

Műszeres analitika

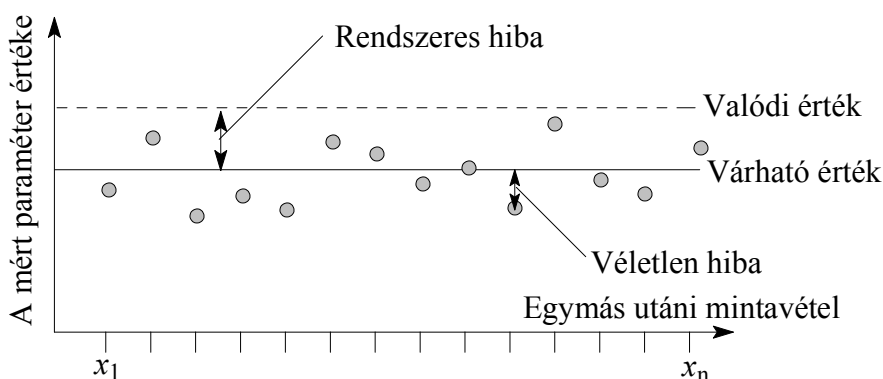
Elméleti összefoglaló



2011

Az analitikában használatos néhány fontos statisztikai fogalom

Egy kémia analízis célja mindig valamely vizsgált anyag egy vagy több komponensének mennyiségi meghatározása. A valódi értéket abszolút pontossággal nem tudjuk megmérni, csak becsülni a várható értékkel. A várható értéket *rendszeres és véletlen hibák* terhelhetik.



Várható érték és szórás

Egy mérési sorozat várható értékét a mérési sorozat elemeinek számtani közepéből számoljuk

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

A szórás a párhuzamos mérési eredmények közötti eltérés jellemzésére szolgál; a várható értékek körüli mérési eredmények szoros vagy laza „csoportosulását” jellemzi. Gyakorlatban a korigált tapasztalati szórással becsüljük.

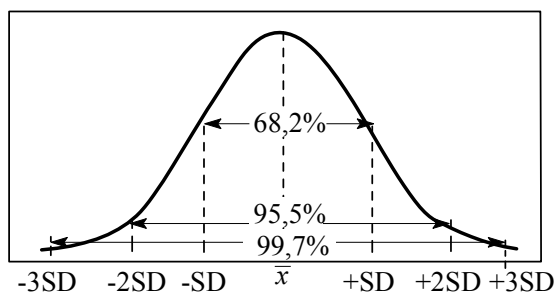
Ha feltételezzük, hogy a mért értékek normális eloszlásúak, akkor

$\bar{x} \pm s$ határok közé esik a mért értékek kb. 2/3-a (68,2%-a)

$\bar{x} \pm 2s$ határok közé esik a mért értékek 95,5%-a

$\bar{x} \pm 3s$ határok közé esik a mért értékek 99,7%-a.

Ezt átgondolva beláthatjuk, hogy a $\bar{x} \pm 3s$ -en kívül eső mért értékek durva mérési hibákból erednek, valószínűleg el is hagyhatók.



Műszeres analitikai eljárások

Az analitika kémia az anyagok minőségi és mennyiségi összetételét vizsgálja. A *klasszikus analitikai* eljárások során a mennyiségi elemzéskor tömeg és térfogatmérésre vezetünk vissza minden meghatározást (gravimetria, titrimetria).

A *műszeres analitikai* eljárásokban a mintát fizikai vagy fizikai-kémiai kölcsönhatásnak kitéve analitikai jelet képzünk. Ebből a jeleből következtetünk az alkotó mennyiségére és minőségére. A leggyakoribb műszeres analitikai eljárások:

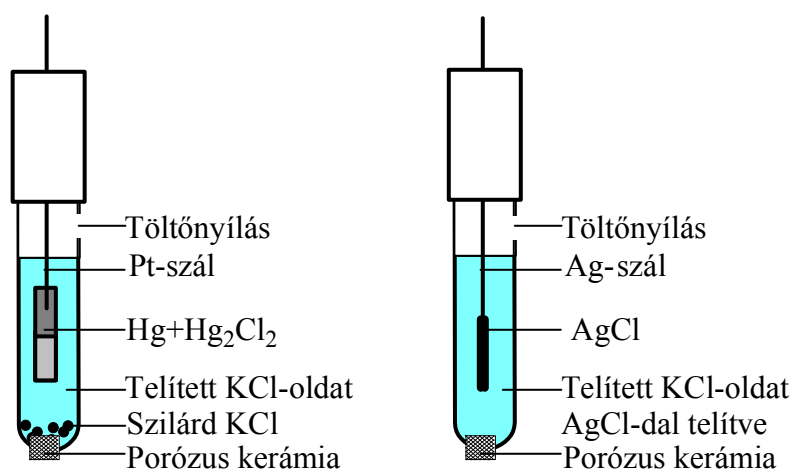
Elektroanalitika	Optikai mérések	Kromatográfia
Potenciometria Konduktometria Voltametria	Refraktometria Polarimetria Spektrofotometria (UV/VIS/IR) Lángfotometria Atomabszorpció	Rétegekromatográfia Folyadékkromatográfia (HPLC) Gázkromatográfia (GC)

POTENCIOMETRIA

A potenciometria az elektródpotenciálok mérésén alapuló elektroanalitikai eljárás. Elektródpotenciált önmagában nem lehet mérni, ezért úgy járunk el, hogy a vizsgálandó oldatba két elektródot merítünk és az így kialakuló galváncella feszültségét mérjük. Az egyik elektród, az *indikátor elektród* a mérendő ion koncentrációjával arányos jelet szolgáltat; a másik elektród az ún. *referencia elektród* (vonatkozási elektród) potenciálja pedig állandó.

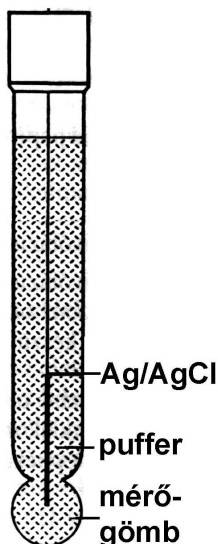
Vonatkozási elektródként ún. másodfajú elektródokat szoktak alkalmazni, ahol az elektródfém saját, rosszul oldódó szilárd halmazállapotú sójával és annak telített oldatával érintkezik. A másodfajú elektródok potenciálja állandó. Gyakorlatban két fontos másodfajú elektród terjedt el:

- *Kalomel elektród*: higany + szilárd Hg_2Cl_2 merül telített KCl-oldatba
- *Ag/AgCl elektród*: fémzüstre felvitt AgCl merül telített AgCl oldatba, mely KCl-ot is tartalmaz meghatározott koncentrációban



A kalomel és az Ag/AgCl referencia elektródok felépítése

Indikátorelektrodként rendszerint elsőfajú redoxi- vagy ionszelektív elektródot alkalmaznak. A pH meghatározásokra indikátorelektrodként elsősorban *pH-érzékeny üvegelektrod* használatos.



A pH-érzékeny üvegmembrán speciális összetételű, melynek külső (kb. 0,1 μm) rétege hidratált. A hidratált üvegréteget adott pH-jú oldatban való előkezeléssel alakítjuk ki. A pH-érzékeny üvegelektrod belsejében kloridion tartalmú pufferoldat van (a belső üvegréteg is hidratált), amelybe ezüst/ezüst-klorid másodfajú elektrod merül. A mérés során egy egyensúly áll be az üvegmembrán két oldalán.

Mivel a belső elektrolit hidrogénion-aktivitása nem változik a mérés során, a potenciálérték a mintaoldatban levő hidrogénion-aktivitással lesz arányos:

$$E = K + \frac{R \cdot T}{F} \ln a_{H^+}$$

Az egyenletben szereplő K konstans tartalmazza a belső elektrolit határfelületén kialakult fázishatár-potenciált és a belső másodfajú elektrod potenciálértékét.

Az aktivitás = hidrogénion koncentráció egyszerűsítést alkalmazva, a mért cellafeszültség (E) és a hidrogénion koncentráció közötti összefüggés:

$$E = K + \frac{RT}{nF} 2,303 \lg [H^+] = K + 0,059 \cdot \lg [H^+]$$

Mivel $-\log[H^+] = \text{pH}$, ezért

$$E = K - 0,059 \text{ pH}$$

A potenciálérték függ a hőmérséklettől (lásd a korábbi egyenleteket).

Az üvegelektrod a H^+ -ionokra érzékeny és pH-mérésre használatos elektrod.

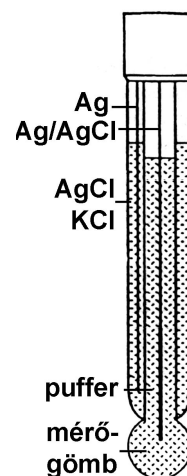
Az üvegelektrodot – a könnyebb kezelhetőség érdekében – gyakran egybeépítik egy vonatkozási elektróddal (pl. Ag/AgCl).

Más ionokra is készülnek szelektíven működő elektrodok. (ISE = ionszelektív elektrod) Ilyen pl. a jodidionokra vagy a kloridionokra érzékeny elektrod. Ezek elektrodpotenciálja az adott ion koncentrációjától függ. A jodidszelektív elektrod potenciálja:

$$E = K - 0,059 \cdot \lg [I^-]$$

Ha a pH-hoz hasonlóan bevezetjük a $-\lg [I^-] = \text{pI}$ összefüggést, kapjuk, hogy

$$E = K + 0,059 \cdot \text{pI}$$



Az *indikátor elektrod* potenciáljának változását egy redoxi-elektrod esetén is a Nernst-összefüggés alapján határozhatjuk meg, melynek egyszerűsített alakja

$$E = E_0 + \frac{RT}{nF} 2,303 \lg \frac{[\text{ox}]}{[\text{red}]}$$

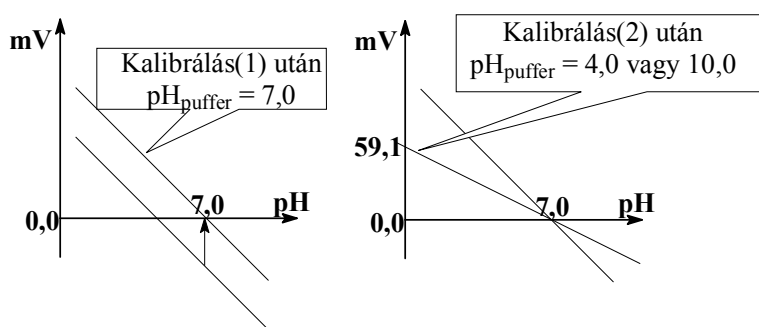
ahol az E_0 a redoxi-standardpotenciál; az n a redoxi-folyamatban az oxidációs szám változása

A redoxipotenciál mérésre inert elektrodot, leggyakrabban platinalemezt helyeznek a redoxirendszert tartalmazó oldatba, s a kialakult elektrodpotenciált egy vonatkozási elektrod felhasználásával mérjük.

