

A TITRÁLÁS ALAPJAI

– felkészülés az Irinyi János Kémiaverseny budapesti és országos fordulójára –

ALBERT ATTILA – KEGLEVICH KRISTÓF



Budapest, 2016

Tartalom

Bevezetés

| | |
|---------------------|---|
| Elméleti bevezető | 2 |
| Gyakorlati útmutató | 3 |
| A titrálások fajtái | 5 |

A mérések leírása (nyomtatható jegyzőkönyvminták)

| | |
|--|----|
| 0,1 mol/dm ³ koncentrációjú sósavoldat faktorozása | 6 |
| Ételecet pontos összetételének meghatározása | 7 |
| Kénsavoldat pontos koncentrációjának meghatározása | 8 |
| Bórax (nátrium-tetraborát) kristályvíztartalmának meghatározása | 9 |
| Nikkel(II)-szulfát kristályvíztartalmának meghatározása komplexometriás úton | 10 |
| Cink-acetát tömegének meghatározása komplexometriás úton | 11 |
| Ólomionok komplexometriás meghatározása (két eljárás, eltérő kémhatású közegben) | 12 |
| Kalcium- és magnéziumionok meghatározása egymás mellett komplexometriás úton | 13 |
| Mohr-só kristályvíztartalmának meghatározása | 14 |
| Aceton jodometriás meghatározása | 15 |
| Fenol meghatározása Koppeschaar szerint | 16 |
| Kloridionok meghatározása Mohr szerint | 17 |

Az ismeretlenek és az oldatok elkészítése

Forrásművek

Elméleti bevezető

A titrálás a kvantitatív (mennyiségi) analízis egyik mérési módszere. Lényege, hogy a mérendő anyagot (vagy egy pontos hányadát) egy vele sztöchiometrikusan reagáló, ismert koncentrációjú mérőoldattal reagáltatjuk, majd az elfogyott mérőoldat térfogatából meghatározzuk az ismeretlen komponens mennyiségét. Tömörebben: valamely ismert térfogatú oldat ismeretlen koncentrációjának kísérleti meghatározása.

Ahhoz, hogy ez a meghatározás lehetséges legyen, az adott reakció három feltételnek kell hogy megfeleljen: 1) legyen sztöchiometrikus; 2) legyen gyors; 3) végpontja legyen jelezhető. A meghatározandó anyag többnyire (középiskolások számára mindig) vízdékony folyadék, illetve vizes oldat készíthető belőle. A végpontjelzés többnyire indikátorral történik. A permanganometria esetén az első felesleges csepp KMnO_4 -oldat is láthatóan elszínezi a lombik tartalmát, itt nem kell indikátor. A sav-bázis indikátorok működésének lényege, hogy maguk is (gyenge) savak vagy bázisok, melyek disszociációja esetében színváltozás következik be, vagyis a bomlatlan indikátormolekula más színű, mint a belőle képződő ion. Ügyelnünk kell, hogy egyazon titrálás végzésekor ugyanakkora mennyiségű indikátort juttassunk a lombikokba, máskülönben eltérő színeket láthatunk, vagy indikátorhiba léphet föl (a csapadékos titrálás során az indikátor koncentrációja ki van számolva, nem mindegy, 5 vagy 10 cseppet adagolunk). Az indikátorok nem minden esetben használhatók egymás helyett, a sav-bázis titrálásoknál pl. mérlegelnünk kell, hogy milyen pH-n várható az átcsapás. Ha gyenge savat titrálunk NaOH-oldattal (erős bázis), a végpont kémhatását a képződő, lúgosan hidrolizáló Na-só határozza meg. Így ebben az esetben metilvöröst nem használhatunk, mivel az savas pH-n (4,4–6,2) csap át, a fenolftalein (8,3–10,0) viszont jó. Erős sav és erős bázis reakciója során elvileg metilvörös és fenolftalein is használható lenne, de ilyenkor sosem használunk fenolftaleint, hiszen az lúgos pH-n vált színt, és ott nem tudunk megszabadulni a mérést meghamisító CO_2 -tól.

A mérőoldatok koncentrációja többnyire $0,1 \text{ mol/dm}^3$. A jó mérőoldat pontosan készíthető és állás során megőrzi a koncentrációját. A $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -oldat tiosulfátionja pl. könnyen oxidálódik és diszproporcionálódik, így az oldat idővel változtatja töménységét. Ezért használat előtt — még ha frissen készítettük is — érdemes faktorozni. Sósavból nem is lehet pontos bemérést készíteni, mivel a hígítandó tömény sósav koncentrációját jóformán lehetetlen pontosan megadni. Így az elkészített mérőoldatot névleges koncentrációján kívül a faktor is jellemzi, mely megmutatja a mérőoldat tényleges koncentrációját, illetőleg hogy hányszor töményebb / hígabb a névleges koncentrációjánál.

$$f = c(\text{tényleges}) / c(\text{névleges})$$

A titrálás gyakorlata során számos praktikát sajátíthatunk el. Ezen gyakorlati készségek ismertetése túlfeszítené egy ilyesfajta rövid útmutató kereteit. Hosszú sorukból — jelképesen — az ismeretlen bemérése kapcsán adunk egy-két ötletet. Szilárd anyagokat a mérlegen — hogy az anyag ne érintkezzen közvetlenül a mérleggel, illetve szétszóródó morzsái is fölfoghatóak legyenek — mindig papírcsónak segítségével mérünk be. Ha a mérőoldat faktorozásához készítünk bemérést, olyan anyagot kell választanunk, mely sztöchiometrikus összetételű, könnyen tisztítható, tömegálló (nem higroszkópos, mint pl. a NaOH, amely ráadásul CO_2 -ot is megköt a levegőből) és lehetőleg nagy moláris tömegű (hogy ne kelljen belőle túl keveset bemérni, hiszen ez csak nagyobb pontatlansággal lehetséges).

