

.....tétel

Na⁺ és K⁺ mennyiségi meghatározása lángfotometrián

Feladat : A minta nátrium és kálium tartalmának meghatározása

- 1.) A kiadott K⁺ törzsoldat (250 ppm = 0,25 mg/cm³ K⁺ koncentrációjú)
és Na⁺ törzsoldat (250 ppm = 0,25 mg/cm³ Na⁺ koncentrációjú)
segítségével 5 tagból álló standard oldat-sorozatot készítünk 100 cm³-es mérőlombikban :
5 - 25 ppm = 0,5-2,5 mg/100 cm³ K⁺ és
5 - 25 ppm = 0,5-2,5 mg/100cm³ Na⁺ tartalommal.
- 2.) Az ismeretlen K⁺ és Na⁺ -tartalmú mintából 100 cm³ törzsoldatot készítünk
- 3.) A „SHERWOOD” lángfotométert üzembehelyezzük és beállítjuk az ideális láng hőmérséklet-
hez szükséges gázáramokat.
- 4.) Fotometráljuk a standard oldat-sorozat tagjait és a mintát úgy, hogy először végigmérjük az
egyik komponenst (pl. a kálium-iont), majd a másikat (pl. a nátrium-iont).
- 5.) A standard sorozat vizsgálati adataiból mérőgörbét szerkesztünk és ennek segítségével
megállapítjuk a minta K⁺ - és Na⁺ -tartalmát.
- 6.) Jegyzőkönyv készítés
A jegyzőkönyv tartalmazza :
 - a rövid mérési elvet
 - a lángfotométer elvi rajzát
 - a törzsoldatok és a standard oldatok adatait
 - a standard oldatok és a minta mérési adatait
 - a mm-papíron ábrázolt mérőgörbét
 - a vizsgálandó minta K⁺- és Na⁺- tartalmát (mg /100 cm³ törzsoldat)

$$\underline{1 \text{ ppm} = 1 \text{ mg/dm}^3}$$

A minta kikérése: 1 db. felcímkézett 100 cm³-es mérőlombikban

Pb²⁺ meghatározása
AAS I – N típusú atomabszorpciós spektrofotométerrel

A mérést oxigénszegény sűrítettlevegő – acetilén lángba porlasztott mintából, Pb - vájtkatódlámpa fényforrással, 217 nm hullámhosszon végezzük.

AAS-I N atomabszorpciós készülék kezelési útmutató

Bekapcsolás előtt :

- ellenőrizzük a készülék elektromos és gáz csatlakozásait
- ellenőrizzük a mintafelszívó kondenzédyét, szükség esetén túlfolyóig töltjük fel deszt.vízzel
- a túlfolyó kivezetése alá tegyünk gyűjtőedényt, helyezük be megfelelően illetve a mintafelszívó csiszolatos csatlakozóját
- általában az alsó, egyszeres fényutat használjuk (a fényút felnyitott fedélnél szerelhető át)
- ellenőrizzük, hogy az elemezni kívánt komponenseknek megfelelő lámpák vannak-e a készülékben
- az első elemezni kívánt komponensnek megfelelő lámpát állítjuk először a fényútba – **fontos, hogy bekapcsolás előtt a fűtőáramszabályzó potmétert alaphelyzetbe állítsuk!**
- ellenőrizzük a gázpalackok nyomását és a reduktorok utáni szekunder nyomást a palackok fő szelepeinek nyitásával (szükség esetén állítunk a reduktoron vagy palackot cserélünk)
- N₂O használatakor a reduktort melegíteni kell ledermedés ellen, a kisfeszültség fűtőtestet tápláló trafo bekapcsolásával
- ellenőrizzük, hogy a kiválasztott lángtípusnak megfelelő égőfej van-e a készülékbe szerelve (ha nem, cseréljük ki)
- ellenőrizzük az elszívás működőképességét
- A 2mg/cm³ törzsoldatból a megadott koncentrációtartományon belül elkészítjük az 5-tagú - standard oldat-sorozatot 100 cm³-es mérőlombikokban, ezután a mintából is törzsoldatot készítünk

Bekapcsolás:

1.) A fotométert(24) és a gázszabályozó rendszert (78) külön-külön bekapcsoljuk a hálózati kapcsolókkal

2.) 5 perc melegedés után a fűtőáramot a mérendő komponensnek és lámpatípusnak megfelelően a maximális fűtőáram 60-70%-a közé állítjuk: a 2-es fényút (22) benyomásával az Pb-nak megfelelő (39) gombbal a fűtőáramot 8-10 mA-re állítjuk (melegedési idő: kb. 10 perc)

3.) A vizsgált komponensnek megfelelően beállítjuk a megfelelő hullámhossz (46) és rés (16) értékét. Pb -nál : hullámhossz = 217nm közelében a maximális jelnél
rés (ha szüaks.) = 4 közelében 100% transzmittancia

4.) Az égő helyzetelése a vízszintes és függőleges állító csavarokkal úgy, hogy a begyűjtött láng a fényútba kerüljön (a beállítást csak égőcsere esetén kell újra elvégezni).