Direkt potenciometria

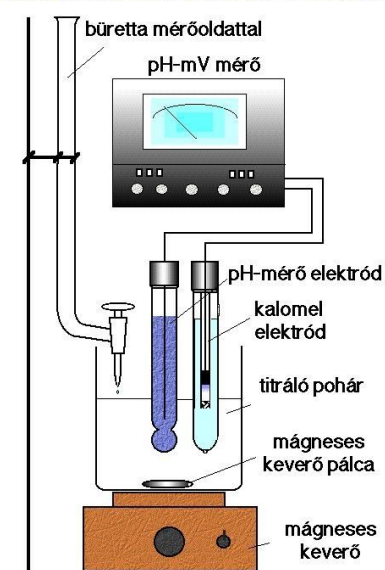
Elvileg a meghatározandó alkotó koncentrációja (aktivitása) meghatározható egyetlen potenciálmérés segítségével is a Nernst-egyenlet alapján (*direkt potenciometria*). Ezzel az eljárással főleg a pH-t, valamint egyes ionok aktivitását (koncentrációját) határozzák meg ionszelektív indikátorelektrodok (ISE) segítségével.

pH-mérés előtt a használt üvegelektrodot ismert pH-jú puffer oldatokkal *kalibrálni* kell. Általában savas tartományban 4,00 és 7,00 pH-jú; lúgos tartományban 7,00 és 10,00 pH-jú puffereket használunk a pH-mérő kalibrálására.



A pH-mérő elektród kalibrálása során az elektródot és a pH méréshez használt pH/mV mérőjéhez illesztjük. Az illesztést a készülék mérőerősítőjének bemeneti feszültség-kompensációjával (pH°) és meredekség-korrekciójával (érzékenység, %-ban $-100\% = 59,16 \text{ mV/pH}$) valósítjuk meg. A bemeneti feszültség kompenzáció párhuzamos eltolást, a meredekség-korrekció adott pont körüli elforgatást jelent.

Potenciometrikus sav-bázis titrálás



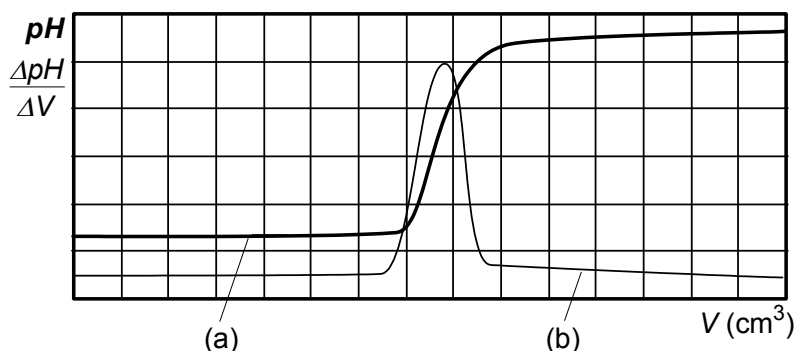
A potenciometriás titrálás

A pontosság lényegesen növelhető, ha nem egyetlen mérést végzünk, hanem titrálás során követjük a cellafeszültség változását a beadagolt mérőoldat függvényében. Az eljárást lényegében az egyenértékpont meghatározására használjuk. Ez az analitikai eljárás a *potenciometriás titrálás* (indirekt potenciometria).

A *potenciometriás titrálások* sav-bázis, redoxi, csapadék-, komplexképződési reakciók esetén végezhető.

A potenciometriás titrálások végpontjának a megállapításához ábrázoljuk a mért elektromotoros erőt (cellafeszültséget) a fogyás függvényében [$E = f(V)$ függvényt].

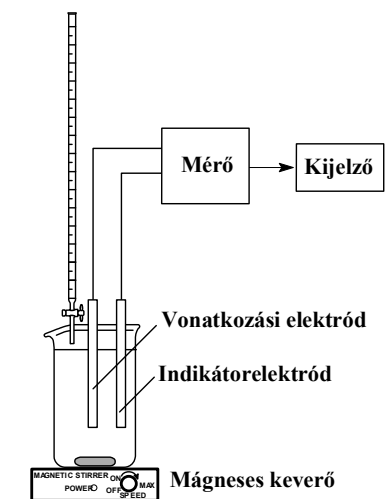
Egy titrálási görbe (a) és az első deriváltja (b)



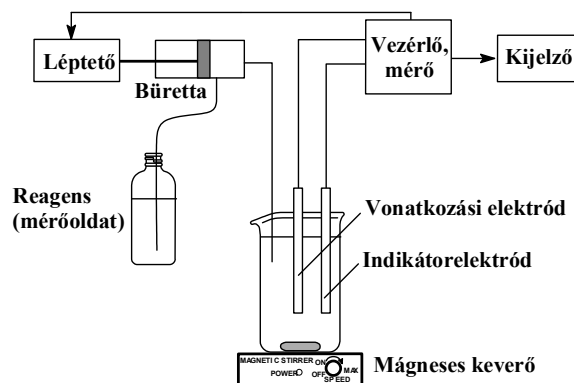
A potenciometriás meghatározás során felvehetjük a teljes titrálási görbét (IP meghatározás), de elvégezhetjük a titrálást előre beállított végpont potenciálig (EP meghatározás) is.

A potenciometriás titrálások végrehajtásának feltételei hasonlóak a hagyományos titráláséhoz:

- a titrálási reakció teljesen lejátszódik
- a reakció gyors legyen
- a reakció egyértelműen és sztöchiometrikusan játszódjék le
- a végpontjelzésre alkalmas indikátorelektrodunk legyen



Kézi potenciometrikus titrálás



Automata potenciometrikus titráló

Konduktometria

Konduktometria elektrolit-oldatok elektromos vezetéseinek mérésén alapuló analitikai eljárás. Vezetés akkor jöhet létre, ha az anyagban elektromosan töltött részecskék elmozdulnak. Minél nagyobb egy térerősség hatására létrejövő áram, annál nagyobb az anyag vezetése (vezetése, vezetőképessége). Elektrolitokban a vezetés az ionok koncentrációjától, mozgékonyaságától és töltésétől függ.

Az oldatok vezetését egy mérőcellában mért elektromos ellenállás alapján határozzuk meg.

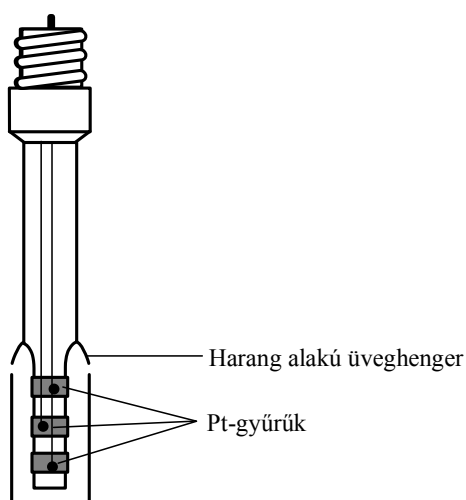
A vezetés definíciója:

$$G = \frac{1}{R} = \frac{I}{U} [\text{S}; \text{mS}; \mu\text{S}]$$

A gyakorlatban nem vezetést, hanem fajlagos vezetését (κ) szoktunk mérni:

$$\kappa = \frac{1}{\rho} = G \cdot K_{\text{cella}} [\text{S/cm}]$$

A fenti képletben a cellaállandó: K_{cella} értéke az elektródok közötti távolság és az elektródok közötti felület hányadosával (l/A) definiálható. Egységnyi lenne a cellaállandó két 1 cm^2 felületű Pt-lemeze között, melyek távolsága 1 cm . A gyakorlatban inkább Pt-gyűrűk segítségével készítenek vezetési cellákat. Ezek cellaállandóját ismert vezetőképességű standard-ek (általában KCl-oldat) segítségével határozzák meg.



Általában két-, három- ill. négy pólusú cellákat alkalmazunk. A kettőnél több pólusú cellák pontosabb áram ill. feszültség mérést tesznek lehetővé valamint az elektromos tér szóródását csökkentik. A cellában az elektród anyaga többnyire platina (illetve platina korommal bevont platina). A cellát kívülről harangszerű (lyukakkal ellátott) henger veszi körül. A lyukak biztosítják a mérendő elektrolit szabad áramlását, ezért fontos, hogy a lyukakat ellepje az elektrolit. Az elektrolit keverését általában mágneses keverővel biztosítjuk.

Háromgyűrűs vezetési cella

A konduktometriában a polarizációs hatások elkerülése érdekében nem egyenárammal, hanem váltóárammal dolgozunk (1-2 kHz).

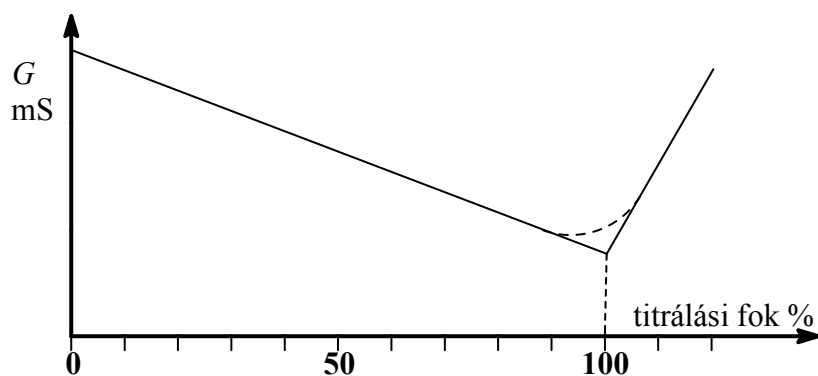
Direkt konduktometria

Közvetlen vezetőképesség mérést a gyakorlatban nagytisztaságú víz (kazántápvíz sómentessége), ioncserélt víz ellenőrzésére alkalmazzák. Mivel az elektrolit oldatok vezetőképessége erősen hőfokfüggő (1-3%/°C) vagy termosztálásról vagy hőfok-mérésről illetve hőmérséklet kompenzációról gondoskodni kell.

