

Diák feladatleírás

BIZTONSÁGOS ÚSZÁS

Vízminták foszfát- és nitrát-tartalmának meghatározása

(Eredeti cím: **SAFE SWIMMING**

Measuring phosphates and nitrates in water)

Sok országban vannak olyan tavak, csatornák, medencék, amelyeknek gyönyörű zöld színe van. Nagyon nagy a kísértés arra, hogy ússzunk bennük, hiszen azt képzetet keltik, mint a zöldszínű óceán. Vajon a zöld víz „óceán-víz” vagy a tápanyagok jelenléte miatt nagyon gyorsan növekedő zöld vízi növények okozzák a zöld színt?

Tegyük fel, hogy egy olyan laboratóriumban dolgozol, amely rendszeresen ellenőrzi, hogy a természetes vizek alkalmasak-e úszásra. A helyi lapban megjelent egy cikk, amelyben a riporter megkérdőjelezi egy kis folyócska vízminőségét, amelyben te is gyakran szoktál úszni. A közeli „Zöld Oázis” nevű kempingben nyaraló emberekben aggodalmat kelt ez a negatív sajtóvisszhang és a víz gyanús zöld színével kapcsolatos cikkek. A kemping tulajdonosa, Gregory Reen úr fölhív, mivel már gyermekkorod óta ismer és eszébe jutott, hogy egy laborban dolgozol. Megkér, hogy te és a csoportod vizsgáljátok meg a helyzetet és végezzétek el a szükséges elemzéseket. Ehhez azonban ki kell számítanotok az elvégzendő vízvizsgálatok teljes költségét is.

Rövid összefoglaló

1. Számítsátok ki minden egyes elvégzendő elemzés költségét (vegyszerek, személyi költségek és az épület bérleti díja) és a mérések elvégzése után vizsgáljátok meg, hogy realisztikusak voltak-e a becsült költségek!
2. Vizsgáljátok meg a víz minőségét annak nitrát-tartalma tekintetében két különböző analitikai módszerrel!
3. Hasonlítsátok össze a két nitrát-meghatározási módszert!
4. Határozzátok meg a víz foszfát koncentrációját!
5. Derítsétek ki, hogy a saját országokban mennyi az úszásra, fürdésre alkalmas vizek maximálisan megengedett nitrát- és foszfát koncentrációja!
6. Vonjátok le a következtetést arra vonatkozólag, hogy a ti országokban a vizsgált víz alkalmasnak minősíthető-e úszásra, ill. fürdésre!

Három csoportban fogtok dolgozni:

1. csoport: A vízmintha foszfát-tartalmának meghatározása
2. csoport: A vízmintha nitrát-tartalmának meghatározása UV-VIS spektroszkópiával
3. csoport: A vízmintha nitrát-tartalmának meghatározása fluoreszcens spektroszkópiával

Elvégzendő vizsgálatok

A tanárotook fogja megmondani, hogy mikor kell elvégeznetek a méréseket.

Minden csoport

Feladat

Készítsetek tervet az összes elemzésről és biztosítsátok, hogy a szükséges felszerelés, műszer, és vegyszer rendelkezésetekre álljon!

Készítsetek egy listát:

- Az elemzésekhez szükséges vegyszerekről
- A vegyszerek áráról
- Az analízishez szükséges időről
- Az analitikusok átlagos órabéréről
- A műszerek bérletének költségeiről
- A laboratórium/épület bérleti díjáról

Gyűjtsetek információt az alkalmazandó eljárásokról!

Osszátok el a három mérési módszerrel történő meghatározásokat az 1., a 2. és a 3. csoport között!

Beszélgétek meg a tervet a tanárokkal (beleértve a kiválasztott eszközöket, műszereket és vegyszereket is)!

Minden gyakorlati feladat végzése előtt kockázatbecslést kell végezni.

1. csoport (foszfát-tartalom meghatározása VIS spektroszkópiával)

1. feladat

Alkalmazzátok a www.standardbase.com weboldalon található „*Determination of phosphate in diet Coca Cola using visible spectrophotometry*” című eljárást!