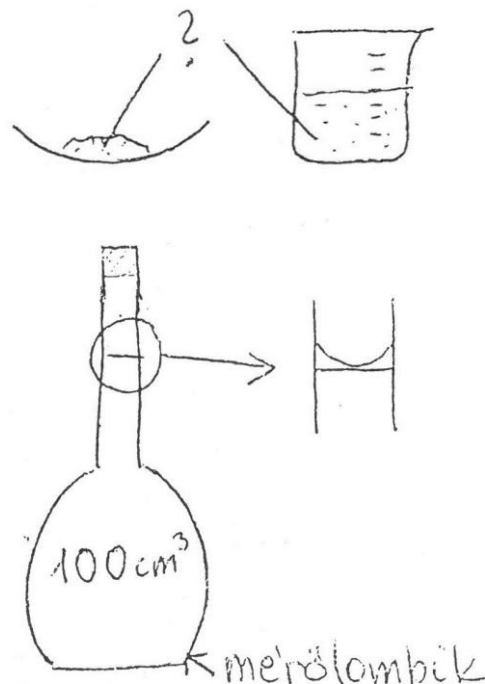
Visszatérve a fenti két példához, a $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -mérőoldatot a pontosan mérhető KIO_3 -ból fölszabadított jóddal, a sósavat pedig KHCO_3 segítségével faktorozhatjuk. Ha azt akarjuk, hogy a kb. $0,1 \text{ mol/dm}^3$ -es sósavból mintegy 10 cm^3 fogyjon titrálásonként, akkor $n = 0,1 \cdot 10/1000 = 0,001 \text{ mol KHCO}_3$ -nak kell kerülnie egy titráló-lombikba. Ha ez a teljes bemérés tizede (ha 100 cm^3 törzsoldatból $10,00 \text{ cm}^3$ -t pipettáztunk ki), összesen $0,01 \text{ mol KHCO}_3$ -ra van szükségünk. Ennek tömege (mivel az anyag moláris tömege éppen 100 g/mol) $1,00 \text{ g}$. Ez a körülmény — a kerek moláris tömeg — könnyűvé teszi a KHCO_3 -tal való munkát. Ha csak $0,98 \text{ g}$ -ot mérünk be, $9,8 \text{ cm}^3$ fogyásra számítunk. Ez pl. egy olyan fortély, amely a gyakorlattal sajátítható el. Szemléleti szempontból is fontos, hogy a bemérésnek nem föltétlenül $1,00 \text{ g}$ -nak kell lennie, $0,90$ – $1,10 \text{ g}$ között bármilyen érték megfelel; természetesen a pontos tömeget föl kell jegyeznünk, hiszen az lesz a számítás alapja! („Mérj be körülbelül, de pontosan 1 g -ot!”)

Az Irinyi János Országos Középiskolai Kémiaverseny szervezői 2014 óta a döntő laboratóriumi feladatául a kilencedikeseknek sav-bázis, a tizedikeseknek komplexometriás titrálást adnak feladatul. Ezért a jelen leírás közölte receptek zöme is e két fajtához tartozik. Ugyanakkor — hogy teljes legyen a kép — három redoxi- és egy csapadékos titrálás receptjét is megadjuk, hiszen ezek elméleti háttérével több kémiát lehet tanulni, mint a komplexometriás titrálások segítségével. A Fazekas Mihály Gimnáziumban valamennyi itt ismertetett receptet kipróbáltuk.

Gyakorlati útmutató

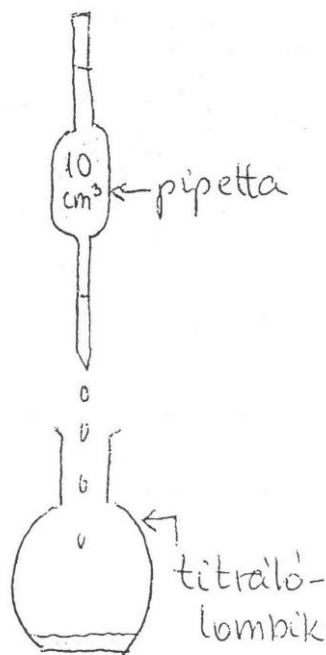
Az ismeretlen koncentrációjú oldatból hígítással készítünk egy pontosan ismert térfogatú oldatot. Ez a törzsoldat.

- **Kimérünk** pontos tömegű / térfogatú ismeretlen szilárd anyagot / oldatot, és a mérőlombikba juttatjuk.
- Desztillált vízzel félig feltöltjük a mérőlombikot, megkavarjuk, majd **feltöltjük** a lombik szárára felkarcolt jelig ügyelve arra, hogy a folyadék szintje jel fölé ne fusson. Ennek érdekében az utolsó 1-2 ml-t cseppentővel érdemes belecsepegtetni.
- A feltöltésnél a jelet **szemmagasságban** olvassuk le, hogy elkerüljük a parallaxishibát! A folyadék meniszkuszának (felszíni görbület; ez üvegeszközben lévő vizes oldatok esetében mindig homorú) felülről kell érintenie a mérőlombik nyakán lévő körkörös jelet. KMnO_4 -oldat esetén (mivel az olyan sötét, hogy nem lehet látni a meniszkuszát) a folyadék tetejének állását olvassuk le.
- A keletkezett oldatot csiszolt dugóval lezárjuk, ezután néhányszor fejre állítva, óvatosan összerázzuk, **homogenizáljuk**, hogy az anyag teljesen egyenletesen legyen szétoszlatva, feloldva.



Az így készített törzsoldatból pontosan ismert térfogatokat pipetázunk ki és titrálólombikban (vagy Erlenmeyer-lombikban) előkészítjük a titráláshoz.