Indirekt konduktometria

Nem szükséges a vezetőképesség és a koncentráció közötti összefüggés pontos ismerete, ha a mérést titrálási reakciók végpontjelzésére használjuk. Ennek alapja az, hogy az oldat vezetőképessége az egyenértékpont előtt és után eltérő, és az oldatban jelenlévő (de a reakcióban részt nem vevő) ionok a vezetőképesség-változást lényegesen nem befolyásolják.

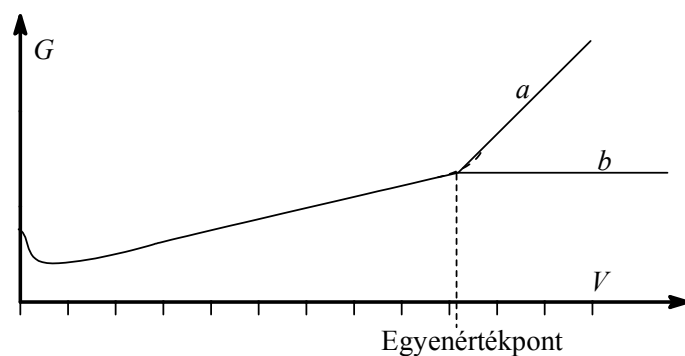
Sav-bázis titrálásokat detektálását a hidrogén- ill. hidroxil-ionok különösen nagy mozgékonyasága teszi lehetővé. Pl. a kénsv - NaOH titrálása során az oldat vezetőképességének változását a következő ábra mutatja.



Vezetési titrálási görbe (erős sav titrálása erős bázissal)

A görbe menetét az magyarázza, hogy a hidroxónium ionok helyébe kerülő Na-ionok mozgékonyasága lényegesen kisebb (a vezetőség csökken). A végpont után nő az összionkoncentráció sőt a rendszerbe kerülő hidroxidionok mozgékonyasága is nagyobb, mint a többi ioné.

A vezetési titrálás görbéi gyenge sav – erős bázis esetén némiképp módosulnak, de itt is észlelhetünk a végpontban a görbe menetében törést.



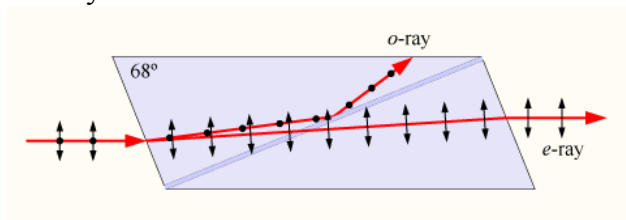
Vezetési titrálási görbe (a) gyenge sav titrálása erős bázissal
(b) gyenge sav titrálása gyenge bázissal

Ha például NaOH-dal titrálunk ecetsavat, a titrálás kezdeti szakaszában keletkező acetát-ionok az ecetsav disszociációját visszaszorítják, a vezetés csökken. A lúg további adagolásával az acetát ionok vezetése növekedést eredményez. A végpont után a görbe gyors emelkedését a feleslegbe kerülő nátrium- és hidroxid ionok okozzák.

Polarimetria

Az optikai forgatóképesség bizonyos anyagoknak az a sajátossága, hogy a lineárisan polarizált fény polarizációs síkját elforgatja. A forgatóképesség magyarázatát a molekulaszervezetben kell keresni (aszimmetria). Optikailag aktívak azok az anyagok amelyek molekulájában van olyan szénatom, amelyhez 4 különböző csoport kapcsolódik (aszimmetriás szénatom, kiralitás-centrum).

Polarizált fény előállítható megfelelő szögben csiszolt mészpátkristállyal, amelyet kettévágnak, majd a vágási felületeknél kanadabalzsammal összeragasztanak (Nicol-prizma). A prizmaóra eső természetes fény a törőfelületen kettősen megtörik. A rendes sugár a kanadabalzsamon teljes visszaverődést szenved és oldalra eltérül, míg a rendellenes sugár, amely már polarizált, kilép a kristályból.



Nicol prizma

William Nicol, skót fizikus (1768-1851)

Az oldott anyagok forgatóképessége arányos a fényút hosszával, a koncentrációval, és függ az anyagi minőségtől:

$$\alpha = [\alpha]_{\lambda}^t \frac{l \cdot c}{100}$$

ahol α a polarizációs sík elforgatásának szöge fokban

l az oldat rétegvastagsága dm-ben

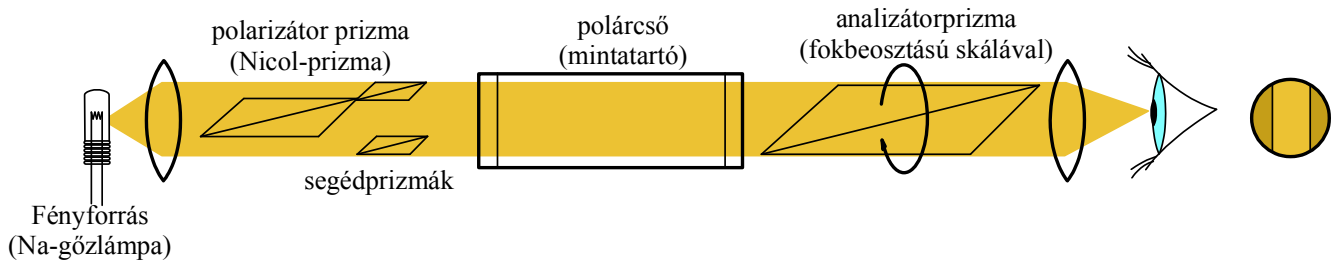
c a koncentráció g/100 cm³ egységben.

$[\alpha]_{\lambda}^t$ fajlagos forgatóképesség

t és λ jelzés a hőmérséklettől és a fény hullámhosszától való függésre utal.

A polariméter három fő részei:

- a síkban polarizált fényt előállító polarizátor (Nicol-prizma)
- ismert hosszúságú polárcső
- analizátor, mely az elforgatott polarizációs sík megállapítására szolgál.
- monokromatikus fényt előállító Na-lámpa.



Lippich-féle félárnyék polariméter felépítése

Refraktometria

Átlátszó közeg határfelületére érkező fénysugár egyrészt visszaverődik, másrészt behatol a közegbe. A behatoló fénysugárra a Snellius-Descartes törvény érvényes.

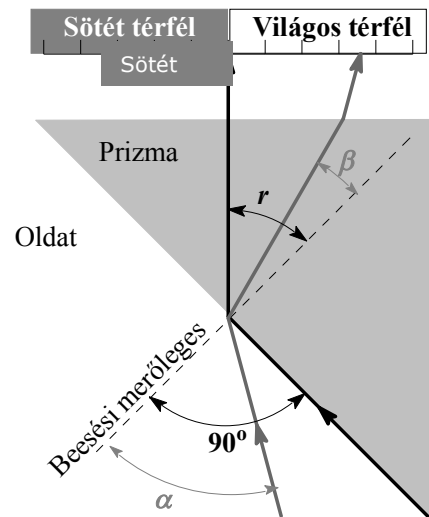
$$\frac{n_1}{n_2} = n_{2,1} = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta}$$

Az $n_{2,1}$ arányossági tényező a második közegnek az első közegre vonatkozó törésmutatója. (egyben a két közegben haladó fény sebességének a hányadosával is azonos). Általában levegőre vonatkoztatott törésmutatót adunk meg, ami gyakorlatilag megegyezik a vákuumra vonatkoztatott értékkel.

Ha optikailag sűrűbb közegből a fénysugár optikailag ritkább közegbe lép, akkor a beesési szög meghatározott értékén túl a határfelületről teljesen visszaverődik.

Azt a szöget, amellyel a fénysugár érintőlegesen még éppen visszaverődik, a teljes reflexió határszögének nevezzük (α_H). Ekkor a törési szög 90° . Mivel $\sin 90^\circ = 1$, a Snellius-Descartes törvény a következőképpen egyszerűsödik:

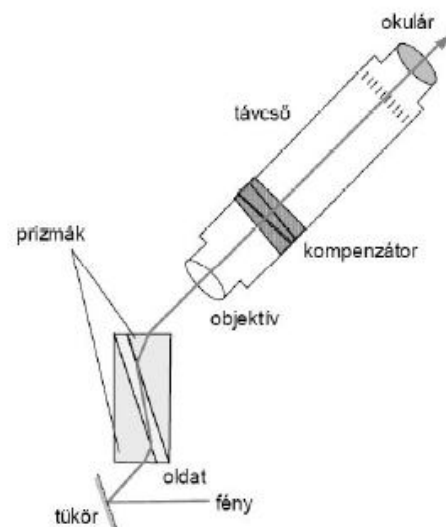
$$n_{2,1} = \frac{1}{\sin \beta}$$



Az Abbe-féle refraktométer

Az Abbe-féle refraktométer legfontosabb része a termosztálható prizmatest. Ez két azonos, nagy törésmutatójú ólomüvegből készült prizma, melyek közé rétegezzük a mérendő anyagot.

A tulajdonképpeni mérés a felső prizmával történik. Méréskor egy tükör segítségével fénynyalábbal világítjuk meg a prizmákat. A második prizmából kilépő és a távcsőbe jutó fénynyalábban a teljes visszaverődés határszögének a látótér sötét és világos része közötti határvonal felel meg. Ha a prizmát úgy állítjuk be, hogy a látótér sötét és világos részének határvonala a távcső fonálkeresztjére essék, a skálán közvetlenül leolvashatjuk a törésmutatót ($n = 1,3 \dots 1,7$). A másik skálája cukor oldat %-os szárazanyag tartalmát mutatja.