Készítsétek el a foszfát törzsoldatot!

2. feladat

Vegyétek föl a kalibrációs görbét!

3. feladat

Számoljátok át a szükséges mennyiségeket (koncentrációkat) úgy, hogy a saját vízmintátok mérésére alkalmas kalibrációs görbét kapjatok! Végezzétek el a mérést a kalibrációs oldatsorozat tagjai és a minta esetében is!

2. csoport (nitrát-tartalom meghatározása VIS spektroszkópiával)

1. feladat

A „**Tanulói adatlap:** *Nitrátion meghatározása vízmintában VIS spektroszkópiával*” segítségével készítsétek el a nitrát törzsoldatot!

2. feladat

Vegyétek föl a kalibrációs görbét!

3. feladat

Számoljátok át a szükséges mennyiségeket (koncentrációkat) úgy, hogy a saját vízmintátok mérésére alkalmas kalibrációs görbét kapjatok! Végezzétek el a mérést a kalibrációs oldatsorozat tagjai és a minta esetében is!

3. csoport (nitrát-tartalom meghatározása fluoreszcencia fotometriával)

1. feladat

A „**Tanulói adatlap:** *Nitrátion meghatározása vízmintában fluoreszcencia fotometriával*” segítségével készítsétek el a nitrát törzsoldatot!

2. feladat

Vegyétek föl a kalibrációs görbét!

3. feladat

Számoljátok át a szükséges mennyiségeket (koncentrációkat) úgy, hogy a saját vízmintátok mérésére alkalmas kalibrációs görbét kapjatok! Végezzétek el a mérést a kalibrációs oldatsorozat tagjai és a minta esetében is!

Minden csoport

1. feladat

Számítsátok ki a költségeket a víz nitrát- ill. foszfát-tartalom meghatározására használt minden egyes analitikai módszer esetében!

2. feladat

Gyűjtsétek össze a 2. és a 3. csoportban a nitrát-tartalom meghatározások eredményeit és vessétek össze, hogy eldönthessétek melyik a legjobb módszer a mérés pontossága, ill. az eredmények megbízhatósága tekintetében!

3. feladat

Gyűjtsétek össze a víz foszfáttartalmának meghatározásakor mért eredményeket!

4. feladat

Összegezzétek a csoportok által a NO_3^- and PO_4^{3-} meghatározások során kapott eredményeket és írjatok egy jelentést arról, hogy alkalmas-e az adott víz úszásra! Számítsátok ki a vízminta nitrát- és foszfáttartalom mérésének teljes költségét (előbbi esetében a fluoreszcenciás és a xilenolos módszerre is)!

Mérési eredmények

Írjatok egy beszámolót/jegyzőkönyvet az eredményeitekről és következtetéseitekről a laboratórium vezetője (azaz a tanárotok) számára! Használjátok az adataitokat annak alátámasztására, hogy melyik módszert javasolnátok a vízminta nitrát-tartalmának meghatározására, figyelembe véve a mérési módszerek pontosságát és érzékenységét! Írjatok egy jelentést a laboratórium vezetőjének és a kempingtulajdonosnak arról, hogy vajon alkalmas-e úszásra a vizsgált víz.

Önellenőrző feladatok diákoknak

Ehhez töltsétek ki a ProBase weboldalon található „Készségfejlesztés értékelése.doc” fájlt!

Tanulói adatlap: Nitrátion meghatározása vízmintában VIS spektroszkóciával

Alkalmazási terület

Ez a módszer víz nitrát-tartalmának meghatározására használható.

Alapelv

E módszer során xilenolt nitrálunk nitro-xilenollá. A nitro-xilenolt desztilláljuk és nátrium-hidroxid-oldatban nyeletjük el. A sárga oldat abszorbanciáját 430 nm hullámhosszon mérjük. A nitro-xilenol oldat színintenzitása arányos a minta nitrátion koncentrációjával.

