

2. Fotometriás mérések I.*

2008 október 17.

1. Szín mérése Pt-Co skálán[5]

1.1. Háttér

A platina-kobalt színskála közel színtelen folyadékok sárga árnyalatainak meghatározására alkalmas. Eredetileg szennyvizek színének meghatározására fejlesztették ki, de ma már jóval szélesebb körben használják.

A skála maximum-pontját az 500 ppm koncentrációjú Pt-Co oldat sárga színe adja. Mérés előtt a minta savasságát csökkentjük ($pH \simeq 4$) néhány csepp NaOH-oldat hozzáadásával; a desztillált víz Pt-Co színértéke 0. Az értékeket PCU-ban (platina-kobalt egység) kapjuk.

1.2. A meghatározás menete (hullámhossz 420 nm)

1.2.1. Kalibrálás

A kalibráló küvettába 10 ml desztillált vizet töltünk, majd lemérjük.

1.2.2. A minta látszólagos színe

A második küvettával lemérünk 10 ml szűretlen mintát (a szórások miatt háromszor).

1.2.3. Kontroll

Desztillált vizet mérünk.

2. Alacsony vastartalom mérése

2.1. Háttér

A mérés során a 2,4,6-tripiridil-s-triazin (TPTZ) a folyadéokban oldott vas-ionokkal kékes színreakciót ad[6]. A reakció nagyon érzékeny az alacsony vaskoncentrációkra.

2.2. Mintavétel és -előkészítés

A mintákat műanyag vagy üveg mintavevő edénybe gyűjtjük és konzerváljuk ($pH \simeq 2$, kb. 2 ml/l salétromsavval). Mérés előtt a minta savasságát csökkentjük ($pH \simeq 4$) néhány csepp NaOH-oldat hozzáadásával.

2.3. A mérés menete (hullámhossz 575 nm)

2.3.1. Kalibrálás

Egy mérőhengerbe 25 ml desztillált vizet mérünk, majd hozzáadjuk az egyik csomag reagenst; a hengert bedugva 30 másodpercig erőteljesen rázzuk. A hengerből 10 ml-t az egyik küvettába töltünk, majd a gépet kalibráljuk.

*A meghatározásokat egy HANNA C99 fotométerrel a gyártó protokolljai alapján végezzük

2.3.2. A vastartalom mérése

A mérőhengerbe 25 ml mintát töltünk, majd hozzáadunk egy csomag reagenst. A mintát 30 másodpercig rázzuk a bezárt hengerben, majd 10 ml-t a küvettába töltünk. A küvettát a fotométerbe helyezzük, majd 30 másodperc múlva mérjük. A mérést háromszor megismételjük. Az értékeket $\mu\text{g/l}$ -ben kapjuk.

2.3.3. Kontroll

A kalibráláshoz használt oldatot mérjük. Mérés előtt a minta savasságát csökkentjük ($\text{pH} \simeq 4$) néhány csepp NaOH-oldat hozzáadásával.

3. Foszfát-koncentráció alacsony mérési tartományban

3.1. Háttér

Ammónium-molibdát és kálium-antimonil-tartarát savas közegben reagál az orto-foszfáttal. A keletkező komplex aszskorbinsavval intenzív kék színt ad[4].

3.2. Mintavétel és -előkészítés

A mintákat műanyag vagy üveg mintavevő edénybe gyűjtjük és konzerváljuk ($\text{pH} \simeq 2$, kb. 2 ml/l kénsavval). Mérés előtt a minta pH -ját semlegesítjük NaOH-oldat hozzáadásával.

3.3. A meghatározás menete

3.3.1. Kalibrálás

Tiszta küvettát feltöltünk pontosan 10 ml mintával, betesszük a gépbe, majd azt nullázzuk.

3.3.2. Alacsony foszfát-tartalom meghatározása

Ugyanahhoz a küvettához hozzáadjuk az aszskorbinsavas tasak tartalmát, majd addig rázzuk, amíg a por teljesen feloldódik (≥ 2 percig). Utána a fotométerbe tesszük, megnyomjuk az időzítőt és megvárjuk, amíg a gép három percig számol; ezután mérünk (Read Direct). Ismételjük meg a mérést.

3.3.3. Kontroll

Mérjük le reagálatlan mintát, időzítéssel.

4. Összes foszfor

4.1. Háttér

A módszer a foszfát-meghatározás kibővítése; mivel csak az orto-foszfát ad kék színreakciót, az egyéb foszfor-formákat átalakítjuk kénsavas közegben[2, 4].