Abbe féle refraktométer

Az Abbe-féle refraktométert általában fehér fényel világítjuk meg. Ilyenkor azonban a sötét határvonal nem éles, hanem a színszóródás miatt szivárványszínű spektrumsávból áll. Ennek megszüntetésére a készülékbe kompenzátort (Amici-prizmák) építenek be, ami megszünteti ezt. (A mérések megkezdése előtt ellenőrizzük a víz $n = 1,333$ értékét!)

A kézi refraktométer az Abbe-féle refraktométerhez hasonlít, azzal a különbséggel, hogy a kettős prizma egybe van építve a távcsővel. Egyedi skálabeosztással alkalmasak nyers gyümölcsök, paradicsom, gyümölcslevek, szörpök szárazanyag illetve cukortartalmának meghatározására ill. Az autópárházban fagyálló folyadékok, akkumulátor töltöttség meghatározására.

Fotometria – spektrofotometria

A fény elektromágneses hullám. Ebből az emberi szem által érzékelhető tartomány a látható fény (VIS). Az ultraibolya (UV) tartományt szemünk nem érzékeli, de bőrünk leburnul tőle, a szem szaruhártyáját károsítja. Az infravörös (IR) sugárzást sem látjuk, de bőrünk hősugárzás formájában érzékeli.

Az elektromágneses hullámok jellemzésére a hullámhosszt (λ nm), frekvenciát (ν Hz) ill. a hullámszámot (cm^{-1}) használjuk. A hullámszám az 1 cm hosszra eső hullámok számát jelöli (főleg az IR spektroszkópiában használatos).



A spektrofotometria (fotometria) az anyagok fényelnyelő képességét vizsgálja.

Ultraibolya (UV) és látható (VIS) spektrofotometria

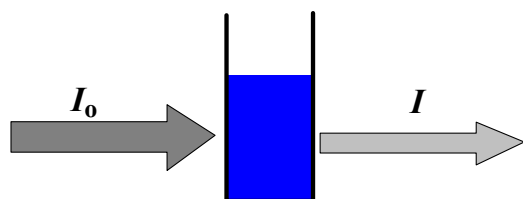
A spektrofotometria molekula-spektroszkópiai módszer (az UV-VIS tartományban a molekula kötő elektronjai gerjesztődnek). Az elnyelési színek jellemző az anyagra és annak szerkezetére, de a széles sávok miatt minőségi azonosításra egymagában nem alkalmas. Általában oldatok mennyiségi elemzésére használják, ennek alapja a Lambert-Beer törvény.

A Lambert-Beer törvény

Egy adott oldatot I_0 intenzitású fényel világítunk meg. Az oldat lenyeli a fény egy részét, ezért a kilépő fény intenzitása kisebb, I intenzitású lesz.

A fényáteresztést a transzmittanciával mérjük: $T = \frac{I}{I_0}$, $T\% = \frac{I}{I_0} \cdot 100$.

A fényelnyelést az abszorbanciával jellemezzük: $A = \lg \frac{I_0}{I}$.

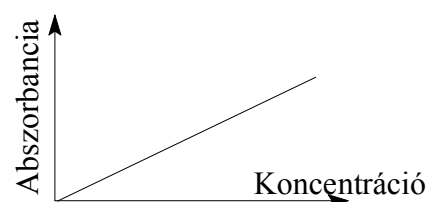


A Lambert-Beer törvény szerint az abszorbancia egyenesen arányos a koncentrációval:

$$A = \varepsilon \cdot l \cdot c$$

ahol ε a moláris abszorpciós együttható,
 l az úthossz (rétegvastagság),
 c a vizsgált oldat koncentrációja.

A Lambert-Beer szerint tehát a koncentráció és az abszorbancia között lineáris összefüggés van (ld. jobboldali függvény).



A Lambert-Beer törvénytől eltéréseket okozhat: a fényszóródás, kis fényfelbontó képesség, kémiai okok (túl tömény oldat, pH-hatás)

Fotométer, spektrofotométerek fontosabb részei

Fényforrás

A fényforrással szemben alapvető követelmény, hogy a vizsgálati tartományban minden hullámhosszon intenzíven (kellően nagy fényerővel) és egyenletesen sugározzon.

Látható fény tartományára többnyire wolfram lámpát (halogénizzó) használnak.

UV tartományban a deutérium-lámpa ad megfelelő fényt.

Monokromátor

A fényforrások általában polikromatikus (összetett) fényt sugároznak. A Lambert-Beer törvény pedig csak monokromatikus fény esetén érvényes. Ezért az összetett fényt hullámhossz szerint összetevőire kell bontani. Többnyire prizmákat, optikai rácsot (esetleg színszűrőt) használnak.

A spektrofotométerben folytonosan tudjuk változtatni a mintára jutó fény hullámhosszát. A fotométerekben csak meghatározott hullámhosszak állíthatók be (színszűrők, LED-dióda fényforrás).

Küvetta

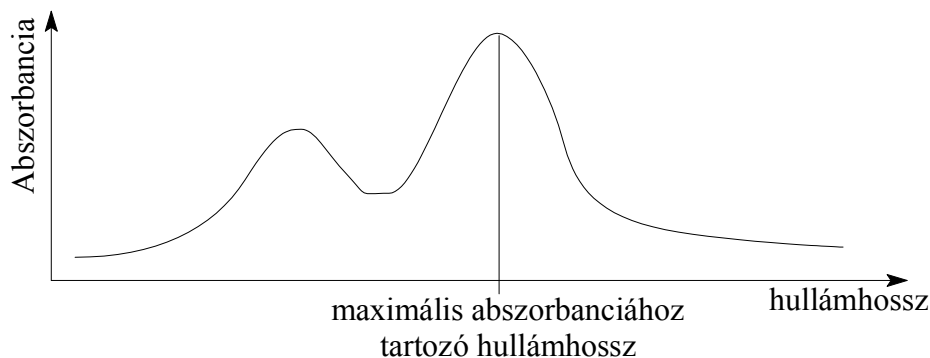
A mintatartó edényke neve. Többnyire 1x1 cm-es hasáb alakú, Az ezen áthaladó fény tehát 1 cm-t tesz meg a mintában, azaz a fényút hossza 1 cm. Szükség esetén nagyobb fényúttal rendelkező küvetta is használható.

A küvetta a látható tartományban üvegből vagy műanyagból készül, UV tartományban kvarc küvetta használunk.

Detektor – a fénysugárzást elektromos jellé alakítja – fotocella, fotodióda (dióda-sor).

A mérés hullámhossza

A fotometriás mérések során, ha ismerjük azt a hullámhosszt, amelyen mérnünk kell, akkor ezt a műszeren beállíthatjuk, és a monokromátor kiválasztja a fényforrás polikromatikus, azaz összetett fényéből azt a hullámhosszú fény sugarat, amelyet beállítottunk. Sok esetben ezt nem ismerjük, és nekünk kell megállapítani a méréshez legalkalmasabb hullámhosszt. Ilyenkor úgy járunk el, hogy megmérjük a minta abszorbanciáját egy széles hullámhossztartományban, azaz felvesszük a minta spektrumát:



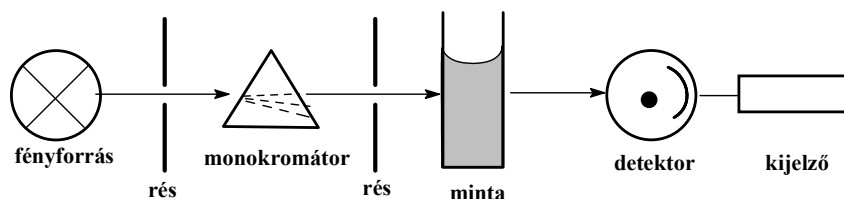
A spektrum alapján kiválasztjuk azt a hullámhosszt, amelyen a legnagyobb a fényelnyelés mértéke. (Azaz megállapítjuk az abszorbancia maximumot). Általában ezen a hullámhosszon kell a mérést végezni.

A nulla abszorbanca megállapítása

A fénypálya nem csak a vizsgált minta, hanem az oldószer (esetleg a vakminta) és a kivető is benne van. Ideális esetben ezek fényelnyelése a mérés hullámhosszán nulla. A gyakorlatban persze ezeknek is van (bármilyen csekély) fényelnyelése. Ezért a mérés előtt a készüléket nullázni (zérózni) kell. A gyakorlatban ez azt jelenti, hogy a minta mérése előtt a kivetőbe tiszta oldószer (vakmintát) teszünk, beállítjuk a mérés hullámhosszát, és a készüléken megnyomjuk a „Zero” feliratú (vagy más, ezzel azonos jelentésű) gombot. Ekkor a készülék a kivetőből kilépő fénysugarat tekinti I_0 intenzitásúnak, a mért abszorbanciát pedig nullának mutatja. Ezt a műveletet a spektrum felvételekor is el kell végezni.

A fotométer felépítésének elvi vázlata:

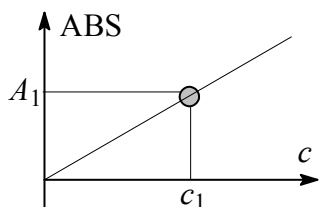
Egy-, és két-fényutas spektrofotométereket használunk. Az egy fénypálya spektrofotométer vázlata:



A fotometriás mérések kiértékelése

I. Kétoldatos módszer.

A Lambert – Beer törvény ($A = \varepsilon \cdot l \cdot c$) értelmében, ha teljesül a törvény, akkor ennek függvényképe egy origón átmenő egyenes:



Ha megmérjük egy ismert koncentrációjú oldat abszorbanciáját, akkor ezzel meghatároztuk az egyenest, hiszen a másik pont, amit ismerünk, a nulla koncentrációhoz tartozó nulla abszorbanca, vagyis az origó.

A függvényből látható, hogy az abszorbanca és a koncentráció között egyenes arányosság van.

