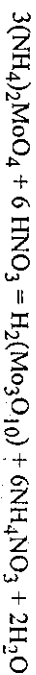


6.1. NÖVÉNYI ANYAGOK FOSZFORTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA ELŐZETES NEDVES RONGCSOLÁS ILLETVE HAMVASZTÁS UTÁN FOLYAMATOS ÁRAMLÁSOS SPEKTROFOTOMETRIÁS MÓDSZERREL

A mérés elve:

A növényi, anyag foszfortartalmát nedves rongcsolással vagy hamvasztással ortofoszfátá alakítjuk. Az ortofoszfátot ásványi savas közegben ammónium-molibdáttal reagáltatva sárga színű heteropolisavak keletkeznek. A molibdenát erősen savas közegben polimerizálódik, majd a polimolibdén-sav reagál az ortofoszfáttal az alábbi reakciók szerint:



A heteropolisavak redukálószerrel, pl. aszkorbinsavval molibdenkékké alakulnak, melyben a molibden egy része +6, más része +5 oxidációs számú. Mind az eredeti heteropolisav, mind a redukált termék összetétele a reakció körülményeinek függvénye (pH, koncentrációarányok, hőmérséklet stb.)

A redukált termék abszorbanciáját 670 nm hullámhosszon mérve az ortofoszfát koncentráció meghatározható.

Mintaelőkészítés:

a./ Nedves rongcsolás

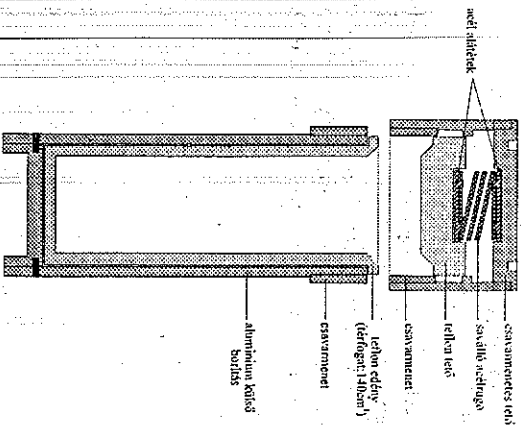
A nedves rongcsolást koncentrált salétromsavval, teflonbombában végezzük, 150°C-on 2 óra hosszat.

Eszközök: teflonbomba (6.4. ábra), sav-adagoló fecskendő, gumikesztyű, cc. HNO₃.

Eljárás: A megfelelően előkészített (porított és szárított) növényi anyagból analitikai mérleggel 0.1 g-nyi mennyiséget bemelegítünk a teflonbombába, fecskendővel hozzáadunk filike alatt 1 ml cc. HNO₃-at és kb. 10 percig a filike alatt állni hagyjuk (hideg előrongcsolás). A bombát lezárjuk, majd 150 °C-ra beállított szárítószekrénybe tesszük 2 órára.

A rongcsolási idő lelete után a zárt bombát filike alatt lehűlni hagyjuk.

A szoba-hőmérsékletre lehűlt bombát jól húzó filike alatt óvatosan kinyitjuk (gumi-kesztyű használata kötelező!) és



a filike alatt állni hagyjuk, míg a nitrózus gőzök eltávoznak. Ezután a bomba tartalmát desztillált vízzel 100 ml-es mérőlombikba mossuk és a lombikot jellegűtőlük. Az esetleges szilárd részeket szűrőpapíron leszűrjük. A szűrlet első 10-20 ml-ét előnytjük és a következő 10 ml-es részletet használjuk a foszfát meghatározásához.

b./ Hamvasztás

A hamvasztást magnézium-nitrát segédanyag jelenlétében, porcelán vagy kvarc tégelyben, 500-510°C-on végezzük.

Eszközök, oldatok:

Porcelán- vagy kvarctégely, kerámia háromszög, tégelyfogó, fecskendő, magnézium-nitrát oldat (50 %-os), HCl (2 M-os).

