-es mérőlombik, 5 db 50 cm³-es főzőpohár, két buretta, kis főzőpohár beméréshez, gyorsmérleg, univerzális indikátor papír, ioncserélt víz, papírvatta, vegyszerek

A mérés menete

Kérjen a felügyelő tanártól egy feladatlapot.

Készítsük el az A és B oldatot, majd mindkettő oldatot egy-egy burettába töltjük és a táblázatban megadott mennyiségek összemérésével 50 cm³-es főzőpoharakba elkészítjük az öt vizsgálandó puffer-elegyet.

A puffer-elegyek pH értékének megmérése két részből tevődik össze. Először univerzális indikátorpapírral megmérjük közelítő pH értékeket. Ezeket az adatokat feljegyezzük. Ezután következik a pontos pH mérés.

Bekapcsoljuk a pH-mérő készüléket. Ellenőrizzük az elektródok csatlakozását.

Pufferoldatok segítségével kalibráljuk az üvegelektrodát (savas tartományban pH = 4 és 7; lúgos tartományban pH = 7 és 10 puffer oldatok segítségével – külön leírás szerint). Ezt követi az elektród leöblítése, papírvattával való leitatás (nem törlés), majd az első vizsgálandó oldatba merítjük elektródunkat. Leolvassuk a mért értéket. Hasonlóan járunk el a többi vizsgálandó oldattal is.

A mérések befejezése után az elektródot ioncserélt vízzel lemossuk és ioncserélt vízbe merítve (vagy a védősapkát visszatéve – melyben ioncserélt víz van) tároljuk.

Kismennyiségű KI koncentrációjának meghatározása ionszelektív elektróddal (ISE)

Eszközök: 4 db 250 cm³-es mérőlombik, 2 db 100 cm³-es mérőlombik, 6 db 50 cm³-es főzőpohár, buretta, 10 cm³-es pipetta, KI, kis főzőpohár beméréshez, pH/mV-mérő ionszelektív és kalomel vonatkozási elektróddal, 2 mol/ dm³-es kálium-nitrát vagy nátrium-klorid oldat

A mérés menete

250 cm³ 0,1 mol/dm³-es KI törzsoldatot készítünk (4,15 g KI/250 cm³). Az oldatot burettába töltjük és beadjuk személyenként 1 db 250 cm³-es mérőlombikkal. A visszakupott mérőlombikot ioncserélt vízzel jelig töltjük. Ez lesz a vizsgálandó oldat.

Oldatsorozatot készítünk (a 0,1 mol/dm³-es KI törzsoldatból)

- | | | | |
|----|------------------------------------|---------|---|
| 1. | 0,1 mol/dm ³ KI oldat | pI=1 | |
| 2. | 0,03 mol/dm ³ KI oldat | pI=1,52 | (30 cm ³ törzsoldat/100 cm ³) |
| 3. | 0,01 mol/dm ³ KI oldat | pI=2 | (25 cm ³ törzsoldat/250 cm ³) |
| 4. | 0,003 mol/dm ³ KI oldat | pI=2,52 | (3 cm ³ törzsoldat/100 cm ³) |
| 5. | 0,001 mol/dm ³ KI oldat | pI=3 | (2,5 cm ³ törzsoldat/250 cm ³) |

A sorozat tagjaiból és a vizsgálandó oldatból 50 cm³-es főzőpoharakba 10-10 cm³-t kipipettázunk és mindegyikhez hozzápipettázunk 10-10 cm³ 2 mólos kálium-nitrát vagy 2 mólos nátrium-klorid oldatot. Ez utóbbi oldat hozzáadások a körülbelüli "összes-ion" koncentrációt hivatottak azonos értéken tartani.

Lemérjük a sorozat tagjai és az ismeretlen oldatba bemerülő ionszelektív/referencia elektródpár által szolgáltatott potenciálkülönbségeket (mV mérés).

A kapott értékekkel kalibrációs görbét szerkesztünk (beadandó). A kapott értékelő görbe segítségével a vizsgált oldat pI értékét meghatározzuk (ordináta: mV értékek, abszcissza: pI értékek).