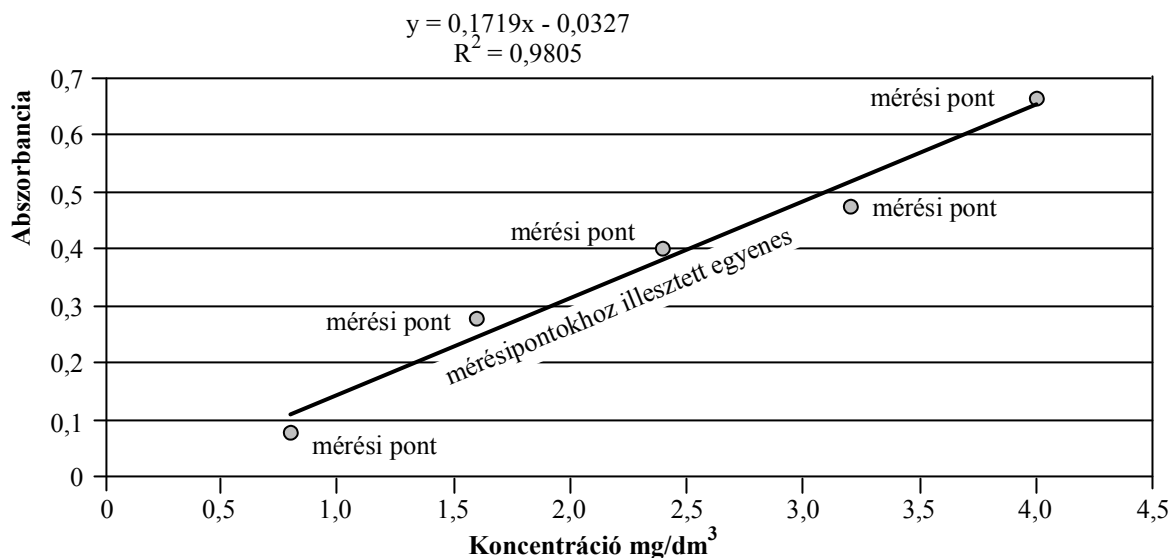
Megmérjük az ismeretlen koncentrációjú oldat abszorbanciáját, és a két mérésből kiszámítjuk az ismeretlen koncentrációt.

$$\frac{c_x}{c_1} = \frac{A_x}{A_1}, \quad c_x = c_1 \cdot \frac{A_x}{A_1}$$

Természetesen ez az igen egyszerű számítás csak akkor használható, ha teljesül a Lambert – Beer törvény. Ha a függvény nem az origóban metszi a függőleges tengelyt, (esetleg nem is lineáris), akkor ez a módszer nem használható.

II. Kalibrációs egyenes illesztése

A vizsgálandó mintából ismert koncentrációjú oldatsorozatot készítünk. (Az oldatsorozat legalább 5-8 tagú legyen.) Minden egyes oldatnak megmérjük az abszorbanciáját. A mért adatokat függvényként ábrázoljuk, és a mérési pontokhoz egyenest illesztünk. Az illesztés azért szükséges, mert a mérési pontok a mérési hibák miatt nem esnek egy egyenesre.



Az egyenes illesztését táblázatkezelő programmal célszerű elvégezni. Gyakori, hogy a fotométerekeket kezelő szoftverbe beépítik az illesztés lehetőségét.

Lángfotometria

A lángfotometria az atomabszorpciós spektrofotometriával együtt az atomspektroszkópiai módszerek közé tartozik. Az atomspektroszkópiai módszerek közös jellemzője, hogy az elemek egymástól független atomjait (vagy ionjait) állítjuk elő gerjesztés segítségével. Ez többnyire úgy érhető el, hogy először az anyagot gőzhalmazállapotba visszük, majd gerjesztjük és az azt követő fénykibocsátást (lángfotometria) illetve a gerjesztéshez kapcsolódó fényelnyelést (atomabszorpció) mérjük.

A módszer minőségi és mennyiségi meghatározásra alkalmas.

Az atomspektroszkópiai módszerek nagyon érzékenyek. A ppm nagyságrendű detektálás szinte semmilyen elemnél nem okoz problémát.

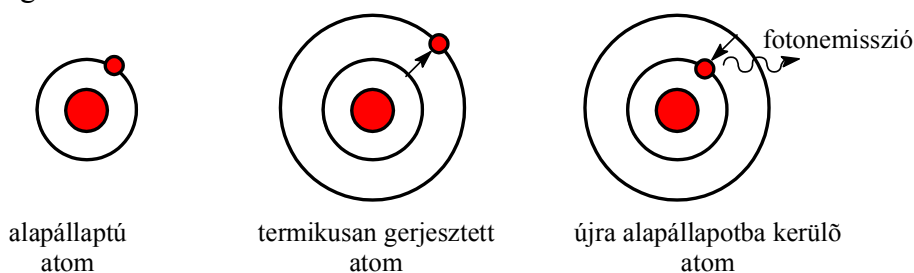
A legkönnyebben gerjeszthető elemek az alkálifémek és alkáliföldfémek. A lángban az atomok termikusan gerjesztődnek majd azt követően fényt emittálnak. A kisugárzott fény intenzitását a Scheibe-Lomakin-egyenlet fejezi ki:

$$I = k \cdot c^n$$

ahol c a vizsgált elem koncentrációja, n értéke jó közelítéssel egynek tekinthető. A fény intenzitása így egyenesen arányos a vizsgált elem koncentrációjával. Ezen az alapon mennyiségi meghatározást végezhetünk. Az emittált fény hullámhossza elemenként más, az anyagi minőségre jellemző.

Az anyagok gerjeszthetősége a lángban

Az alkálifémek és alkáliföldfémek viszonylag alacsony hőmérsékletű lángban is jellemző színű lángfestést adnak. A kibocsátott fény a gerjesztett és az alapállapotú atompályák energianívójának különbségeként az illető anyagra jellemző hullámhosszúságú illetve színű (lángfestés). Ez azt jelenti, hogy az atomok gerjesztődnek és gerjesztett instabil állapotuk fénykibocsátás (emisszió) útján szűnik meg.



A vizsgálandó oldatot a lángba porlasztással juttatjuk be, ahol az első lépésben bepárlódik. Az oldat szárazanyag tartalma először szublimálódik, majd atomizálódik, azaz atomjaira disszociál.

Ionizáció, Termikus disszociáció Teljes bepárlás, mol. gőzképződés	(Égő)
Részleges bepárlás Aeroszol képződés	(Ködkamra)
Aeroszol képződés Minta felszívás	(Porlasztó)

A lángatomizálás részfolyamatai

A láng különböző hőmérsékletű tartományaiban a gerjesztés hatására az atomok egy része ionizálódik (alkálifémek) más részük oxidálódik (alkáliföldfémek). E folyamatok az emittált fény intenzitását csökkentik. E folyamatokat a láng hőmérsékletének beállításával lehet csökkenteni.

A lángban lezajló folyamatok eredményeképp önabszorpciót is észlelünk. Ugyanis az elem nem gerjesztett atomjai a gerjesztett atomok által kibocsátott fény egy részét elnyelik. Ennek következtében nagyobb koncentráció tartományokban az emittált fény nem növekszik tovább és telítési állapot áll elő.

A kationok közül a nátrium-, kálium-, lítium-, kalcium- és báriumionok határozhatók meg kellő pontossággal. Az oldatok optimális koncentráció tartománya a vizsgált ionra $10^{-3} - 10^{-4}$ mol/dm³.

A mérés pontosságát az szabja meg, hogy mennyire tudjuk a mintát reprodukálhatóan a lángba porlasztani illetve mennyire állandó a láng hőmérséklete.

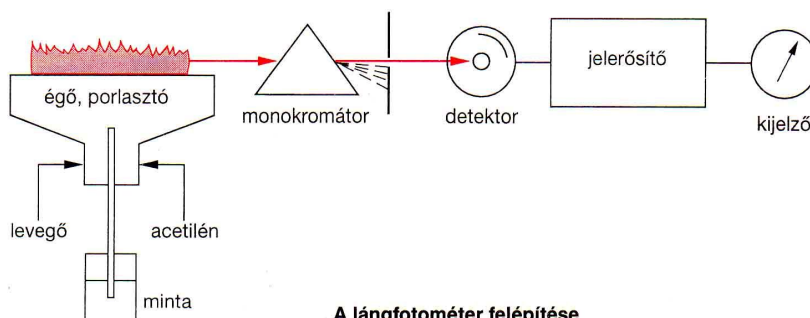
A gyakorlatban használatos mérési módszerek többfélék lehetnek.

- Ha az oldatunk zavaró anyagokat nem tartalmaz, kalibrációs módszerrel dolgozunk. Ez gyakorlatilag azt jelenti, hogy a vizsgált elemet tartalmazó vegyületből oldatsorozatot készítünk az adott koncentráció tartományban. Ügyeljünk arra, hogy a kalibrációs görbe minél jobban közelítse az egyenest. Ekkor dolgozunk ugyanis a kalibrációs görbe lineáris szakaszán. Tömény oldatok esetén a mintát hígítani kell.
- Standard addíciós módszert akkor alkalmazunk, ha zavaró komponenseket tartalmaz a vizsgálandó minta, illetve a koncentrációja kicsi és összetételét sem ismerjük pontosan, így a mintához hasonló összetételű kalibráló oldatsorozatot sem tudunk készíteni. A módszer lényege, hogy a minta egyes részleteiben koncentrációnövekedést hozunk létre és ezután vesszük fel a kalibrációs görbét, illetve határozzuk meg a görbe meredekségét.

A lángfotométerek felépítése

A lángfotométerek egyszerű felépítésűek. Fényforrásra nincs szükség, hiszen a fényforrás maga az emittáló anyag.

A gerjesztéshez szükséges energiát a láng hőmérséklete biztosítja (2000...3000 °C), melyet acetilén vagy PB-gáz elégetésével állítunk elő (többnyire levegő jelenlétében).



A lángfotométer felépítése

A műszer legérzékenyebb része a porlasztó és az égő. A lángot előkevert gázelegy segítségével állítják elő az égőfejen. A gázoknak fontos szerepe van a porlasztásban és a köd létrehozásában. A levegő a Bernoulli-elv alapján a folyadékmintát felszívja és porlasztóba (ködkamra) juttatja, ahol a nagyobb cseppek kicsapódnak és elvezethetők.

A monokromátor feladata a megfelelő hullámhosszúságú emissziós sugárzás elválasztása a többi fénysugártól. A szokásos prizmas vagy rácsos monokromátort alkalmazhatjuk itt is.