- Veszünk egy 10,00 vagy 20,00 cm^3 -es **pipettát**. (Ügyeljünk arra, hogy tiszta legyen és belül száraz.)
- Öntsünk ki a törzsoldatból egy kis főzőpohárba, és ebből **pipetázunk ki** (állva!) a meghatározott térfogatot! Ügyeljünk arra, hogy a pipetázás közben az egyik kezünkkel a főzőpoharat, a másikkal a pipettát fogjuk. A főzőpohár ne az asztalon legyen, mert a pipetázás közben gyors mozdulat esetén kitorzhat a fogunk! A pipettát előzetesen belülről mindig azzal a folyadékkal nedvesítsük meg, amit mérni akarunk vele!
- A pipetta lehet **egyjelű vagy kétjelű**. Az egyjelű esetében a felső jeltől teljesen kiengedjük a folyadékot a titrálólombikba, a benne maradó egy cseppet azonban nem fújjuk ki! (A pipetába belefújni tilos!) A kétjelű pipetta esetén jeltől jelig leengedve kapjuk meg a mérendő térfogatú oldatot. A pipettát is **szemmagasságban** olvassuk le!
- A pipetázást pipettalabdával vagy pipettafeltéttel végezzük el!
- A titrálólombikba beleengedett ismert térfogatú oldathoz tetszés szerint önthetünk **desztillált vizet**, ez ugyanis nem befolyásolja a benne lévő oldott anyag mennyiségét, azonban a titrást egy kicsit könnyebbé teszi.



teszi. Sav-bázis titrálation esetén kb. 30 cm^3 , komplexometriás titrálation esetén $50\text{--}100 \text{ cm}^3$ oldatot szoktunk titrálation.

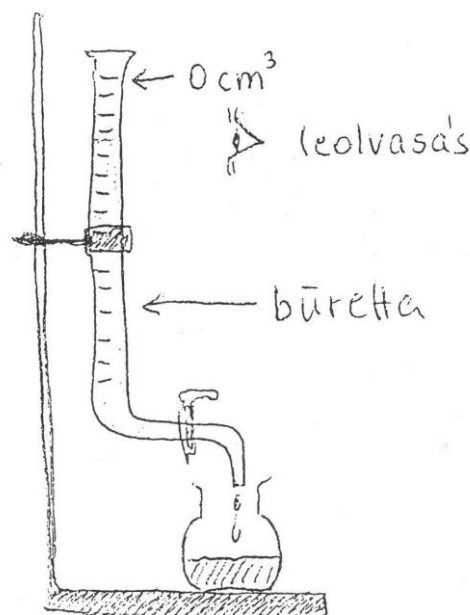
- Belecseppentünk 2-3 csepp **indikátort** (ne felejtse el!), majd félretesszük.
- A különböző titrálationoknál **meghatározott indikátort** kell alkalmazni (metilvörös, fenolftalein, stb.), az átcsapási szint meg kell tanulni!

Előkészítjük a bürettát a titrálationhoz.

- Elővesszük a **bürettát**, amit kétszer **átöblítünk** desztillált vízzel, majd egyszer az ismert koncentrációjú reagenssel, a **mérőoldattal**. Ügyeljünk arra, hogy bürettánk jól zárható legyen!
- Kiöntünk magunknak egy közepes főzőpohárba a mérőoldatból, és abból **töltjük fel a „0” szintig** a bürettát.

A titrálás:

- **Fehér** papírlapot vagy csempét teszünk a buretta alá és megkezdjük a titrálást.
- Lassú ütemben **csepegtetjük** a mérőoldatot a törzsoldathoz, ügyelve arra, hogy egyik kezünkkel a buretta csapját irányítsuk, másikkal pedig a titráló lombikban lévő folyadékot kevergessük.
- A buretta beosztását most ne figyeljük, arra koncentráljunk, hogy az oldat színének pillanat alatt bekövetkező megváltozását észrevegyük, és a buretta csapját azonnal elzárjuk.
- A **sav-bázis titrálás** során a mérőoldatot gyorsan is csepegtethetjük, mert a reakció pillanatszerű, így az első mérés lehet egy gyors próba is. A **redoxititrálás** során a mérőoldatot csak lassú ütemben csepegtethetjük (permanganometria), mert a reakció lassabb!
- Amikor az **indikátor színe megváltozik** (átcsap), azonnal elzárjuk a buretta csapját és leolvassuk a mérőoldat fogyását. Végpontnak azt a pontot nevezzük, amikor egy csepp mérőoldat hatására a legnagyobb színváltozás következik be. Kivételt képeznek a komplexometriás titrálások, amelyek esetében színállandóságig titrálunk.
- Az átcsapás környékén a csepegtetést **lassan** végezzük!
- Bizonyos esetekben a titrálás végpontja előtt az oldatot horzsakő jelenlétében **főlforraljuk**, hogy a bele oldódott szén-dioxid (elsavanyít) eltávozzék.
- A titrálást lehetőleg **négyszer** végezzük el! Az első mérés amolyan **tapogatózó vizsgálat**, gyorsan kiderítjük, hol várható az átcsapás. Ennek fényében a következő **hármalt** az átcsapás környékén **lassan, figyelmesen** titráljuk! E három adatot („fogyást”) jegyezzük fel, ezek átlagával fogunk számolni. (Átlagolni matematikai statisztikai okokból csak páratlan számú mérésből szabad.)
- A fogyások leolvasásának pontossága az adott burettától függ. Ha a buretta 1 cm³-es szakaszán 10 osztás van, a leolvasást **két tizedes jegyre** adjuk meg, úgy, hogy az utolsó számjegy 0, pl. 9,00; 9,10; 9,20 cm³. Ha az 1 cm³-es térfogat 20 részre osztott, a leolvasások a következőképpen alakulnak: 9,00; 9,05; 9,10; 9,15 cm³. Akárhogylátjuk is látni a meniszkusz alját, ezen értékek valamelyikére kerekítünk.



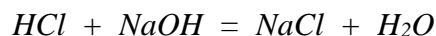
A számítás menete

- A három adatot **átlagoljuk**. Ha valamelyik nagyon eltér a többitől, inkább ne számítsuk bele! (Pl. 12,35 cm³, 12,45 cm³, ~~14,00 cm³~~.) Ilyenkor, ha van időnk, mérjünk meg még egy mintát (12,20 cm³)!

$$V_{\text{átlag}} = (12,35 + 12,45 + 12,20)/3 = 12,33 \text{ cm}^3$$

$$\text{Ebben } n = c \cdot V = 0,10 \cdot 0,01233 = 0,001233 \text{ mol NaOH van.}$$

- A reakcióegyenlet és a törzsoldat koncentrációjának ismeretében **kiszámítjuk** az ismeretlen törzsoldat koncentrációját.



