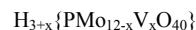


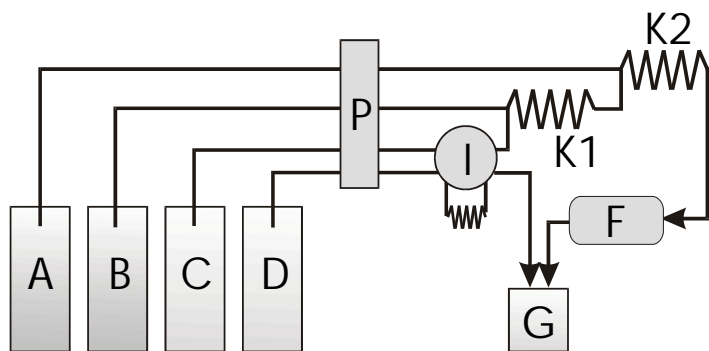
Foszfát-ionok meghatározása áramló oldatos mérés technikával

A következő, áramló oldatos mérés technikát alkalmazó eljárással közvetlenül vizek foszfortartalma határozható meg. Megfelelő roncsolás és minta-előkészítés után növények ill. talaj foszfortartalma is meghatározható. A minta foszfortartalmát a minta előkészítése során ortofoszfáttá (PO_4^{3-}) kell alakítani. A foszfát-ionok meghatározására fotometriás módszert alkalmazunk. Az eljárás során a foszfát-ionokat erősen savas közegben - adott vanadát-ion koncentráció mellett - feleslegben lévő ammóniummolibdáttal reagáltatjuk. A reakció során sárga színű heteropolisavak keletkeznek, valószínű összetételük a következő:



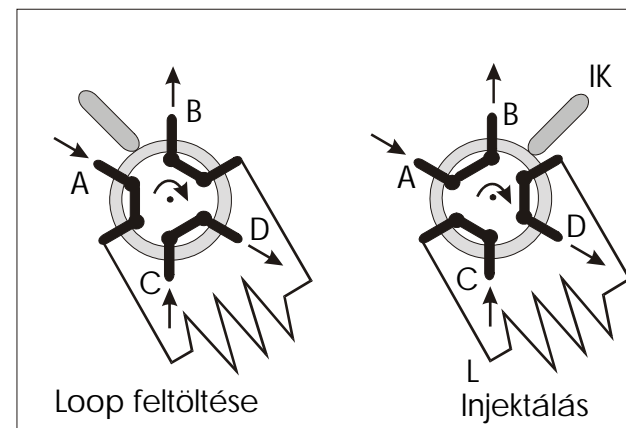
A reakció során kialakuló heteropolisav fényelnyelése a 400-440 nm közötti tartományban egyenesen arányos a minta-oldat foszfát-ion koncentrációjával.

A vizsgálatot áramló oldatos mérés technikával végezzük. A mérési elrendezés az 1. ábrán látható. Az A, B, C folyadék tároló edényekből a P perisztaltikus pumpa segítségével felszívjuk a reagenseket illetve a D mintaoldatot. A C alapoldat és a D mintaoldat először egy I injektorba kerül. Az injektor segítségével adott térfogatú (250 μl) mintaoldatot juttathatunk a rendszerbe. Az alapoldat vagy injektálás esetén a minta a K1 hurokban összekeveredik a B reagens oldattal, majd ez az oldatot a K2 hurokban az A reagenssel keverjük össze. A színreakció lejátszódása után az oldat áthalad az F detektoron, melynek jelét - az ábrán fel nem tüntetett készülékkel - regisztráljuk.



1. ábra. Áramló oldatos (Flow Injection Analysis, FIA) mérési elrendezés foszfát-tartalom mérésére. A - molibdát oldat, B - metavanadát oldat, C - laurilszulfát alapoldat, D - minta oldat, P - perisztaltikus pumpa, I - injektor, K1, K2 - keverő hurkok, F - fotometriás detektor, G - gyűjtőedény

A 2. ábra az injektor felépítését és működését mutatja. Az egyszerű injektornak hat nyílása van, melyből kettő szemköztihez mintavevő hurok (loop) csatlakozik. Az L loop feltöltése során a pumpáról az A bemeneten át folyamatosan érkezik a reagens, és a hurkon áthaladva a B nyíláson át a gyűjtő edénybe kerül. Ez idő alatt az alapoldat a C bemenetről közvetlenül a D nyílásra kerül, mely a detektor felé vezet. Injektáláskor az IK injektáló kart elfordítjuk. (Az elforgatás következtében a nyílásokat összekötő belső csatornák is elmozdulnak, így például az A bemenetet a looppal összekötő csatorna injektáláskor az A-B nyílásokat köti össze). Injektáláskor a mintaoldat az A-B úton keresztül a gyűjtőbe kerül. Az alapoldat C nyíláson a loopra áramlik és az előzőleg a loopban lévő (és így pontosan meghatározott térfogatú) mintaoldatot D-n keresztül a detektor irányába maga előtt tolja. A következő injektálás előtt az IK kart a kiindulási helyzetbe hozzuk, és megvárjuk, míg a loop a mintaoldattal feltöltődik.