A jellemző emissziós fénysugár a detektorba jut. Ez többnyire elektronsokszorozó, melynek jelét elektromosan erősítjük. A jelfeldolgozás után az emittált fénysugárral arányos elektromos jel kerül kijelzésre.

Atomabszorpció

Az atomabszorpciós módszer (AAS) a laboratóriumok leggyakrabban alkalmazott nyomelem-analitikai módszere, mintegy 70 elem meghatározását teszi lehetővé, elsősorban fémekét, igen kis koncentráció tartományban.

Három egymást kiegészítő atomizálási technika terjedt el:

- lángatomizálás
- grafitkályhas atomizálás
- higany-hidrid-AAS módszer (ezzel a módszerrel nem foglalkozunk)

Az atomabszorpciós mérés során a mintából lángban vagy grafit-kemencében magas hőmérsékleten előállított szabad atomok (elemek) jellemző fényelnyelését mérjük.

A fényt, melynek intenzitás csökkenéséből következtetünk az illető elem mennyiségére, speciális lámpa (vájtkatód lámpa) segítségével állítjuk elő.

Az atomabszorpciós spektrofotometria tehát a szabad atomok fényelnyelő képességének mérésén alapul. A gőzhalmazállapotba hozott atomokat olyan monokromatikus fényelnyelővel világítjuk meg, amelyet a kérdéses atom emittálni is tud (rezonanciasugárzás). Itt azonban a rezonanciasugárzást az atomok abszorbeálják (az atomok számának) koncentrációjuk függvényében. Tehát a fényintenzitás csökkenését mérjük.

Az atomizálás folyamata a lángban és a grafitkályhában

Az atomizáláshoz, a szabad atomok létrehozásához 2500...3000 °C hőmérsékletű lángot vagy izzó grafitcsövet (grafitkályhát) alkalmazunk. A folyadékok a magas hőmérsékleten bepárlódnak, majd a szilárd sószemcsék gőzzé alakulnak. Megfelelően magas hőmérsékleten *termikusan atomjaikra disszociálnak*.

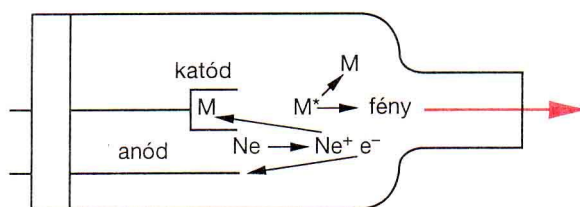
Az atomizálás mellett ionok, oxidok is keletkeznek, sőt bomlási és egyesülési folyamatok is lejátszódnak. Ennek folyamatábráját az előző fejezetben láthattunk.

Az atomabszorpciós készülék felépítése

Az atomabszorpciós készülék az alábbi fő egységekből áll:

- fényforrás
- atomforrás (minta bevitel)
- monokromátor
- detektor
- jel- és adatfeldolgozás

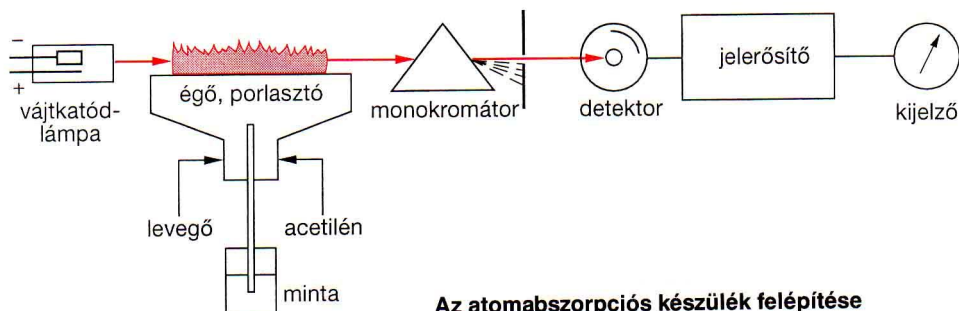
A fényforrásként spektrállámpát alkalmazunk, ami monokromatikus fényt sugároz ki. Ilyen lámpa az ún. vájtkatód lámpa. Ennek lényege a következő. A katód anyaga a vizsgálandó elemből (vagy ötvözetéből) készül. Az anód volfrám. Az elektródokat nemesgáz veszi körül. A katód és anód közé kapcsolt feszültség hatására kisülés jön létre, a katód elektronkibocsátása révén. Az elektromos erőterben felgyorsuló elektronok a nemesgáz ionizációját idézik elő. A gyorsan mozgó nemesgáz ionok becsapódnak a katód felületébe és fématomokat szakítanak le. A szabad atomok nagy sebességű elektronokkal ütközve gerjesztődnek és az elemre jellemző vonalas spektrumot bocsátják ki.



A vájtkatódlámpa és a benne lejátszódó folyamatok

Az elemre jellemző sugárzás a katód térben jön létre és egy kvarc ablakon keresztül hagyja el a fényforrást.

Az atomforrás általában láng. Az elemzés érzékenységét növelhetjük, ha növeljük a fénysugár útját a lángban. Ezért a legtöbb égőfej 5-10 cm hosszú és 0,5-1 mm széles nyílással rendelkezik. A mintabevitel folyamatosan oldat-porlasztással történik a lángfotométerhez hasonlóan.



Az atomabszorpciós készülék felépítése

Érzékenyebb kimutatást tesz lehetővé a grafitkályhas atomizálás. Itt a minta szárítása, elpárologtatása és atomizálása elektromos árammal fűtött grafitcsőben történik. A grafitcső a fénysugárban helyezkedik el, és a kapott jel a csőbe bemért anyag atomkoncentrációjával arányos.

A grafitcsövet védőgázzal (pl. argon) óvjuk meg az oxidációtól. A grafitcsőben mintegy 1500-2000 °C hőmérsékleten atomizálunk. A grafitkályhas atomizálást programozott rendszerű fűtéssel valósítjuk meg. A fűtési program általában három lépésből áll:

- szárítás (100 °C) - oldószer elpárologtatása
- hamvasztás (400-700 °C) - szerves és szervetlen vegyületek termikus lebontása
- atomizálás (1500-2500 °C) - a visszamaradt anyag atomizálása

A harmadik lépcső után rövid időre kb. 3000 °C-ra felfűtjük a grafitcsövet ún. „salakozás” céljából.

Az atomabszorpciós készülékekben közepes felbontású *rácsos vagy prizmás* monokromátort használunk.

A detektor a monokromátor kilépő résén megjelenő sugárzás intenzitásával arányos elektromos jelet állít elő.

A detektor általában *fotoelektron sokszorozó*, melynek működése a szekunder elektron-emisszió alapszik. A fotókatód és az anód között növekvő potenciálú elektródok (dinódák) vannak, melyeken az ütköző elektronok hatványozott elektron-emissziót váltanak ki.

Egyenes illesztése Excel táblázatkezelővel

A következő leírás minden olyan esetre alkalmazható, ahol a mért adatpárokhoz egy egyenest kell illeszteni. A most következő leírás az Office 2003 programcsomag alapján készült. Az Office 2007 esetén kisebb eltérések vannak, ezekre a leírás végén találunk utalást.

1. Írjuk a mérési adatokat az x -szel és y -nal jelzett oszlopokba. Ügyeljünk arra, hogy az első oszlopba a független, a második oszlopba a függő változó kerüljön!
2. Ábrázoljuk a függvényt a diagramvarázslóval:

Jelöljük ki a mérési adatok cellatartományát (mindkét oszlopot), majd kattintsunk az eszközsoron a diagramvarázslóra.

Diagramvarázsló 1. lépés:

Diagramtípus választása: kizárólag a „Pont (XY)” választható!

Altípusok: bal felső, ahol csak a függvény pontjai láthatók és semmilyen vonallal nincsenek összekötve.

Diagramvarázsló 2. lépés: nincs teendő.

Diagramvarázsló 3. lépés: Kitöltendő: diagramcím, értéktengely (x), értéktengely (y)

Jelmagyarázat: ha csak egy függvényünk van, akkor a „Jelmagyarázat látszik” előtti kockából vegyük ki a pipát!

Diagramvarázsló 4. lépés: nincs teendő.

3. Az elkészült diagramot a szükséges mértékben formázzuk meg. Célszerűen vegyük ki a szürke hátteret (dupla kattintás a diagramterületre), a feliratokon, ha képlet van, akkor az indexeket tegyük a helyére, valamint a tengelyeken a számok pontosságát állítsuk be.
4. Valamelyik mérési pontra jobb egérgombbal kattintsunk egyet. Válasszuk a „Trendvonal felvétele” menüpontot!
Típus beállítása: lineáris,
Egyebek beállítása: Egyenlet látszik a diagramon, R-négyzet értéke látszik a diagramon
Szükség esetén a megjelenő feliratokat akkor húzzuk arrébb, hogy a vezetőrács ne zavarjon!
5. A diagram méretét állítsuk be a lap méretéhez igazítva.
6. Töltsük ki a mérési adatok melletti cellákat! (C és D oszlopok) A cellatartományok megnevezése a konkrét feladatnak megfelelően változhat!
7. Töltsük ki a mérési adatok melletti cellákat! **A cellatartományok megnevezése a konkrét feladatnak megfelelően változhat!**

	A	B	C	D
1	x	y	Tengelymetszet:	=METSZ(B2:B9;A2:A9)
2	10	1,3348	Merekség:	=MEREDEKSÉG(B9:B9;A2:A9)
3	20	1,3350	Korreláció (R):	=KORREL(B2:B9;A2:A9)
4	30	1,3360	R^2	=HATVÁNY(D3;2)
5	40	1,3363		
6	50	1,3366	Mért érték (y):	Ide kell írni az „ismeretlen” mérési adatát.
7	60	1,3370	Számított érték (x):	=(D6-D1)/D2
8	70	1,3375		
9	80	1,3380		

8. A munkalap fejlécébe írjuk be nevünket, a mérési feladat címét és a dátumot! (A jegyzőkönyv első oldalával egyezően.)

9. Nyomtatás előtt nézzük meg a nyomtatási képet! A nyomtatás nem lehet **egy oldalnál több**. Szükség esetén állíthatunk a margón, lehet fektetett formátumot használni.