Ugyanekkora anyagmennyiségű HCl reagált el: $n(\text{HCl}) = 0,001233 \text{ mol}$ egy titrálólombikban

A törzsoldatban (mivel 100 cm³-ből 10-et titráltunk) 10x ennyi volt: $n = 0,01233 \text{ mol}$

- A törzsoldat koncentrációjának ismeretében megadjuk az eredeti ismeretlen oldat koncentrációját, illetve összetételét.

A minta (eredetileg 5,00 cm³) koncentrációja: $c = n / V = 0,01233 / 0,005 = 0,2467 \text{ mol/dm}^3$

- **Jegyzőkönyvet** készítünk a mérésről (a mérés menete, a három fogyás, az átlagfogyás és a számítás, a végeredmény megadása aláhúzással).

A titrálások fajtái

1. Alkali-acidimetria, azaz sav-bázis titrálások

(a meghatározás alapjául szolgáló reakció sav-bázis reakció)

Mérőoldat: HCl vagy NaOH

Indikátor: metilvörös – ha erős savat / bázist titrálunk erős savval / bázissal (fenolftaleint nem használunk ilyenkor, mert az lúgos pH-n csap át, és ott nehéz megszabadulni a CO₂-tól),

– ha gyenge bázist mérünk erős savval

fenolftalein – ha gyenge savat mérünk erős bázissal (CO₂ a végpont előtt kiforrallandó)

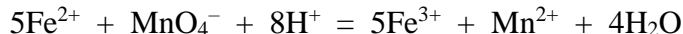
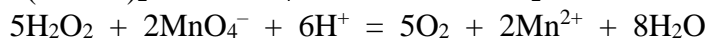
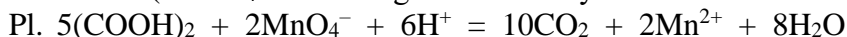
2. Redoxititrálások

2.1. Permanganometria

Mérőoldat: KMnO₄

Indikátor: nincsen (MnO₄⁻-ion intenzív színe rózsaszínként egy csepp feleslegtől is megjelenik)

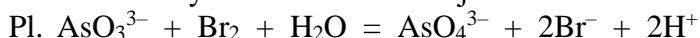
A titrálólombik tartalmát a titrálás megkezdése előtt érdemes fölforralni, különben az elején igen lassú (MnSO₄ kat. is adagolható – a folyamat során keletkező Mn²⁺ autokatalitikus)!



2.2. Bromatometria

Mérőoldat: KBrO₃, amelyből Br₂ keletkezik: $\text{BrO}_3^- + 5\text{Br}^- + 6\text{H}^+ = 3\text{Br}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$

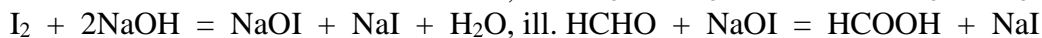
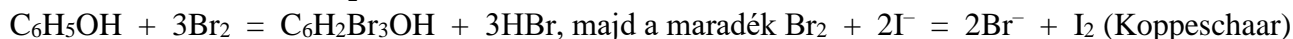
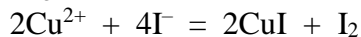
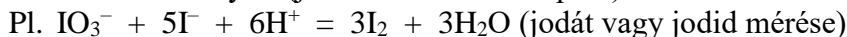
Indikátor: para-etoxi-krizoidin (vörös színe a bromozással mélyül, a végponttól sárga) helyette metilnarancs is jó: vörös színből elszíntelenedik



2.3. Jodometria

Mérőoldat: Na₂S₂O₃; a titrálás egyenlete: $\text{I}_2 + 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} = 2\text{I}^- + \text{S}_4\text{O}_6^{2-}$

Indikátor: keményítő (jóddal sötétkék komplex)



3. Csapadékos titrálások

3.1. Argentometria

Mérőoldat: AgNO₃

Indikátor: K₂CrO₄-oldat ($2\text{Ag}^+ + \text{CrO}_4^{2-} = \text{Ag}_2\text{CrO}_4$ vörös csap.)



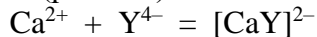
4. Komplexometria (kelatometria)

Mérőoldat: EDTE (etilén-diamin-tetraecetsav)

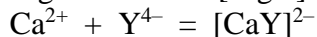
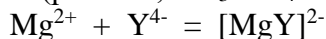
EDTA (etilén-diamin-tetraacetát)

Pl. Ca²⁺ és Mg²⁺ mérése egymás mellett

1. titrálás (pH = 12) — murexid indikátor mellett (piros → lila)



2. titrálás (pH = 10, NH₃/NH₄Cl puffer) — eriokrómfekete-T (lila/piros → búzavirágkék)



0,1 mol/dm³ koncentrációjú sósavoldat faktorozása

1. Analitikai mérlegen mérjük ki körülbelül, de pontosan 1,00 g KHCO₃-ot egy közepen meghajlított papírdarabra, majd (egy másik biztonsági papír fölhasználásával) juttassuk egy 100,0 cm³-es mérőlombikba! A sót a lombikban oldjuk föl kevés — lehetőleg kiforralt — desztillált vízben, majd töltjük jelle a mérőlombikot (= az oldatot 100,0 cm³ térfogatra töltjük föl, ez a törzsoldat).
2. Pipetázzunk négy titrálólombikba 10,00–10,00 cm³ KHCO₃-oldatot, adjunk hozzá kb. 10–10 cm³ desztillált vizet (mérőhengerrel) és 4–5 csepp metilvörös indikátort.
3. Föltöltjük a bürettát az ismeretlen faktorú sósavoldattal.
4. Tapogatózó mérést végzünk: ütemesen csöpögtetjük a sósavat. Fehér háttérrel (csempé vagy papír) biztosítva sárgából átmeneti hagymavörös színig (kezdődő piros) titráljuk az oldatot.
5. A három éles mérés esetében a várható fogyás előtt 2 cm³-rel már nagyon óvatosan titrálunk, a végpontot elérve (hagymavörös) 2–3 szem horzsakövet dobunk az oldatba és alaposan kiforraljuk. Gyorsan lehűtjük, és a kisárgult oldatot hagymavörös színig titráljuk.
6. Feljegyzendő:
 $m(\text{KHCO}_3) =$

 $V_{\text{tapogatózó}} =$

 $V_1 =$

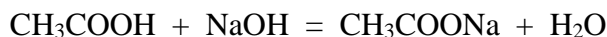
 $V_2 =$

 $V_3 =$

 $V_{\text{átlag}} =$
7. Kiszámítandó: a sósavoldat pontos koncentrációja és faktora.