Eljárás:

A növényi anyagból analitikai mérleggel 0.1 g-nyi mennyiséget mérünk be a tégelybe. Hozzáadunk 2 ml 50 %-os Mg(NO₃)₂ oldatot. Az anyagot jól húzó filike alatt bunzen-lángon óvatosan hevítjük, míg a nitrózus gőzök fejlődése megszűnik. Ezután a tégelyt fogó segítségével 500-510 °C-ra felfűtött kemencébe tesszük és a hamvasztást 2 órán át végezzük. A tégelyt exsikkátorban lehűtjük. A kapott hamut 5 ml 2 M-os HCl-ban oldjuk, az oldatot 100 ml-es mérőlombikba vesszük, desztillált vizzel a tégelyt többször átmoszuk és a lombikot jellegűtőlük.

Az oldatot megsűrítjük, a szűrlet első 10-20 ml-es részletét előnytjük és a következő 10 ml-es részletet használjuk fel a foszfát meghatározásához.

FOSZFÁT MEGHATÁROZÁSA

A foszfát meghatározását folyamatos áramlásos mérőrendszerrel végezzük el. (Flow Injection Analysis, FIA módszer).

Eszközök:

Folyamatos áramlásos mérőrendszer perisztaltikus pumpával, fotometriás detektorral, átfolyó küvetával, injektorral és regisztráló készülékkel (6.5. ábra), szivópalack.

Oldatok:

a./ Molibdenát oldat

3.50 g (NH₄)₆Mo₇O₂₄ x 4H₂O (0.875 g (1.475 g)
0.08 g K(SbO)₄H₄O₆ x 1/2 H₂O (kálium-antimonit-tartarát) (0.02 g, 0.04 g)
70 ml 5 mol/l-es H₂SO₄ (47.5 ml (35.0 ml))
Az összetért anyagokat desztillált vízben higítással oldjuk és mérőlombikban 1000 ml-re töltjük fel. (250 ml ; 500 ml)

b./ Redukáló oldat (frissen készítjük)

5.2 g aszkorbinsavat desztillált vízben oldunk és mérőlombikban 200 ml-re higítjuk. (2.6 g → 100 ml)

c./ Foszfát törzssoldat: 1000 mg PO₄-P/l

5.7464 g Na₂HPO₄ x 2H₂O-t desztillált vízben oldunk, majd mérőolombikban 1000 ml-re töltjük fel.

$$M_{Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O} = 177.989 \text{ g/mol}$$

$$M_{P-PO_4} = 30.974 \text{ g/mol}$$

A törzssoldat desztillált vízzel való megfelelő hígításával 0.5, 1.0, 3.0, 6.0, 9.0, 12.0, 15.0 mg/l PO₄-P töménységű oldatokat készítünk.

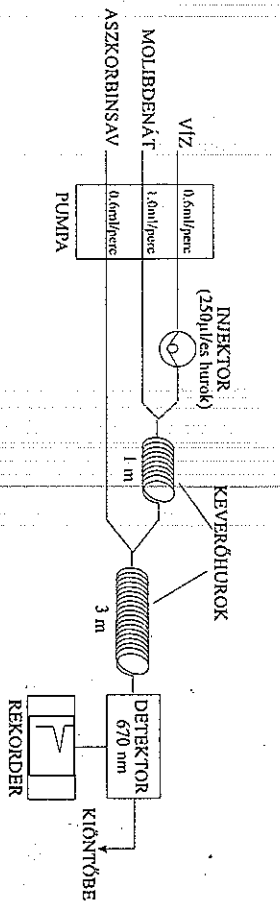
A mérés menete:

Kb. 500 ml desztillált vizet, valamint a molibdenát reagens kb. 200 ml-es részletét levegőmentesítjük.

A mérőberendezést bekapcsoljuk és kb. 10 percig levegőmentesített desztillált vízzel öblítjük át, majd 10 percig az áramlási elrendezésnek megfelelő módon reagenseket áramoltatunk át rajta. A detektort, frésztervezetet beállítjuk. Az alapvonal beállása után megkezdjük a mérést.

Először a kalibráló oldatokból, majd az ismeretlen oldatokból 3-3 párhuzamos injektálást végzünk és regisztráljuk az abszorbanca csúcsokat.

Kalibrációs görbe készítése: az alapvonal berajzolása után a csúcsmagasságokat ábrázoljuk a foszfor koncentráció függvényében. Az ismeretlen minták foszfortartalmát a csúcsmagasságok alapján a kalibrációs görbéről leolvassott koncentrációból számítjuk ki.



6.5. ábra. Folyamatos mérőrendszer ortofoszfát meghatározására