

SUFNILABOR



Vámos István

LED-diódás fotométer házilag

A fotométer egy egyszerű felépítésű kéziműszer, melynek segítségével a legtöbb vízanalitikában használatos mérés elvégezhető.

A bemutatott készülék 9 voltos elemről működik, így nemcsak laboratóriumban, hanem helyszíni vízminta-vizsgálatok is elvégezhetők (hálózati áramforrástól függetlenül). A készülék kijelző egysége egy 3,5 digités LCD display, melyről közvetlenül transzmittancia értékek olvashatók le.

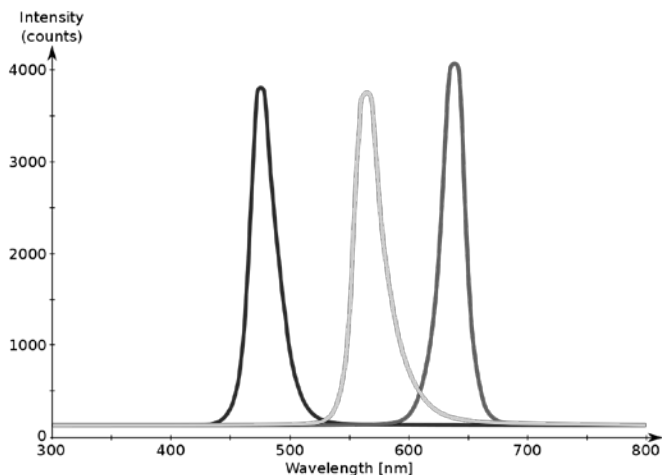
A készülék érdekessége, hogy 3 db különböző színű (piros-zöld-kék) LED dióda segítségével gyakorlatilag a teljes látható tartomány lefedhető. A teljes elektromágneses hullámok spektruma 400 és 800 nm közé esik. Az általunk használt LED diódák emittált fényének maximumai: kék – 460 nm ; zöld – 565 nm ; piros – 680 nm. Természetesen a 3 LED dióda sárga színűvel kiegészítve még jobb „felbontást” ad. A LED diódák spektruma az alábbi ábrán látható.

A három LED dióda a fotométerben egy háromállású kapcsolóval állítható a fényútba.

A készüléken találunk még egy főkapcsolót, egy potenciométer forgató gombot, melynek segítségével a vakmintára, ill. tiszta oldószerre (víz) a kijelzőn 100%-os transzmittanciát állítunk be. A fotométerünk bal alsó felén egy négyszögletes (1,1×1,1 cm-es) nyílást látunk. Ide helyezhetjük be a vizsgálati mintánkat egy 1×1 cm-es küvettában.

Fotométerünkkel a következő vízanalitikai vizsgálatokat próbáltuk ki: ammónium-, foszfát-, klorid-, mangán-, nitrát-, nitrit-, szulfid-, szulfát-, vastartalom meghatározása. Ezek olyan fotometriás mérések, melyekben különböző vegyszerek adagolásával a vizsgálati mintát színreakcióra készítenek, és a kialakult színes oldat fényelnyelését

mérjük. Az egyes méréseknél mindig azt a LED diódát kapcsoljuk, ahol a legnagyobb fényelnyelést mérhetünk (ez a vizsgálati minta színének komplementere).



A LED-diódák spektruma

A fotometria alaptörvénye

A fotometriás mérési módszer azon az elven alapszik, hogy a különböző színű vegyületek oldatai a rajtuk átbocsátott fény egy részét elnyelik. Az intenzitás csökkenéséből lehet következtetni a vizsgálandó oldatban levő ion koncentrációjára. Mérhető fényelnyelése a színes oldatoknak van a látható fény tartományában. Megfelelő kémiai reakciókkal alakítjuk ki a „színtelen” ion színes „változatát”.

A fényelnyelés törvényét az ún. Lambert–Beer-törvény írja le.

A Lambert–Beer-törvény szerint az abszorbancia (fényelnyelés) egyenesen arányos a koncentrációval:

$$\lg \frac{I_0}{I} = A = \varepsilon \cdot c \cdot l$$

ahol ε a moláris abszorpciós együttható, l az úthossz (rétegvastagság), c a vizsgált oldat koncentrációja.

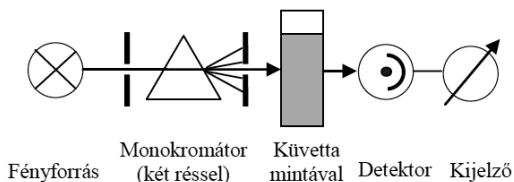
Fényáteresztéssel kifejezve:

$$A = -\lg T$$

$$T = \frac{I}{I_0}$$

ahol I_0 és I rendre a beeső és az átbocsátott fény intenzitása, T pedig a transzmittancia (többnyire %-ban adják meg).