Kiszámítjuk a vizsgálandó oldat KI tartalmát grammokban és megadjuk az ismeretlen minta pI értékét is.

Víz minta kálium- és nátrium-tartalmának lángfotometriás meghatározása

Készülékek: Sherwood 410-es lángfotométer, számítógép, analitikai mérleg.

Szükséges anyagok, eszközök: kálium-klorid, nátrium-klorid, ioncserélt víz, sűrített propán-bután és levegő. Büretták, 100 cm³-es mérőlombikok, bemosótölcsér, műanyag poharak.

Feladat

1. Törzsoldatok készítése: 500 cm³ 1,0 mg Na⁺/cm³ koncentrációjú nátriumoldat, majd ennek hígítással 0,1 mg Na⁺/cm³ koncentrációjú nátriumoldat, és 500 cm³ 1,0 mg K⁺/cm³ koncentrációjú káliumoldat (*számolás szükséges!*). Bemérések pontossága: ±0,01 g.
2. Összehasonlító oldatsorozat készítése: 100 cm³ térfogatokkal 5 tagú, közös (mindkét elemet tartalmazó) oldatsorozat a 0,1 mg/cm³ koncentrációjú nátrium és az 1,0 mg/cm³ koncentrációjú kálium törzsoldatok összemérésével. Az oldatok koncentrációja nátriumra: 2-4-6-8-10 mg/dm³; káliumra: 20-40-60-80-100 mg/dm³ (*számolás szükséges!*).
3. **Minta:** bürettákba töltött törzsoldatok és felcímkézett 100 cm³ mérőlombik beadandó. A visszkapott mérőlombikot ioncserélt vízzel jelre állítja.
4. Az oldatsorozatot és a mintát(kat) műanyag poharakba töltve a készülék mellé készíti.
5. Bekapcsolja a kompresszorhoz és lángfotométerhez csatlakozó elosztó kapcsolóját (kompresszor indul). Ellenőrzi a folyadékszárát, ha szükséges vízzel utántölti.
6. Bekapcsolja a folyósón található kapcsolóval az elszívást (elszívó pillangószelepe legyen nyitva!)
7. Nyitja a propán-bután gázpalack főcsapját, majd az ahhoz csatlakozó nyomáscsökkentő csapját is (kimenő nyomás: 1 bar).
8. Bekapcsolja a lángfotométert. Ha a láng nem gyullad, a készüléket kikapcsolja, majd újra bekapcsolva próbálkozik.
9. Kiválasztja a mérendő elem színszűrőjét.
10. Porlasztja a legtöményebb összehasonlító oldatot. A „coarse” (durva) gombbal a kijelzőt három értékes számjegyre állítja. Ha szükséges a „fine” (finom) gombbal is állít.
11. Ioncserélt vizet porlaszt, a „blank”-kal a kijelzőt nullára állítja.
12. Újra porlasztja a legtöményebb oldatsorozat tagot, feljegyzí a megjelenő számot, méri a többi oldatsorozat tagot és a mintát(kat) is. Feljegyzí a mérési adatokat.
13. A másik elemre váltja a színszűrőt és az előzőekkel azonos módon (a 10. ponttól) elvégzi a másik elem vizsgálatát.
14. Ioncserélt vízzel mossa a porlasztót (30 s). Kikapcsolja a készüléket.
15. A gázpalackot és a nyomáscsökkentőt elzárja. Az elosztót kikapcsolja.
16. Az eszközöket megtisztítja, és a tárolóba helyezi.
17. Excelben, parabolikus görbékkel meghatározza mg/dm³ konc.-ban kifejezett kálium és nátrium tartalmat, az illesztések R²-értékeit.

Beadandó: a szokásos jegyzőkönyvi elemeken kívül az oldatkészítéssel és oldathígítással kapcsolatos számítások, továbbá a mérési adatok kiértékelésével összefüggő számítások. A minta kálium és nátrium tartalma mg/dm³-ben.

Víz minta cink- és réztartalmának atomabszorpciós meghatározása

Készülékek: UNICAM 969 atomabszorpciós spektrofotométer, számítógép, nyomtató, analitikai mérleg.