Felszerelés

Berendezés

Műszerek:

- Kalibrált analitikai mérleg; pontosság= 0,1 mg
- UV/VIS spektrofotométer

Üvegeszközök és egyéb felszerelés

- 100 cm³ mérőlombik („A” osztályú)
- 500 cm³ mérőlombik („A” osztályú)
- Kalibrált pipetták (5, 10, 15, 20, 25 cm³)
- 300 cm³ csiszoltdugós Erlenmeyer lombik
- Desztilláló készülék

Vegyszerek

- 1-hidroxi-3,4-dimetilbenzol („xilenol”)
- Nátrium-nitrát
- Kénsav 98%
- Nátrium-hidroxid

Reagens oldatok

- Nátrium-nitrát törzsoldat, 0,1 mol NaNO₃ /dm³
Mérjünk be 4.25 g reagens tisztaságú NaNO₃-ot egy 500 cm³-es mérőlombikba. Oldjuk fel vízben, töltsük föl jelig és homogenizáljuk.
- Xilenol oldat
Mérjünk be 0,25 g reagens tisztaságú 1-hidroxi-3,4-dimetilbenzolt 10 cm³ nátrium-hidroxid-oldatba. Az oldódási kb. 60 percet vesz igénybe.
- Kénsav-oldat; c(H₂SO₄) = 13 mol/dm³
Nagyon óvatosan, folytonos keverés közben öntsünk 720 cm³ tömény kénsavat 280 cm³ vízhez.
- Nátrium-hidroxid-oldat; c(NaOH) = 0,2 mol/dm³

Eljárás

A műszer előkészítése

A spektrofotométer hullámhosszát wolfram lámpa használatával ellenőrizhetjük 656.1 nm-nél.

A minta előkészítése

Pipetázzunk 10 ml vízmintát egy 300 cm³-es Erlenmeyer lombikba. Adjunk hozzá 2 cm³ xilenol reagenst és 40 cm³ kénsavat. Zárjuk le az Erlenmeyer lombikot a dugójával, rázzuk jól össze és hagyjuk állni 30 percig 20 °C-on. Adjunk hozzá 100 cm³ vizet és desztilláljuk a nitro-xilenolt egy 100 cm³ kalibrált mérőlombikban lévő 10 cm³ NaOH-oldatba. Kb. 50 cm³ desztillátum gyűjtése után hagyjuk abba a desztillációt. Öblítsük ki a hűtőt 15 cm³ NaOH-oldattal, majd vízzel, amiket hozzáadunk a mérőlombik tartalmához. Töltsük fel vízzel a mérőlombikot jelig. Mérjük az abszorpciót 1 óra állás után 430 nm hullámhossznál. Készítsünk vakmintát az összes reagens felhasználásával, de nátrium-nitrát nélkül. A hulladék külön kezelést nem igényel (a szokásos eljárással, a laboratóriumi gyűjtőben helyezük el).

A kalibrációs görbe

Pipetázzunk 10, ill. 20 cm³ nátrium-nitrát törzsoldatot két különböző 100 cm³-es mérőlombikba, töltsük föl jelig desztillált vízzel és homogenizáljuk. Pipetázzunk mindkettőből 10-10 cm³ oldatot egy-egy Erlenmeyer lombikba és adjunk hozzá 2-2 cm³ xilenol reagenst és 40-40 cm³ kénsavat. Végezzük el mindegyikkel a minta előkészítésénél alkalmazott eljárást (a "Zárjuk le az Erlenmeyer lombikot..." szövegrésztől).

Számítások

Vegyük fel az intenzitást a koncentráció (mg/cm³) függvényében! A minta koncentrációja interpolációval határozható meg.

Az eredmények megadása

Az eredményt mg/cm³ mértékegységben kell megadni.

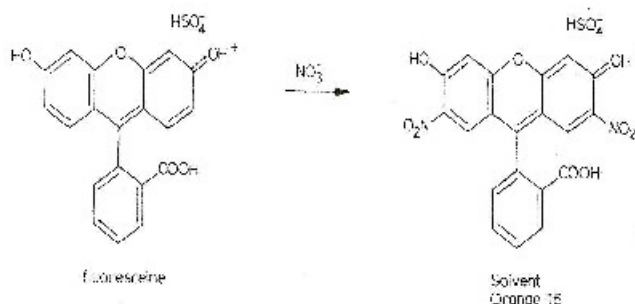
Tanulói adatlap: Víz minta nitrát-tartalmának meghatározása fluoreszcencia fotometriával

Alkalmazási terület

Ez a módszer víz nitrát-tartalmának meghatározására használható.