Ételecet ecetsavtartalmának meghatározása
nátrium-hidroxid mérőoldattal
(gyenge sav titrálása erős lúggal)

Az ecetsav egyértékű gyenge sav. Erős bázis mérőoldattal titrálható. A végpont pH-ját a képződő — lúgosan hidrolizáló — Na-acetát állítja be, ezért olyan indikátort kell választanunk, amely pH = 7 fölött vált színt, például a fenolftaleint.



A biológiai erjesztésű ételecet üvegén az áll, hogy 10%-os. Ez — múltba révedő módon — vegyesszázalékot jelent, azaz hogy hány g oldott anyagot tartalmaz 100 cm³ oldat. A vegyesszázalék valójában nem százalék, hiszen van mértékegysége, a tömegkoncentrációhoz áll közel (g o. a. / dm³ oldat). Mérd meg, a névleges 10 vegyesszázaléknál több vagy kevesebb ecetet kapunk-e pénzünkért a boltban!

1. A kereskedelemben kapható 10%-os ecetsavoldatból önts egy főzőpohárba, pipetázz ki belőle 10,00 cm³-t egy 100,0 cm³-es mérőlombikba, majd töltsd jelre a mérőlombikot (kiforralt, lehűtött desztillált vizet használj)!
2. Az így elkészített törzsoldatot jól rázd össze, majd 10,00 cm³-es részleteit mérd be a titrálólombikokba! Önts a lombikokba 20-20 cm³ desztillált vizet (mérőhengerrel) és csepegtess beléjük 3-4 csepp fenolftaleinoldatot!
3. A bürettát a mérőoldattal való átmosás után töltsd föl az ismert faktorú 0,10 mol/dm³-es NaOH-oldattal, majd az előkészített ecetsavoldatokat fehér háttér fölött (csempe, papír) titrálj meg halvány rózsaszín szín eléréséig! A halvány rózsaszín a titrálás után 10–20 másodpercig meg kell hogy maradjon! Ha oldatunk málnaszörp jellegű lila lett, túltitráltuk.
4. Ha igényes akarsz lenni, a három éles mérés esetében a tájékozódó mérés szerinti végpont előtt felforralod (a még szintelen) oldatot, hogy a CO₂ — még savas pH-n — eltávozzék a rendszerből. Rövid ideig forrald a lombikot, mert az ecetsav is illékony! Lehűtés után a hiányzó néhány csepp mérőoldattal fejezd be a titrálást!
5. Feljegyzendő:

$$f(\text{NaOH}) =$$

$$V_{\text{tapogatódzó}} =$$

$$V_1 =$$

$$V_2 =$$

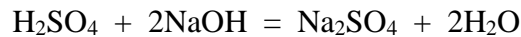
$$V_3 =$$

$$\text{-----}$$
$$V_{\text{átlag}} =$$

6. A kapott eredményekből számítsd ki az ételecet vegyes%-os összetételét! (Az ételecet sűrűsége: 1,013 g/cm³.) Határozd meg a tömeg%-os összetételt is!

Kénsavoldat pontos koncentrációjának meghatározása

A kénsav NaOH-mérőoldattal metilnarancs indikátor jelenlétében kétértékű savként határozható meg:



1. Az ismeretlenként kapott kénsavoldatból pontosan 10,00 cm³-t pipetázz egy 250,0 cm³-es mérőlombikba, töltsd jelre, majd homogenizáld a törzsoldatot!
2. Pipetázz négy titrálólombikba 10,00–10,00 cm³ hígított kénsavoldatot, hígítsd kb. 20–20 cm³ desztillált vízzel (mérőhenger!) és adj hozzá 3–4 csepp metilnarancs indikátort!
3. Töltsd föl a bürettát a 0,10 mol/dm³-es, ismert faktorú NaOH-oldattal!
4. Végezz tapogatózó mérést: ütemesen csöpögtesd az NaOH-oldatot! A vörösből sárgába való átcsapást figyeld! (A metilnarancs átcsapása ugyanolyan, mint a metilvöröse). Fehér háttérrel (csempe vagy papír) biztosítva átmeneti színig titrálj az oldatot! A három éles mérés esetében a várható fogyás előtt 2 cm³-rel már nagyon óvatosan titrálj!
5. Kiszámítandó: az eredeti kénsavoldat pontos koncentrációja és tömegszázalékos összetétele. (Az oldat sűrűsége pl. areométerrel határozható meg, $\rho = 1,060 \text{ g/cm}^3$.)
6. Feljegyzendő:

$f(\text{NaOH-oldat}) =$

$V_{\text{tapogatózó}} =$

$V_1 =$

$V_2 =$

$V_3 =$

$V_{\text{átlag}} =$

Bórax (nátrium-tetraborát) kristályvíztartalmának meghatározása

A bórax (ill. a tetraborát-anion) sósav mérőoldattal metilvörös indikátor jelenlétében kétértékű bázisként határozható meg:

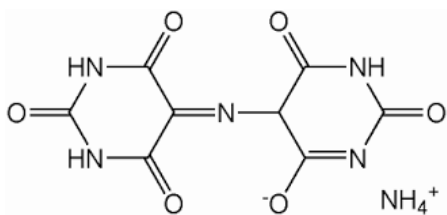


A felszabaduló bórsav igen gyenge sav, jelenléte a metilvörös színváltozását nem zavarja.