Egy fényutas fotométer vázlatja:



Fényforrás – látható fény tartományára többnyire wolframlámpa, UV tartományban deutériumlámpa.

Monokromátor – az összetett fényt hullámhossz szerint felbontja. Többnyire prizákat, optikai rácsot (esetleg színszűrőt) használnak.

Küvetta – mintatartó eszköz. Többnyire 1 cm-es fényút hossza. Látható tartományban üvegből vagy műanyagból készül, UV tartományban kvarcküvetát használunk.

Detektor – a fénysugárzást elektromos jellé alakítja – fotocella, fotodióda (diódasor).

A spektrofotométerben folytonosan tudjuk változtatni a mintára jutó fény hullámhosszát. A fotométerekben csak meghatározott hullámhosszak állíthatók be (színszűrők, LED-dióda fényforrás).

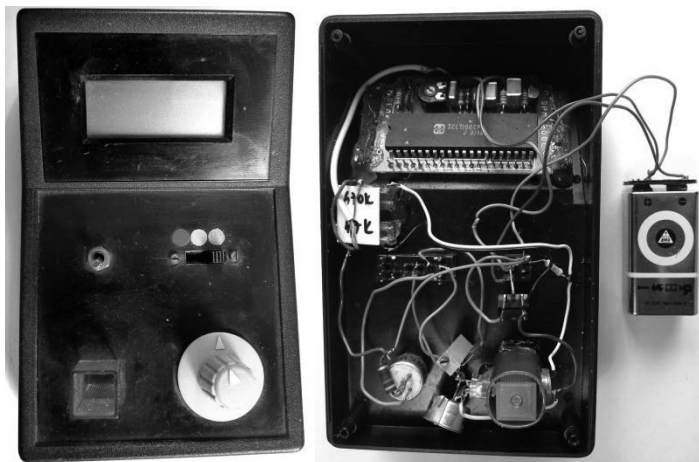
Az általunk építendő fotométerben a fényforrások a LED-diódák, és nincs szükség külön monokromátorra, mert a LED-diódák eleve közel monokromatikus fényt bocsátanak ki. A fotométerünk transzmittanciát fog mérni. Ez a fentiek szerint az abszorbancia tízes alapú negatív logaritmus. A transzmittancia értékek 0 és 100 közé esnek.

A fotometria lényege tehát, hogy állandó rétegvastagság mellett az oldat fényelnyelése miatti fényintenzitás csökkenést mérjük. Gyakorlatban többnyire úgy járunk el, hogy a vizsgált anyag (ion) több ismert koncentrációjánál meghatározzuk a fényáteresztést, illetve ebből meghatározzuk a fényelnyelést, és a kapott értékeket a koncentráció függvényében ábrázoljuk. Híg oldatok esetén a mért

pontok egy egyenesbe esnek. Ezen kalibrációs görbe segítségével határozhatjuk meg ismeretlen oldatok koncentrációját.

A fotométer megépítése

A fotométert egy tenyérnyi nagyságú dobozba építhetjük meg. Az alábbiakban látható a kész fotométer összeszerelt, ill. szétnyitott állapotban.



A doboz készen megvásárolható, de természetesen kereshetünk kallódó kacetjaink között is valami e célra megfelelő méretű műanyag dobozkat. A bevezetőben említettek szerint az LCD kijelzőnek ebben az esetben nekünk kell megfelelő méretű nyílást vágni. A 3,5 digités LCD kijelzőt, ill. LCD-voltmérőt meg kell vásárolnunk. Ha alkatrész-beszerzésre indulunk, akkor lássuk mi kell még...

Előtte nézzük meg a fotométerünk kapcsolási rajzát. Ebből világosan kiderül a beszerzendő alkatrészek listája.

1. LCD-voltmérő modul DVM 210. Ez az egység a bementre kapcsolt 0-200 mV egyenfeszültség kijelzésére alkalmas. A méréshatár természetesen a hozzá csatlakoztatott előtét, ill. sönt ellenállással változtatható. Ára 2700.- Ft körüli.
2. Kék, zöld, (sárga) illetve piros színű LED-diódák; zöld-piros LED-dióda közös tokban is kapható. Ez némiképp egyszerűsíti a

Ha ezeket az alkatrészeket rögzítettük, már csak némi huzalozásra és forrasztásra van szükség a kapcsolási rajz alapján. Külön szerelőpanel nem szükséges, olyan kevés az összekötendő alkatrész, hogy azt kb. fél méter vezetékkel, ún. lengőhuzalozással meg tudjuk oldani. A forrasztáshoz jó, ha van egy kis előzetes tapasztalatunk!