5.) Megnyitjuk a gázpalackok (acetilén és levegő) főelzáróit

6.) Bekapcsoljuk a ventilátort (nincs külön kapcsolója, csak a konnektorról működik)

Az égő begyújtása:

1. A mintafelszívó alá deszt.vizet teszünk. Ha hosszabb ideig nem kapcsolunk be a műszert, az acetilén gombot kb.5 sec-ig benyomva tartjuk (szellőzés mellett!), hogy a vezetékben esetleg bentrekedt levegőt kiöblítsük. Az acetilénnel való öblítés elmaradása esetleg robbanást okozhat!
- 2.) A gáz térfogatáramok szabályozása a tűszelepek és a rotaméterek segítségével történik:
levegő(AIR) : 450 l/óra Acetilén(C₂H₂):100 l/óra N₂O : 200-220 l/óra
- 3.) A gázáramok indítása az őrláng gyújtógomb benyomásával automatikusan történik. Az őrláng meggyullad és automatikusan begyújtja az égőt is. Addig nyomjuk, amíg begyújt a főégő is. (A begyújtást a huzat miatt,csukott ajtónál végezzük!)

Mérés :

- 1.) Deszt.víz beporlasztás mellett (vakpróba!) 100% transzmittancia beállítás: auto (25) lenyomásával. (Ha nem áll be pontosan, úgy a réssel (16) pontosíthatunk, vagy 5%-on belüli fűtőáram változtatással. Természetesen szükség szerinti érzékenység állítást is végezhetünk, hogy alacsony kompenzálóárammal érjük el a pontos beállítást) Figyelem! A (16) gomb nagyon érzékeny !
- 2.) Lemérjük egyenként az összehasonlító oldatsorozat tagjait, majd a mintát is. A vizsgálandó minták beporlasztása között az átfedési zavaró hatások kiküszöbölésére deszt.vizet porlasztunk be a 100% -os transzmittancia alapérték ellenőrzésére, esetleg utánállítására.
- 3.) Az összehasonlító oldatsorozat méréseiből mérőgörbét (egyenest) veszünk fel, (T % - a koncentráció függvényében) .
- 4.) A vizsgált minta T %-át a diagramon bejelölve, a koncentrációja leolvasható.

A készülék leállítása

- 1.) Gázáramok leállítása a gázszabályozó kikapcsolásával
- 2.) A gázpalackok főelzáró szelepeinek elzárása.
- 3.) A gázszabályozó újbóli bekapcsolása után először az égést tápláló sűrített levegőt (vagy ha dinitrogénoxidot használtunk,akkor azt) eresztjük ki a megfelelő gomb (AIR, vagy N₂O) lenyomásával, majd az acetilén vezetékét is nyomásmentesítjük a C₂H₂ gomb lenyomásával.
- 4.) A nyomásszabályozót újból kikapcsoljuk.
- 5.) A vajtkaódlámpák fűtőáramát a minimumra állítjuk. (24) benyomásával (39) állítása ütközésig
- 6.) Kikapcsoljuk a fotométer áramellátását, majd a ventillátort.

.....tétel

Pb²⁺ – tartalom meghatározása atomabszorpciós spektrofotométerrel

Feladat:

- 1.) Készítendő 2 mg/cm³ törzsoldatból 5 tagú összehasonlító oldatsorozat 20 – 100 mg/dm³ koncentrációtartományban, 100 cm³-es mérőlombikban.
- 2.) A standard sorozat Pb²⁺- tartalmának lemérése AAS I N –tip. műszeren.
- 3.) A vizsgálandó minta Pb²⁺- tartalmának lemérése.
- 4.) Mérési jegyzőkönyv készítése.

Beadandó: *Jegyzőkönyv formátumban*

- 1.) Az abszorpciós hullámhossz
- 2.) A kiadott minta Pb²⁺- tartalma (mg-ban)
- 3.) A mérési elv
- 4.) Diagram az összehasonlító oldatsorozatról, benne az ismeretlen értékelésével