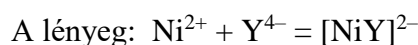
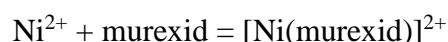
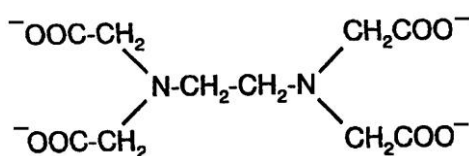
1. Az ismeretlenként kapott körülbelül, de pontosan 1,20–1,80 g tömegű bóraxból (elvileg $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, másként $\text{Na}_2[\text{B}_4\text{O}_5(\text{OH})_4] \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) készíts 100,0 cm³ törzsoldatot! Javaslat: a só zömét papírok segítségével juttasd a mérőlombikba! Ezután az ismeretlen tartalmazó főzőpoharat (lehetőleg kiforralt) desztillált vízzel többször átöblítve a mérőlombik belsejében vidd oldatba a szilárd anyagot! Töltsd jelre a mérőlombikot, végül homogenizáld a törzsoldatot!
2. Pipetázz négy titrálólombikba 10,00–10,00 cm³ bóraxoldatot, hígítsd kb. 20–20 cm³ desztillált vízzel (kb. háromszoros térfogatra, mérőhenger-pontossággal!) és adj hozzá 4–5 csepp metilvörös indikátort!
3. Töltsd föl a bürettát a 0,10 mol/dm³-es, ismert faktorú sósavoldattal!
4. Végezz tapogatózó mérést: ütemesen csöpögtesd a sósavat! Fehér háttérrel (csempe vagy papír) biztosítva sárgából átmeneti hagymavörös színig (kezdődő piros) titrálj az oldatot!
5. A három éles mérés esetében a várható fogyás előtt 2 cm³-rel már nagyon óvatosan titrálj, a végpontot elérve (hagymavörös) dobj 2–3 szem horzsakövet az oldatba, és forrald ki alaposan! Gyorsan hűtsd le, és titrálj a kisárgult oldatot hagymavörös színig!
6. Feljegyzendő:
 $m(\text{bórax}) =$
 $f(\text{sósav}) =$
 $V_{\text{tapogatózó}} =$
 $V_1 =$
 $V_2 =$
 $V_3 =$

 $V_{\text{átlag}} =$
7. Kiszámítandó: a bórax pontos kristályvíztartalma, azaz a $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ képletben az x értéke.

Nikkel(II)-szulfát kristályvíztartalmának meghatározása komplexometriás úton



A nikkeliionok EDTA mérőoldattal gyengén lúgos közegben megtitrálhatóak. A kémhatást ammóniával állítjuk be, amely egyúttal segédkomplekxképzőként is szerepel ($[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$). Indikátorként murexidet használunk (lásd balra), az antibíbor színanyagát, amelyet az ókorban a bíborcsigából vagy a bíbortetűből vontak ki. Ez komplexet képez a Ni^{2+} -ionokkal, csakúgy, mint a mérőoldatként használt EDTA (lúgos közegben deprotonált formájának képletét lásd lent). Mivel az EDTA-val képzett komplex a stabilabb, a titrálás folyamán az EDTA kiszorítja az elsőként kialakuló komplexből az ligandumként bekötődő indikátort, így megjelenik a murexid szabad formájának színe.



- Mérj ki táramérlegen körülbelül, de pontosan 1,00–1,50 g kristályvizes nikkell(II)-szulfátot és jegyezd föl a kimért minta tömegét! Oldd föl a sőt egy főzőpohárban, majd az oldatot öntsd 100,0 cm³-es mérőlombikba (több alkalommal mosd át a főzőpoharat) és készítsd el a törzsoldatot! A jelre töltés után homogenizáld a rendszert!
- Pipettázzál a törzsoldatból négy 200 cm³-es titrálólombikba 10,00–10,00 cm³-es részletet, majd csöpögtess hozzájuk tömény ammóniaoldatot, amíg a kezdetben leváló csapadék föl nem oldódik! Ezzel az oldat lúgos kémhatását (pH ≈ 9-10) állítod be.
- Hígítsd az oldatok térfogatát desztillált vízzel kb. 50 cm³-re! (Ha az oldat a hígítástól megzavarosodik, adj hozzá még szalmiákszeszt!) Szórj mindegyik titrálólombikba néhány kristálynyi (spatula csúcán egy kevéske) murexid indikátort!
- A kapott sárga oldatot titrálj meg 0,050 mol/dm³ koncentrációjú, ismert faktorú EDTA-oldattal!
- Végezz tapogatózó mérést: csöpögtesd ütemesen az EDTA-oldatot. Fehér háttérrel (csempe vagy papír) biztosítva állandó ibolya színig titrálj az oldatot! A három éles mérés esetében a várható fogyás előtt 2 cm³-rel már nagyon óvatosan titrálj!
- Feljegyzendő:

$$m(\text{minta}) =$$

$$c(\text{EDTA}) =$$

$$f(\text{EDTA}) =$$

$$V_{\text{tapogatózó}} =$$

$$V_1 =$$

$$V_2 =$$

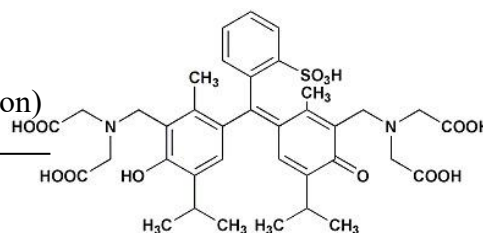
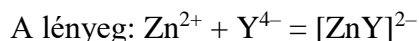
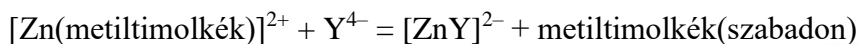
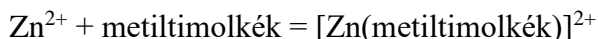
$$V_3 =$$

$$V_{\text{átlag}} =$$

- Kiszámítandó: $\text{NiSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$
x = ?