A 470 k Ω és 4,7 k Ω -os (trimmer) potméterek beállító csavarjainak a műszerdoboz oldalára fúrhatunk lyukakat. Ezzel tudjuk beszabályozni, hogy az LCD-voltmérőnk 0 és 100 %-nak megfelelő értéket mutasson.

Ha minden kész, még egy ellenőrzés nem árt meg, hogy mindent jó helyre forrasztottunk-e!

Telepcsatlakoztatás után bekapcsolás, ellenőrizzük, hogy a háromállású kapcsoló tologatásával mindegyik LED-diódánk világít-e! A potméterekkel való behangolás következik. Helyezzünk egy üres küvettát a fényútba és a 4,7 k Ω -os trimmer potméterrel állítsunk „0”-át a kijelzőn, majd a 470 k Ω -ossal 100-as értéket.

Egy egyszerűen kivitelezhető fotometriás mérés: vastartalom meghatározása (MSZ 448/4-83 alapján)

Határkoncentráció: felszíni víz: 0,5 mg/ dm³, ivóvíz: 0,2 mg/ dm³

Mérési tartomány: 0,05 - 3,5 mg/ dm³

Mérési módszer: A háromértékű vasion savas közegben tiocianáttal piros színű vegyületet képez. Ha a tiocianát-koncentráció megfelelően nagy, akkor a színintenzitás a vasion, illetve az eredeti minta összes vaskoncentrációjával arányos.

Reakcióegyenlet: $\text{Fe}^{3+} + 3\text{SCN}^- = \text{Fe}(\text{SCN})_3$

Vegyszerek, oldatok: kálium-tiocianát-oldat (kálium-rodanid), 40 g/200 cm³, 5%-os H₂O₂-oldat; cc. HNO₃

Eszközök: 100 cm³-es mérőlombik, 7 db; buretta, főzőpohár, LED-diódás fotométer

Vas-törzsoldat: 1,404 g Mohr-sót [Fe(NH₄)₂(SO₄)₂·6H₂O] feloldunk 50 cm³ desztillált víz és 20 cm³ cc. HCl elegyében. 60-80 °C-ra melegítjük, és cseppenként hozzáadunk annyi 0,02 mol/ dm³ koncentrációjú KMnO₄-oldatot, hogy gyengén rózsaszín maradjon, majd desztillált vízzel 1 dm³ mérőlombikban jelig töltjük. Az oldatot műanyag palackban tároljuk.

1 cm³ törzsoldat 0,2 mg Fe³⁺ iont tartalmaz.

Vas-munkaoldat: 25 cm³ vas-törzsoldatot 250 cm³-es mérőlombikba pipettázunk (10-szeres hígítás), majd ioncserélt vízzel jelig töltjük. 1 cm³ munkaoldat 20 µg Fe³⁺-t tartalmaz.

Hitelesítő oldatsorozat és a mérés menete:

Bürettával 100 cm³-es mérőlombikokba 0, 4, 8, 12, 16, 20 cm³ munkaoldatot mérünk, és ioncserélt vízzel kiegészítjük kb. 50 cm³-re (a 100 cm³-es lombik kb. félig legyen). Az ismeretlen vízmintát is kiegészítjük kb. 50 cm³-re ioncserélt vízzel.

A vízminta és az oldatsorozat valamennyi tagjához hozzáadunk 2 csepp cc. HNO₃-at, 2 csepp 5%-os H₂O₂-ot és 1,0 cm³ tiocianát-oldatot, majd mindegyik lombikot jelig töltjük. A jelre töltés után a hitelesítő oldatsorozat koncentrációi rendre: 0(vak); 0,8; 1,6; 2,4; 3,2; 4,0 mg/dm³ Fe³⁺.

A mintát és az oldatsorozatot 60 percen belül, a kék LED-diódát bekapcsolva 460 nm hullámhosszon fotometráljuk (előtte a vakmintával nullázunk).

Kalibrációs görbét szerkesztünk. A függőleges tengelyre abszorbanciákat (amit a készülékünk által mutatott transzmittanciából számolunk ki!), a vízszintes tengelyre a koncentrációkat mérjük föl. Ha jól mértünk, akkor a pontjaink egy egyenesre esnek. Ezen kalibrációs görbe segítségével határozhatjuk meg az ismeretlen minta koncentrációját.