Alapelv

A fluoreszcein egy fluoreszcens molekula, ami 435 nm hullámhosszon gerjeszthető és 485 nm hullámhosszon sugároz (emittál). Nitrátot adva a fluoreszcein tartalmú oldathoz (tömény kénsav jelenlétében) lejátszódik a nitrát és a fluoreszcein reakciója, valószínűleg a "Solvent Orange 16" nevű anyagot létrehozva, ami már nem fluoreszkáló molekula (ld. az alábbi ábrát).



Felszerelés

Berendezés

Műszerek:

- Kalibrált analitikai mérleg; pontosság= 0,1 mg
- Fluoriméter, változtatható hullámhosszal

Üvegeszközök és egyéb felszerelés

- 50 cm³ mérőlombik („A” osztályú)
- 1000 cm³ mérőlombik („A” osztályú)
- Kalibrált pipetták (0,2; 0,4; 0,6 cm³)
- Kalibrált pipetták (1,0-5,0 cm³)

Vegyszerek

- Fluoreszcein nátrium sója
- Kálium-nitrát
- Kénsav 98%, p. a.

Reagens oldatok

- Kálium-nitrát törzsoldat, 0,2 mmol NO₃⁻ /dm³
Mérjük be 0.2020 g of reagens tisztaságú KNO₃-ot egy 1000 cm³-es mérőlombikba. Oldjuk fel vízben, töltsük föl jelig és homogenizáljuk.
- Dinátrium-fluoreszcein-oldat 5x10⁻⁴ mol/dm³
Oldjunk fel 0,0940 g dinátrium-fluoreszceint 500 cm³ kénsavban. Mindig frissen készített oldatot használjunk!

Eljárás

A műszer előkészítése

A spektrofotométert a használati utasítás szerint állítjuk be.

A minta előkészítése

Pipetázzunk 1-5 ml (maximum 0,005 mg nitrátot tartalmazó) vízmintát egy 50 cm³-es mérőlombikba. Töltsük fel a lombikot frissen készített dinátrium-fluoreszcein-oldattal. Mérjük a fluoreszcenciát 45 múlva (de 47,5 percnél nem később!) a 435 nm gerjesztési hullámhosszon és a 485 nm-es emissziós hullámhosszon.

A kalibrációs görbe

Pipetázzunk 0,2; 0,4 és 0,6 cm³ kálium-nitrát törzsoldatot 50 cm³-es mérőlombikokba és töltsük fel azokat jelig frissen készített dinátrium-fluoreszcein-oldattal.

A csak kénsavat tartalmazó fluoreszcein oldat esetében nullázzuk a műszert (állítsuk 0-ra), a legmagasabb nitrát koncentrációjú oldat esetében pedig 100-ra. Mérjük a fluoriméterrel a fluoreszcenciát minden kalibráló oldat esetében. Számítsuk ki a nitrát tartalmat ppm-ben.

Számítások

Vegyük fel az intenzitást a koncentráció (mg/cm³) függvényében! A minta koncentrációja interpolációval határozható meg.

Az eredmények megadása

Az eredményt ppm-ben kell megadni.

Példa

Nitrátion koncentráció mg/L	Intenzitás
0,00	100
0,04	66,1
0,08	33,2
0,12	1,30

A legkisebb négyzetek módszerével illesztett egyenesből:

Függvény	$Y = -824.25 x + 99.52$
Korrelációs együttható	0.99991

Minta

		VI (95%)	
Y érték	X (számított)	X (minimum)	X (maximum)
17,1	0,10000	0,09584	0,10429
17,4	0,09964	0,09548	0,10392
Átlag	0,09982	0,09566	0,10410

This document was created with Win2PDF available at <http://www.daneprairie.com>.
The unregistered version of Win2PDF is for evaluation or non-commercial use only.