Cink-acetát tömegének meghatározása komplexometriás úton

A cinkionok hexametilén-tetraminnal (urotropinnal) tompított oldatban ($\text{pH} \approx 5-6$) a metiltimolkékekkel (*képletét lásd jobbra*) és az EDTA-val is komplexet képeznek; utóbbi lényegesen stabilabb. A titrálás folyamán az EDTA kiszorítja az elsőként kialakuló komplexből az indikátor ligandumot, és megjelenik a szabad forma színe.



1. A főzőpohárban ismeretlenként kapott kristályvizes cink-acetát-dihidrátból ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) készíts $100,0 \text{ cm}^3$ törzsoldatot! A söt oldd föl a főzőpohárban, majd az oldatot öntsd a mérőlombikba; több alkalommal mosd át a főzőpoharat! Töltsd jelre a mérőlombikot, végül homogenizáld a törzsoldatot!
2. Pipetázzál négy 200 cm^3 -es titrálólombikba $10,00-10,00 \text{ cm}^3$ cink-acetát-oldatot, térfogatukat desztillált vízzel hígítsd kb. 50 cm^3 -re!
3. Táramérlegen papír(csónak) használatával mérj ki kb. 1 g urotropint, majd oldd fel a titrálólombikokban (lombikonként 1 g -ot). Ez gyengén savas kémhatást állít be. Szórj mindegyik titrálólombikba icike-picike (spatula csúcsán egy kevéske) metiltimolkéket!
4. Töltsd föl a bürettát az ismert faktorú EDTA-mérőoldattal (melynek koncentrációja többnyire $0,050 \text{ mol/dm}^3$).
5. Végezz tapogatózó mérést: csöpögtesd ütemesen az EDTA-oldatot. Fehér háttérrel (csempé vagy papír) biztosítva kékből sárgába, színállandóságig titrálj az oldatot! A három éles mérés esetében a várható fogyás előtt 2 cm^3 -rel már nagyon óvatosan titrálj!
6. Feljegyzendő:

minta sorszáma:

$c(\text{EDTA}) =$

$f(\text{EDTA}) =$

$V_{\text{tapogatózó}} =$

$V_1 =$

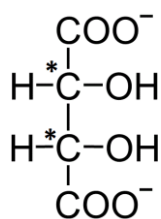
$V_2 =$

$V_3 =$

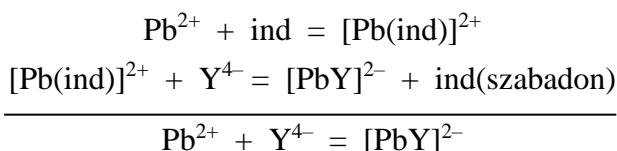
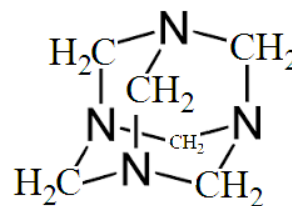
$V_{\text{átlag}} =$

7. Kiszámítandó: $m(\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$

Ólomionok komplexometriás meghatározása (két eljárás, eltérő kémhatású közegben)



Az ólomionokat $\text{pH} \approx 10$, illetve $\text{pH} \approx 5$ kémhatású oldatban egyaránt titrálhatjuk. A $\text{pH} \approx 10$ -es értéket $\text{NH}_3 / \text{NH}_4\text{Cl}$ -pufferrel állítjuk be. A $\text{Pb}(\text{OH})_2$ csapadék leválását segédkomplekxképzővel (tartarátionokkal, lásd balra) akadályozzuk meg, indikátorként eriokrómfekete T-t használunk. A $\text{pH} \approx 5$ -ös kémhatást hexametilén-tetraminnal (azaz urotropinnal, lásd jobbra) biztosítjuk, és metiltimolkék indikátort alkalmazunk.



1. Készíts az ismeretlenként kapott ólom(II)-nitrátból főzőpohárban oldatot, majd a főzőpohár ismételt atmoszával $100,0 \text{ cm}^3$ törzsoldatot! Töltsd jelre a mérőlombikot, homogénizáld az oldatot!
2. Pipettázd ki a törzsoldat $10,00 \text{ cm}^3$ -es részleteit 200 cm^3 -es titrálólombikba! Hat (ha tájékozódó mérést is szeretnél végezni, nyolc) lombikot készíts!
3. Három (négy) lombik tartalmához adj $0,5 \text{ g}$ K-Na-tartarátot (*táramérleg / papírcsónak*) és késelem nélkül 5 cm^3 $\text{NH}_3/\text{NH}_4\text{Cl}$ -puffert (*mérőhenger*)! Összerázás után az oldat nem maradhat csapadékos; szükség esetén még egy kevés K-Na-tartarát hozzáadásával érheted el a kitisztulást. Az oldat térfogatát egészítsd ki $50\text{--}100 \text{ cm}^3$ -re (*szemmérték*), a spatula hegyével juttass bele néhány kristály eriokrómfekete T indikátort!
4. A liláspiros oldatot $0,050 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú EDTA-oldattal állandó, élénk kék színig titrál!
5. A maradék titrálólombikok tartalmát — már tartalmazzák a törzsoldat megfelelő részleteit — $0,5 \text{ cm}^3$ 2 mol/dm^3 -es HNO_3 -oldattal (*méregpipetta*) savanyítsd, térfogatukat egészítsd ki $50\text{--}100 \text{ cm}^3$ -re, adj hozzájuk 1 g urotropint (*táramérleg / papírcsónak*) és a spatula hegyével kevéske metiltimolkék indikátort!
6. A kék színű oldatot EDTA mérőoldattal állandó sárga színig titrál! Jó esetben a kétféle mérés fogysáinak átlaga megegyezik.

Feljegyzendő:

minta sorszáma:

$c(\text{EDTA}) =$

$f(\text{EDTA}) =$

$V_{\text{tapogatódzó}} =$

$V_1 =$

$V_2 =$

$V_3 =$

$V_{\text{átlag}} =$

$V_{\text{tapogatódzó}} =$

$V_4 =$

$V_5 =$

$V_6 =$

$V_{\text{átlag}} =$

Kiszámítandó: $m(\text{Pb}(\text{NO}_3)_2)$

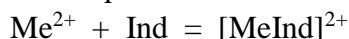
Kalcium- és magnéziumionok meghatározása egymás mellett komplexometriás úton (vízkeménység mérése)

Elmélet

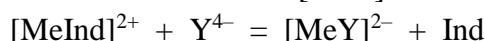
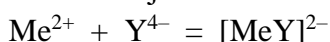
A kalciumionok magnéziumionok jelenlétében pH = 12-es kémhatású oldatban murexid indikátor alkalmazásával szelektíven meghatározhatóak, mert ebben a pH-tartományban a hidroxidionok stabilabb komplexet képeznek a Mg²⁺-ionokkal, mint az EDTA (főleg Mg(OH)⁺ képződik).