Függvényillesztés az Office 2007 esetén:

1. Írjuk a mérési adatokat az x -szel és y -nal jelzett oszlopokba. Ügyeljünk arra, hogy az első oszlopba a független, a második oszlopba a függő változó kerüljön!
2. Ábrázoljuk a függvényt a **Beszúrás**” fülön válasszuk a „Pont” függvénytypust, azon belül pedig a „Pont csak jelölőkkel” altípust! (Altípusok: bal felső, ahol csak a függvény pontjai láthatók és semmilyen vonallal nincsenek összekötve.)
A megjelenő függvényen jelöljük ki jelmagyarázatot és töröljük a DEL-gombbal.
3. Az elkészült diagramot a szükséges mértékben formázzuk meg. Célszerűen vegyük ki a szürke hátteret, ha ilyen, (dupla kattintás a diagramterületre), a feliratokon, ha képlet van, akkor az indexeket tegyük a helyére, valamint a tengelyeken a számok pontosságát állítsuk be.
4. Valamelyik mérési pontra jobb egérgombbal kattintsunk egyet. Válasszuk a „Trendvonal felvétele” menüpontot!
Típus beállítása: lineáris,
Egyenlet látszik a diagramon, R-négyzet értéke látszik a diagramon
Szükség esetén a megjelenő feliratokat akkor húzzuk arrébb, hogy a vezetőrács ne zavarjon!
5. A diagram méretét állítsuk be a lap méretéhez igazítva.
6. Töltsük ki a mérési adatok melletti cellákat! (C és D oszlopok) A cellatartományok megnevezése a konkrét feladatnak megfelelően változhat!
7. Töltsük ki a mérési adatok melletti cellákat! **A cellatartományok megnevezése a konkrét feladatnak megfelelően változhat!** (A táblázatot lásd az Office 2003 leírás 7. pontjában.)
8. A munkalap fejlécébe írjuk be nevünket, a mérési feladat címét és a dátumot! (A jegyzőkönyv első oldalával egyezően.)
9. Nyomtatás előtt nézzük meg a nyomtatási képet! A nyomtatás nem lehet **egy oldalnál több**. Szükség esetén állíthatunk a margón, lehet fektetett formátumot használni.

Konduktometriás titrálás kiértékelése Excel program segítségével Alapszint

1. A mérési adatokat írjuk be a táblázat egymás melletti oszlopaiba. Az első oszlopba kerül a fogyás, a másodikba a mért vezetést írjuk!
2. Ábrázoljuk a függvényt a diagramvarázslóval:
Jelöljük ki a mérési adatok cellatartományát (mindkét oszlopot), majd kattintsunk az eszközsoron a diagramvarázslóra.
Diagramvarázsló 1. lépés:
Diagramtípus választása: kizárólag a „Pont (XY)” választható!
Altípusok: bal felső, ahol csak a függvény pontjai láthatók és semmilyen vonallal nincsenek összekötve.
Diagramvarázsló 2. lépés: nincs teendő.
Diagramvarázsló 3. lépés: Kitöltendő: diagramcím, értéktengely (x), értéktengely (y)
Jelmagyarázat: a „Jelmagyarázat látszik” előtti kockából vegyük ki a pipát!
Diagramvarázsló 4. lépés: nincs teendő.

3. Az elkészült diagramot a szükséges mértékben formázzuk meg. Célszerűen vegyük ki a szürke hátteret (dupla kattintás a diagramterületre), a feliratokon, ha képlet van, akkor az indexeket tegyük a helyére, valamint a tengelyeken a számok pontosságát állítsuk be.
4. A diagram fejlécébe írjuk be nevünket, a mérési feladat címét, és a dátumot! (A jegyzőkönyv első oldalával egyezően.) Kijelölt diagram mellett a nyomtatási kép megtekintésekor a Beállít... gombra kattintva a fejléc (élőfej) kitölthető.
5. A kiértékeléshez feltétlenül beállítandó formázások:
A „fogyás” tengelyen a skálát állítsuk be (kattintsunk duplán a tengelyre):
Skála: Minimum: 0 cm^3
Maximum: a legnagyobb fogyás
Fő lépték: 1
Kis lépték: 0,1

A függőleges vezetőrácok beállítása. Először állítsuk be a fő vezetőrácokat.
(Diagramterületen jobb egérgomb/Diagram beállítási menüpont/Rácsvonalak földre kattintva jelöljük be az Értéktengely (X) alatt a Fő vezetőrácokat.)
A megjelenő függőleges vezetőrácra duplán kattintva állítsuk be a vastagságát a 3. legerősebbre.
Ezután az előzőhöz hasonlóan állítsuk be a segéd rácokat, de ennek vastagságát ne növeljük.
6. Nyomtatás előtt nézzük meg a nyomtatási képet! Ha a nyomtatás előtt a diagram kijelölt állapotú, akkor csak diagram kerül kinyomtatásra.
7. A kinyomtatott diagramra rajzoljuk be a kiértékeléshez szükséges egyeneseket, és olvassuk le a metszéspontban a fogyást!

Konduktometriás titrálás kiértékelése Excel program segítségével (Haladó)

A cellahivatkozások a mintapéldára vonatkozik. Ha az adatokat másként helyeztük el a táblázatban, akkor a megadott cellahivatkozásokat értelemszerűen aktualizálni kell!

	A	B
1	Fogyás	Vezetés
2	cm ³	mS
3	0	65,0
4	1	61,3
5	2	59,8
6	3	57,6
7	4	57,4
8	5	54,3
9	6	51,2
10	7	48,7
11	8	44,9
12	9	44,0
13	10	41,6
14	11	39,2
15	12	37,3
16	13	36,0
17	14	39,3
18	15	41,0
19	16	43,6
20	17	47,0
21	18	51,0
22	19	52,4
23	20	55,0
24	21	60,0
25	22	63,9

1. A mérési adatokat írjuk be a táblázat egymás melletti oszlopaiba. Az első oszlopba kerül a fogyás, a másodikba a mért vezetést írjuk!

2. Helyezzük a kurzort egy üres cellára és kattintsunk a diagramvarázslóra!

1. lépés: válasszuk ki Pont(XY) függvényt és az 1. altípust, ahol csak a függvény pontjai látszanak, aztán kattintsunk a „Tovább” gombra.

2. lépés: Válasszuk az „Adatsor” fület, kattintsunk a „Hozzáadás” gombra! Kitöltés:

A név mezőt nem kell kitölteni.

X értékek: = Munkalapnév!\$A\$3:\$A\$15

Megjegyzés: az X értékeket kézzel is beírhatjuk, de egyszerűbb, ha az egérrel az A3 cellába kattintva lehúzzuk az egeret az A15 celláig. Ekkor a fenti érték automatikusan beíródik.

Y értékek: = Munkalapnév!\$B\$3:\$B\$15

Megjegyzés: az Y értékeket kézzel is beírhatjuk, de egyszerűbb, ha az egérrel az B3 cellába kattintva lehúzzuk az egeret a B15 celláig. Ekkor a fenti érték automatikusan beíródik.

A cellatartomány kiválasztását nekünk kell meghatározni, úgy, hogy kiválasztjuk a legkisebb vezetési értéket, és az előző pontig tart az első adatsor.

A „Hozzáadás” gombra kattintva kijelöljük a vezetési titrálás emelkedő szakaszának adatsorát:

X értékek: =Munkalapnév!\$A\$17:\$A\$25

Y értékek: = Munkalapnév!\$B\$17:\$B\$25

aztán kattintsunk a „Tovább” gombra.

3. lépés: A „Címek” fülre kattintva töltjük ki a mezőket:

Diagramcím: Kénsav konduktometriás titrálása

Értéktengely (X): NaOH fogyás, [ml]

Értéktengely (Y): Vezetés [mS]

„Rácsvonalak” fülre kattintva csak az Értéktengely (X) fő vezetőrácstól jelöljük meg.

„Jelmagyarázat” fülön a „Jelmagyarázat látszik” jelölést vegyük ki, aztán kattintsunk a „Tovább” gombra.

4. lépés: Nincs teendő. Válasszuk a „Befejezés” gombot.

3. A kész titrálási görbét a szükséges mértékben formázzuk meg. Vegyük ki a szürke háttérrel.

A fogyás tengelyre duplán kattintva állítsuk be a skálán a fő léptéket 1-re (1 ml), a kis léptéket pedig 0,1-re. Minimum értéke nulla, maximum pedig a legnagyobb fogyás értéke legyen! Érdemes a korrelációs egyenesek egyenleteinek fehér háttérrel adni. Ez eltakarja a rácsvonalakat, és az egyenlet jobban olvasható.

4. Egyenes illesztése először az első adatsorra:

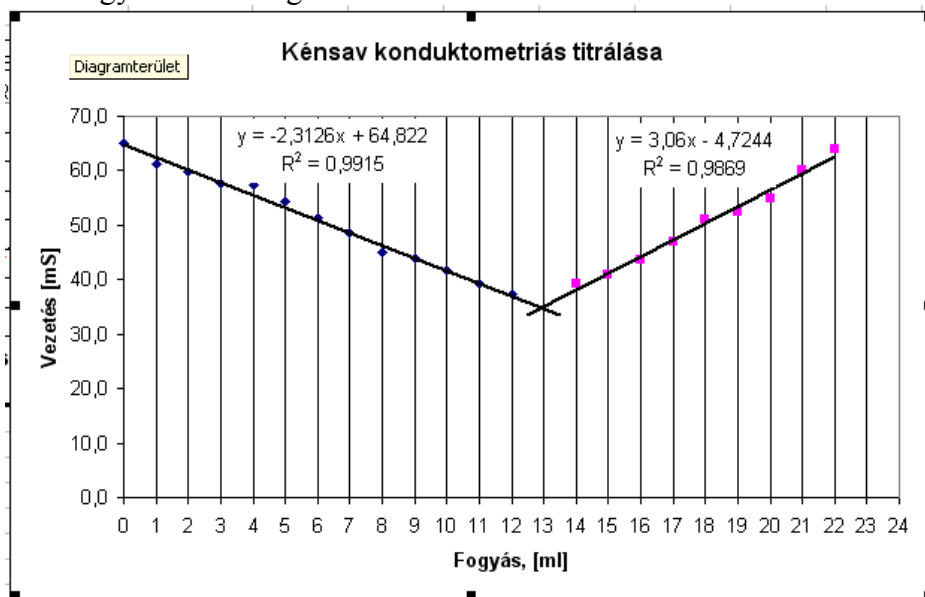
Kattintsunk az első adatsor egyik pontjára az egér jobb gombjával, majd válasszuk a „Trendvonal felvétele” parancsot. Beállítandók:

Típus: lineáris

„Egyebek” fülön pedig jelöljük be, hogy az „Egyenlet látszik a diagramon”, valamint azt hogy „R-négyzet értéke látszik a diagramon”.