4.2. Mintavétel és -előkészítés

A mintákat műanyag vagy üveg mintavevő edénybe gyűjtjük és konzerváljuk ($\text{pH} \simeq 2$, kb. 2 ml/l kénsavval).

4.3. A meghatározás menete (525 nm)

4.3.1. Kalibrálás

Tiszta küvettát feltöltünk pontosan 10 ml mintával és minden további nélkül a gépbe rakjuk, majd a gépet nullázzuk.

4.3.2. A teljes foszfortartalom meghatározása

A küvettát kivesszük a gépből, belesöpöpentünk 10 csepp reagenst (ami elvileg az átalakításhoz szükséges kénsavat tartalmazza). Ezután beleszórjuk az aszkorbinsav-port, majd a bedugott küvettát jól összerázzuk (külön figyelve arra, hogy az ne szálljon el). Miután a reagensek feloldódtak, a küvettát a fotométerbe tesszük, majd megnyomjuk az időzítő gombját. A gép 5 percig számol, ezután manuálisan mérünk (Read Direct); az értékeket mg/l -ben kapjuk meg. Ismételjük meg a mérést, időzítéssel.

4.3.3. Kontroll

Mérjük le reagálatlan mintát, időzítéssel.

5. Minta valódi színének, az összes oldott foszfornak és összes oldott foszfátnak mérése

A különbség a mintavételnél van: a vett mintát $0,45 \mu m$ -es pórusnagyságú szűrőn átszűrjük és a szűrletet mérjük az előzőleg használt protokollok alapján.

Hivatkozások

- [1] ***: 1976, Council Directive of 8 December 1975 concerning the quality of bathing water (76/160/EEC)'. eur-lex.europa.eu/LexUriServ/site/en/consleg/1976/L/01976L0160-20030605-en.pdf.
- [2] ***: 1993, 'Method 365.1 Determination of phosphorus by semi-automated colorimetry'. *Environmental Monitoring Systems laboratory L, Office of Research and Development, U.S. Environmental Protection Agency*, <http://www.epa.gov/waterscience/methods/method/>.
- [3] ***: 1998, Council Directive 98/83/EC of 3 November 1998 on the quality of water intended for human consumption'. <http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=CELEX:31998L0083:EN:NOT>.
- [4] ***: 1999, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater'. *American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation*, www.umass.edu/tei/mwwp/acrobat/sm4500P-E.PDF.
- [5] ***: 2008, 'APHA'. *Insight on Color*, <http://www.hunterlab.com/>.
- [6] O'Malley, J. A., A. Hassan, J. Shiley, and H. Traynor: 1970, Simplified Determination of Serum Iron and Total Iron-Binding Capacity'. *Clinical chemistry* **16**(2), 92–96.

6. Eredmények

	M	S.D.	Kontroll	Egység	Kötelező EK ivóvíz - határértékek [3]
Szín		±			
Fe		±			
P		±			
PO ₄ ³⁻		±			

7. Terepen gyűjtött minták

Helyszín:

Mintavétel időpontja:

Mérések időpontja:

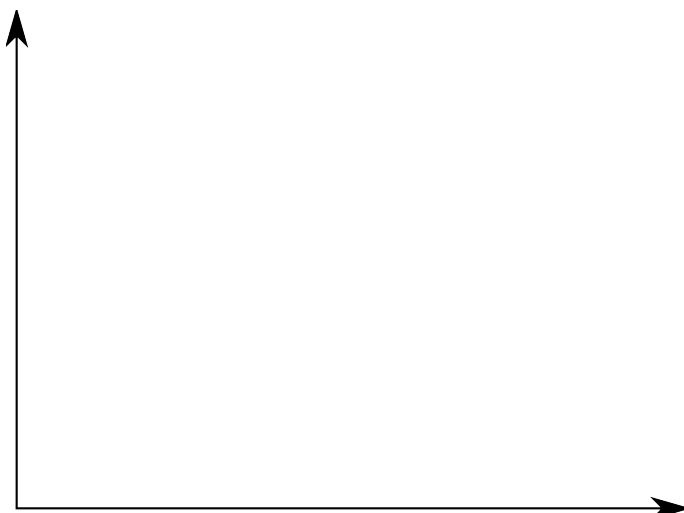
	M ₁	S.D.	M ₂	S.D.	Kontroll	Egység	Kötelező EK fürdővíz - határértékek [1]
Szín							
Fe							
P							
PO ₄ ³⁻							



1. ábra. Szín



2. ábra. Vastartalom



3. ábra. Összes foszfor



4. ábra. Foszfát-koncentráció