2. ábra. Injektor és működése. A - mintaoldat, B - hulladék felé, C - vívő oldat, D - detektor felé, IK - injektáló kar, L - mintavevő hurok (loop)

A meghatározásokhoz a következő oldatokra van szükség:

100 ml ammónium molibdát 15 g/dm^3

100 ml ammónium metavanadát 0.6 g/dm^3 7%-os perklórsavban oldva

250 ml nátrium laurilszulfát alapoldat 1 g/dm^3

kalibráló oldatok: 0, 2, 5, 8, 10 ppm Na_2HPO_4 oldat 25-25 ml

A kalibráló oldatokat úgy kell készíteni, hogy a minta feltárásakor alkalmazott reagenseket (azzal azonos koncentrációban) is tartalmazzák. Az oldatoknak - a minta oldatokat is beleértve - nátrium laurilszulfátot kell tartalmazniok 1 g/dm^3 koncentrációban.

A mérés kivitelezése:

A FIA készüléket állítsuk össze az 1. ábrának megfelelően. Csatlakoztassuk a fotométert a regisztráléhoz és kapcsoljuk be mindkét készüléket. Készítsük el a reagens és kalibráló oldatokat. A laurilszulfát alapoldatból töltsünk 40-50 ml-t egy főzőpohárba és ultrahangos fűrdőben (1 perc) gáztalanítsuk az oldatot. Ezután helyezzük bele mind a négy, a pumpához vezető csövet. Indítsuk meg a pumpát és mintegy 5-8 percig mossuk át a mérőrendszert. A következőkben határozzuk meg az átfolyás sebességét. Ehhez egy 10 ml-e mérőhengert helyezünk a detektorról jövő cső végéhez, és 60 vagy 120 másodpercig pumpáljuk a folyadékot a mérőrendszeren keresztül. Amennyiben az áramlási sebesség nem esik a 1.2-1.8 ml/perc tartományba, a pumpa oldalán lévő szabályzóval módosítsuk a sebességet, majd ellenőrizzük újra. Az injektor töltés állásában a mérőhengert a hulladék cső végéhez illetve mérjük meg mennyi idő alatt áramlik át 1 ml folyadék az injektoron. A mért idő $\frac{1}{4}$ -ed részénél pár másodperccel többre lesz szükség ahhoz, hogy a feltöltött mintavevő hurokban lévő minta a mérőrendszerbe kerüljön. A vizsgálatokhoz alkalmazott sebességeket jegyezzük fel!

A sebesség ellenőrzése után gáztalanítsuk ultrahangos fűrdőben a reagens és a kalibráló oldatokat, majd tegyük az oldatokba a pumpához csatlakozó műanyagcsöveket az 1. ábrának megfelelően. (A kalibráló oldatok közül a legnagyobb koncentrációjúval kezdjük a vizsgálatot). Indítsuk el a pumpát és figyeljük a fotométer kijelzőjét. A jel stabilizálódása után a fotométeren lévő potenciométerrel nullázzuk a kijelzőt, majd nullázzuk a fotométerhez kapcsolt regisztrálót is. Injektáljunk a kalibráló oldatból, regisztráljuk a fényelnyelés növekedését, majd mérjük meg az írszerkezetnek az alapvonalra történő visszatéréséhez szükséges időt! Az injektáláshoz szükséges időtartamot feltétlenül tartsuk be! Az első mérés alapján kiszámíthatjuk az injektálás gyakoriságát, amely rendszerint a 0.5-3/perc közé esik. Ezután a kiszámított időintervallumokat betartva injektáljunk háromszor a legnagyobb koncentrációjú kalibrálóoldatból. A regisztrálás befejezése után állítsuk le a pumpát és a regisztrálót, cseréljük ki a kalibráló oldatot a következőre, majd ismételjük meg a háromszoros injektálást. A műveletet az összes kalibráló oldattal és az ismeretlennel is végezzük el.

Amennyiben az ismeretlen minta csúcsmagassága a leghígabb kalibráló oldatnál kapott értéknél kisebb, a kalibráló oldatnak a laurilszulfát oldattal történő hígításával készítsünk további kalibráló oldatokat és ezeket is mérjük meg.

Kiértékelés: Az adott koncentrációjú oldatokhoz tartozó csúcsmagasságokat mérjük le, átlagoljuk, majd a koncentrációk ismeretében szerkesztünk kalibrációs görbét. Az ismeretlen csúcsmagasság átlagát számítsuk ki, és a kalibrációs görbe felhasználásával állapítsuk meg a foszfát koncentrációt.