

## Nehézfémion mennyiségi meghatározása spektrofotometrián

### Információs lap

**Eszközök:** spektrofotométer, küvetták, 100 cm<sup>3</sup>-es és 50 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikok, 20 cm<sup>3</sup>-es osztott pipetta, 250 cm<sup>3</sup>-es és 100 cm<sup>3</sup>-es főzőpohár, ioncserélt vizes palack, kesztyű, pipettalabda.

**Vegyszer:** nehézfém-só, pl. Cu, Ni, Mn, Co, vagy Cr-vegyület

#### Végrehajtás:

- Készítsenek 200,0 cm<sup>3</sup> 0,50 mol/dm<sup>3</sup> koncentrációjú oldatot a fémsóból.
- Mérjen be a fenti törzsoldatból 4,0 – 8,0 – 12,0 – 16,0 – 20,0 cm<sup>3</sup>-t egy-egy 50 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikba és állítsa valamennyit jelre.  
Számítsa ki az oldatsorozat koncentrációit mol/dm<sup>3</sup> egységben!
- Adjon be egy névvel ellátott 50 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikot és bürettába töltött törzsoldatot.
- Spektrum üzemmódban vegye fel az alapvonalat, majd a legtöményebb oldat spektrumát.
- Állapítsa meg a maximális elnyeléshez tartozó hullámhosszt.
- Mérjék meg a maximális elnyeléshez tartozó hullámhosszon mérve az oldatsorozat tagjainak abszorbanciáját.
- Mérje meg a minta fényelnyelését is, és határozza meg az oldott anyag koncentrációt mol/dm<sup>3</sup> és g fémion/dm<sup>3</sup> egységekben.
- Készítsenek jegyzőkönyvet, abban adják meg a keresett koncentrációt **mol/dm<sup>3</sup>** és **g fémion/cm<sup>3</sup>** egységekben.

**FIGYELEM!** A nehézfém-sók oldatait fajtánként (külön a rezet, nikkelt, stb.) gyűjteni kell, **NEM** szabad a **LEFOLYÓ**ba önteni!

# Fenol-tartalom meghatározása UV-tartományban spektrofotometriás módszerrel

## Információs lap

**Eszközök** 100 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikok, büretta, spektrofotométer, kvarcüveg küvetta.

**Anyagok:** fenol (helyette szalicilsav is jó), NaOH, ioncserélt víz.

### 1. Összehasonlító oldatsorozat készítése 0,005 mol/dm<sup>3</sup> koncentrációjú fenol törzsoldatból

- Készítsen 100,0 cm<sup>3</sup> 0,005 mol/dm<sup>3</sup> koncentrációjú fenol törzsoldatot. Az oldószer 0,1 mol/dm<sup>3</sup> koncentrációjú NaOH oldat.  $M(\text{fenol}) = 94 \text{ g/mol}$ .
- Mérjen be büretta segítségével 100 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikokba a 0,005 mol/dm<sup>3</sup> törzsoldatból 0,4; 0,8; 1,2, 1,6 és 2 cm<sup>3</sup>-fenol törzsoldatot, majd töltsse jelig 0,1 mol/dm<sup>3</sup> koncentrációjú NaOH oldattal.
- Az oldat készítésénél *gumikesztyű és védőszemüveg* használata **kötelező!**
- Számolja ki az oldatsorozat tagjainak koncentrációját!

### 2. A fenol spektrumának meghatározása

- Referencia oldatként a 0,1 mol/dm<sup>3</sup> koncentrációjú NaOH oldatot használja, ezzel állítsa be a készülék alapvonalát.
- Határozza meg a fenol abszorpció-maximumát az oldatsorozat legtöményebb tagjával 220 – 320 nm-es tartományban. A méréshez kvarcküvetta használjon.

### 3. 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.

### 4. Az ismeretlen minta abszorbanciájának mérése.

- Töltsse jelre 0,1 mol/dm<sup>3</sup> koncentrációjú NaOH-oldattal az 100 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikban kapott mintát, majd homogenizálja az oldatot.
- Helyezze a fény útjába a mintát tartalmazó küvetta.
- Mérje a minta abszorbanciáját.
- Nyomtassa ki a kalibrációs görbét, ill. a mért adatokat.

### 5. Az ismeretlen minta összetételének meghatározása

Adja meg a minta összetételét fenol mg/50 cm<sup>3</sup> értékben.

## Vaskoncentráció meghatározás tiocianátos színeképzéssel, spektrofotometriásan

### Információs lap

**Eszközök:** 100 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikok, büréta, főzőpohár, mérőhenger, cseppentő.

**A szükséges anyagok:** kálium-permanganát-oldat, 3 g/dm<sup>3</sup>, kálium-tiocianát-oldat (kálium-rodanid), 40 g/200 cm<sup>3</sup>, 5 %-os H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-oldat; cc. HNO<sub>3</sub>

**Vas-törzsoldat:** 1,404 g Mohr-sót [Fe(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O] feloldunk 50 cm<sup>3</sup> ioncserélt víz és 20 cm<sup>3</sup> cc. HCl elegyében. 60-80 °C-ra melegítjük, és cseppenként hozzáadunk annyi 0,02 mol/dm<sup>3</sup> koncentrációjú KMnO<sub>4</sub>-oldatot, hogy gyengén rózsaszín maradjon, majd ioncserélt vízzel 1000 cm<sup>3</sup> mérőlombikban jelig töltjük. Az oldatot műanyag palackban tároljuk. 1 cm<sup>3</sup> törzsoldat 0,2 mg Fe<sup>3+</sup>-t tartalmaz (a törzsoldat többnyire készen van).

**Vas-munkaoldat:** a vas törzsoldat 50 cm<sup>3</sup>-ét ioncserélt vízzel 500 cm<sup>3</sup>-re egészítjük ki. A *munkaoldat* mindig frissen készítjük. 1 cm<sup>3</sup> munkaoldat 20 µg Fe<sup>3+</sup>-t tartalmaz.

### Vizsgálandó minta

Beadandó a bürétába töltött *munkaoldat*, fejenként 1 db 100 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikkal. Töltse ioncserélt vízzel kb. félig (50 cm<sup>3</sup>) a mérőlombikban kapott anyagot, homogenizálja az oldatot; ez lesz a minta.

**Kalibráló oldatsorozat:** Bürétával kimérünk 100 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikba 0, 4, 8, 12, 16, 20 cm<sup>3</sup> *munkaoldat*ot és ioncserélt vízzel kiegészítjük kb. 50 cm<sup>3</sup>-re. Az így elkészített oldatsorozat 0 (vak) - 0,8 - 1,6 - 2,4 - 3,2 - 4,0 mg Fe<sup>3+</sup>/dm<sup>3</sup> koncentrációjú lesz.

**A mérés menete:** A kapott vízmintát ioncserélt vízzel kiegészítjük kb. 50 cm<sup>3</sup>-re.

A vízminta és az oldatsorozat valamennyi tagjához hozzáadunk 2 csepp cc. HNO<sub>3</sub>-at, 2 csepp 5 %-os H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-ot és 1,0 cm<sup>3</sup> tiocianát oldatot, majd jelig töltjük. A mintát és az oldatsorozatot 60 percen belül, 500 nm hullámhosszon, az azonos módon elkészített vakmintával szemben fotometráljuk.

**Beadandó:** a vasion koncentrációja mg/dm<sup>3</sup> koncentrációban kifejezve.