Anyagok, eszközök: ioncserélt víz, cink-oxid, kristályvizes rézszulfát, 1:1 hígítású sósav (vegyifülkében), acetilén és sűrített levegő (*gyakorlatvezető biztosítja*), 500 cm³-es mérőlombikok, 100 cm³-es mérőlombikok, bemosótölcsér, 100-1000 µl-es automata pipetta, mintatartó edények.

1. Törzsoldatok készítése: cink-oxidból és CuSO₄·5 H₂O-ból 500-500 cm³, 1 mg/cm³ fémion koncentrációjú törzsoldatokat készít (*számolás szükséges!*). Bemérések pontossága: ±0,01 g.
2. Bemérés után a cink-oxidot, vegyifülke alatt, kb. 10 cm³ 1:1 HCl-ban oldja, és csak ez követően mossa az 500 cm³-es mérőlombikba. A bemért rézszulfátból közvetlenül készíti el a törzsoldatot.
3. A 100-1000 µl-es automata pipettával, a törzsoldatok összemérésével 100-100 cm³ térfogatú, 5 tagú, lombikonként mindkét fémiont tartalmazó, közös oldatsorozatot készít a fémionok törzsoldataiból. Az oldatsorozat tagjai cinkre: 1,0-2,0-3,0-4,0-5,0 mg/dm³, rézre pedig: 2,0-4,0-6,0-8,0-10,0 mg/dm³ koncentrációjú legyen (*számolás szükséges!*).
4. Minta: a törzsoldatokat felcímkézett 100 cm³-es mérőlombikkal és az automata pipettával beadja. A visszakapott lombikokat desztillált vízzel jelre állítja és homogenizálja, ez lesz a minta!
5. A következő sorrendben bekapcsolja: UNICAM 969 AA készülék, monitor, számítógép.
6. Bejelentkezik: „tanulo” felhasználóként (user name), „tanulo” jelszóval (password).
7. Megnyitja a vájtkaatólámpát szimbolizáló gombbal (Lamps) a vájtkaatólámpák kezelőablakát. Az első és harmadik vájtkaató lámpáit (1 lámpa: réz, 3. lámpa: cink) bekapcsolja: State=On, zárja az ablakot.
8. Nyitja a „File” legördülő ablakot, elindítja a „New Results” (új mérés) ablakot. Megkeresi a tanévhez és osztályhoz tartozó alkönyvtárat, fájlnevet készít a csoportszám alapján, amit kiment. 5 percet vár, hogy a lámpák kellően bemelegedjenek.
9. A készülék közelébe készíti a pohárba töltött desztillált vizet (Blank), a kalibráló oldatok 100 cm³-es mérőlombikjait és a minta(ák)-t tartalmazó lombikokat.
10. Begyűjtja a lángot az atomabszorpciós készüléken található IGNITE gomb folyamatos benyomva tartásával (ha a láng nem gyullad: a számítógép hibajelzését „OK”-za, és újra próbálkozik).
11. Rákattint a zöld hármashármas-nyílra (Analyse). Követi a számítógép utasításait. (sorrendben: porlasztja desztillált vizet, lámpát forgat, porlasztja a kalibráló oldatokat, stb.).
12. Az első elem mérését követően: nyitja a Show Method ablakot a könyvtár jelzésű gombbal. Betölti a másik elemre vonatkozó beállításokat („Réz vagy cink tartalom kalibrációs görbével” fájl).
13. A 11. ponttól indulva méri a másik elemet.
14. Mérés végeztével desztillált vízzel 30 másodpercig mossa a porlasztót, majd kioltja a lángot az OFF gomb egyszeri megnyomásával.
15. Megnyitja: File→”Print Options”-t, a megjelenő ablakon mindent kikapcsol (√), bekapcsolja a Calibration-t. Nyomtat.
16. Bezárja a Solaar32 programot, kilép az operációs rendszerből, áramtalanít.
17. Az eszközöket megtisztítja, és a tárolóba helyezi,
18. Jegyzőkönyvkészítés