Előrejelzés: Előre 1,5 egység, Vissza 0 egység.

5. Egyenes illesztése a második adatsorra:
 Kattintsunk a második adatsor egyik pontjára az egér jobb gombjával, majd válasszuk a „Trendvonal felvétele” parancsot. Beállítandók:
 Típus: lineáris
 „Egyebek” fülön pedig jelöljük be, hogy az „Egyenlet látszik a diagramon”, valamint azt hogy „R-négyzet értéke látszik a diagramon”.
 Előrejelzés: Előre 0 egység, Vissza 1,5 egység.
 Ekkor így néz ki a diagram:



6. Érdemes a fő vezetőrácsokat eggyel vastagabb vonalra állítani úgy, hogy duplán kattintunk rá, és beállítjuk az eggyel erősebb vonalvastagságot.
 7. Ha most a „Diagram beállításai” parancsral kijelöljük a segédvezető rácsokat is, akkor a titrálási görbén az egész köbcentiméterek kicsit vastagabban, a tized köbcentiméterek vékony vonallal látszanak. A képernyőn ez a különbség nem látszik, de nyomtatásban igen. Akár leolvashatjuk a két egyenes metszéspontját, ami a vezetési titrálás egyenértékpontjának felel meg.

A két egyenes metszéspontját meghatározhatjuk a két egyenes egyenletével is.

8. Írassuk ki mindkét egyenes meredekségét és tengelymetszetét, valamint a korrelációs együttható négyzetét:

	D	E
1	Meredekség1:	=MEREDEKSÉG(B3:B15;A3:A15)
2	Tengelymetszet1:	=METSZ(B3:B15;A3:A15)
3	R ² :	=HATVÁNY(KORREL(B3:B15;A3:A15);2)

	G	H
1	Meredekség2:	= MEREDEKSÉG(B17:B25;A17:A25)
2	Tengelymetszet2:	=METSZ(B17:B25;A17:A25)
3	R ² :	= HATVÁNY(KORREL(B17:B25;A17:A25);2)

A minta adataival számolva ez látszik:

	D	E	F	G	H
1	Meredekség1:	-2,3126		Meredekség2:	3,0600
2	Tengelymetszet1:	64,8220		Tengelymetszet2:	-4,7244
3	R ² :	0,99150		R ² :	0,98688

Ez azt jelenti, hogy

az első egyenes egyenlete: $G = -2,3126V + 64,8220$ (G : vezetés, V : fogyás)

a második egyenes egyenlete: $G = 3,0600V - 4,7244$

Az egyenértékponthoz $-2,3126V + 64,8220 = 3,0600V - 4,7244$

amiből $V = \frac{64,8220 - (-4,7244)}{3,0600 - (-2,3126)} = 12,94$

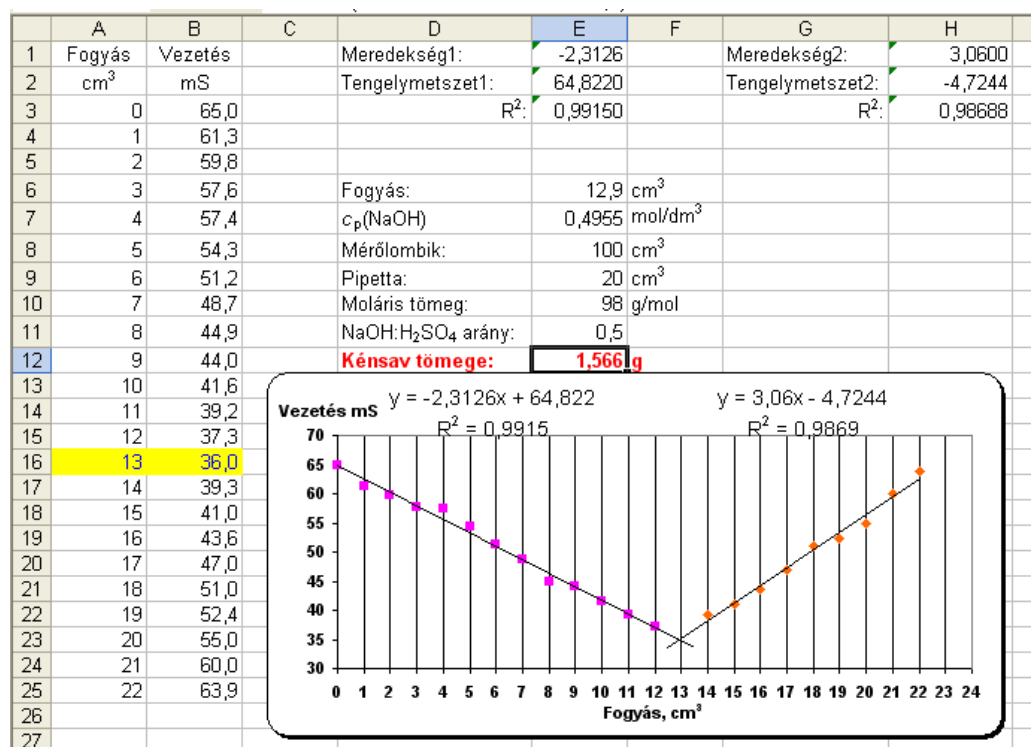
Természetesen ezt az Excel segítségével is kiszámíthatjuk:

Fogyás:	$=(E2-H2)/(H1-E1)$	cm ³
---------	--------------------	-----------------

9. A mérőlombik, a pipetta térfogatainak, a kénsav moláris tömegének beírásával, valamint reagáló anyagok sztöchiometriai arányával végeredményt is számíthatunk:

	D	E	F
6	Fogyás:	$=(E2-H2)/(H1-E1)$	cm ³
7	$c_p(\text{NaOH})$	0,4955	mol/dm ³
8	Mérőlombik:	100	cm ³
9	Pipetta:	20	cm ³
10	Moláris tömeg:	98	g/mol
11	NaOH:H ₂ SO ₄ arány:	0,5	
12	Kénsav tömege:	$=E6*E7*E10*E11*E8/E9/1000$	g

10. A jól végzett kiértékelés a következő eredményt adja:



10. A munkalap fejlécébe írjuk be nevünket, a mérési feladat címét és a dátumot! (A jegyzőkönyv első oldalával egyezően.)
11. Nyomtatás előtt nézzük meg a nyomtatási képet! A nyomtatás nem lehet **egy oldalnál több**. Szükség esetén állíthatunk a margón, lehet fektetett formátumot használni.

Potenciometrius titrálás kiértékelése Excel program segítségével

1. A mérési adatokat írjuk be a táblázat egymás melletti oszlopaiba. Az első oszlopba kerüljön a fogyás, a másodikba a mért elektródpotenciál (esetleg pH).
2. A harmadik oszlopba az elektródpotenciált, vagy pH-t írjuk:

	A	B
1	Fogyás (mL)	pH
2	0	4,0
3	1	4,2
4	2	4,5

3. Ábrázoljuk a függvényt a diagramvarázslóval:
Jelöljük ki a mérési adatok cellatartományát, majd kattintsunk az eszközsoron a diagramvarázslóra.
Diagramvarázsló 1. lépés:
Diagramtípus választása: kizárólag a „Pont (XY)” választható!
Altípusok: baloldalon, felülről a második, ahol a függvény pontjai láthatók és görbített vonallal vannak összekötve.
Diagramvarázsló 2. lépés: nincs teendő.
Diagramvarázsló 3. lépés: Kitöltendő: diagramcím, értéktengely (x), értéktengely (y)
Jelmagyarázat: a „Jelmagyarázat látszik” előtti kockából vegyük ki a pipát!
Diagramvarázsló 4. lépés: nincs teendő.
4. Az elkészült diagramot a szükséges mértékben formázzuk meg. Célszerűen vegyük ki a szürke hátteret (dupla kattintás a diagramterületre), a feliratokon, ha képlet van, akkor az indexeket tegyük a helyére, valamint a tengelyeken a számok pontosságát állítsuk be.
5. A diagram fejlécébe írjuk be nevünket, a mérési feladat címét, és a dátumot! (A jegyzőkönyv első oldalával egyezően.) Kijelölt diagram mellett a nyomtatási kép megtekintésekor a Beállít... gombra kattintva a fejléc (élőfej) kitölthető.
6. Nyomtassuk ki úgy, hogy a teljes titrálási görbe látható legyen. Ha a nyomtatás előtt a diagram kijelölt állapotú, akkor csak diagram kerül kinyomtatásra.
7. Ezután a kiértékeléshez feltétlenül beállítandó formázások:
A „fogyás” tengelyen a skálát állítsuk be (kattintsunk duplán a tengelyre):
Skála: Minimum: a látható fogyás előtt kb. 5 cm³
Maximum: a látható fogyás után kb. 5 cm³
Fő lépték: 1
Kis lépték: 0,1
A függőleges vezetőrácsok beállítása. Először állítsuk be a fő vezetőrácsokat.
(Diagramterületen jobb egérgomb/Diagram beállításai menüpont/Rácsvonalak földre kattintva jelöljük be az Értéktengely (X) alatt a Fő vezetőrácsokat.)
A megjelenő függőleges vezetőrácsra duplán kattintva állítsuk be a vastagágát a 2. legerősebbre.
Ezután az előzőhöz hasonlóan állítsuk be a segédvonalakat, de ennek vastagságát ne növeljük.
8. Nyomtatás előtt nézzük meg a nyomtatási képet!
A kinyomtatott diagramon határozzuk meg a fogyást!