A Ca²⁺ mérése után a Ca²⁺- és Mg²⁺-ionok együttes mérése a törzsoldat másik, ugyanolyan mennyiségű részletében pH = 9–10 értéknél eriokrómfekete T indikátor jelenlétében történik. A két titrálás különbsége adja a Mg²⁺-tartalmat.

Mindkét indikátor a fémionokkal komplexet képez és ennek más a színe, mint a szabad indikátornak:



Mérőoldatunk etilén-diamin-tetraacetátot tartalmaz (EDTA, Y⁴⁻), mely a fémionokkal igen stabil komplexet ad. Titráláskor először csak a szabad fémionokkal reagál, majd amikor azok elfogytak, a fémionokat a fémion-indikátor komplexből is elvonja:



Amikor már csak a szabad indikátor színe jelenik meg az oldatban, és ez állandósul, akkor van vége a titrálásnak.

A víz keménységét általában német keménységi fokkal szokás jellemezni. 1 német keménységi fok (nk°) azt jelenti, hogy 1 liter vízben 10 mg CaO-dal egyenértékű a Ca²⁺- és Mg²⁺-ionok összanyagmennyisége. (A lágy víz keménységi foka 8-nál kisebb, a jó minőségű ivóvízé 8–15 között van, míg ha az érték 15 fölött van, kemény vízről beszélünk.)

A meghatározás menete

1. Mérd a vizsgálandó oldat megadott térfogatú részleteit (ha ez 10,00 cm³: pipettával, ha 100,0 cm³: mérőlombikkal) 8 db 200 cm³-es titrálólombikba!
2. 4 lombik tartalmát hígítsd desztillált vízzel kb. 70 cm³-re, adj hozzá 2 cm³ 10 m/m%-os NaOH-oldatot (mérőhenger) és a spatula csúcsával icike-picike murexid indikátort! (0,050 mol/dm³ koncentrációjú EDTA-mérőoldattal titrálj a rózsaszínű oldatot állandó ibolyaszínig!)
3. A másik 4 lombik tartalmát is egészítsd ki desztillált vízzel kb. 70 cm³-re, adj hozzá mérőhengerrel 5 cm³ NH₃/NH₄Cl-puffert és kis mennyiségű eriokrómfekete T indikátort! (Az ibolyás színű oldatot 0,050 mol/dm³ koncentrációjú EDTA-oldattal állandó kék színig titrálj!)
4. Töltsd föl a bürettát 0,050 mol/dm³-es, ismert faktorú EDTA-oldattal és titrálj!

Feljegyzendő

V_{ismeretlen} =

c(EDTA) =

f(EDTA) =

V_{tapogatózó} =

V₁ =

V₂ =

V₃ =

V_{átlag} =

V_{tapogatózó} =

V₄ =

V₅ =

V₆ =

V_{átlag} =

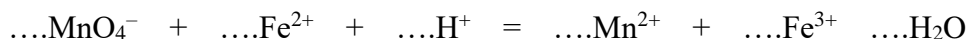
Kiszámítandó: a Ca²⁺- és Mg²⁺-ionok koncentrációja (mol/dm³), valamint a minta keménysége (nk°)

Mohr-só kristályvíztartalmának meghatározása permanganometriás titrálással

Elmélet

Karl Friedrich Mohr német gyógyszerész (az általános energiamegmaradás tételének egyik korai megfogalmazója) számos analitikai módszert fejlesztett ki, illetve tökéletesített. Az ő nevét viseli a halványzöld kristályos Mohr-só, vagyis a kristályvizet vas(II)-ammónium-szulfát. Ez egy oxidációra kevésbé érzékeny és így sokáig tárolható vas(II)-vegyület. A Fe^{2+} -iont a MnO_4^- -ion savas közegben Fe^{3+} -ionná oxidálja, miközben önmagából Mn^{2+} képződik.

A vas(II)- és a permanganátionok között savas közegben lejátszódó, rendezendő reakcióegyenlet:



A KMnO_4 -mérőoldat sötét színe miatt a meniszkusz alsó széle a bürettában és a pipettában nehezen (vagy egyáltalán nem) látható, ezért felső szélének állását olvassuk le. Ugyancsak az oldat sötét színével függ össze, hogy $0,020 \text{ mol/dm}^3$ töménységben a titrálás végpontját az első feleslegbe kerülő csepp megfelelő pontossággal jelzi.

A végpont észlelését a titrálás során képződő vas(III)-ionok sárga színe híg oldat esetén nem befolyásolja, de a biztonság kedvéért foszforsavat adva a rendszerhez a HPO_4^{2-} -ionok stabil komplexbe viszik a Fe^{3+} -ionokat, így a színt is halványítják és a $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ rendszer redoxipotenciálját is csökkentik. *(Ez a foszforsavas lépés jelentős kár nélkül elhagyható a titrálásból!)*

A meghatározás menete

1. Jegyezd föl a mintaként kapott Mohr-só tömegét! A nehezen oldódó sót maradéktalanul vidd oldatba az eredeti főzőpohárban! Önts hozzá 5 cm^3 $10 \text{ m/m}\%$ -os kénsavoldatot (mérőhenger), majd kb. 15 cm^3 desztillált vizet, és kevergesd az edényt óvatosan körkörös mozgással! Az oldat tisztáját tölcésér segítségével öntsd át a mérőlombikba, majd (ha szükséges) ismételd meg az oldási műveletet még egyszer-kétszer! Ne felejtse el többször átöblíteni a mintatartó edényt!
2. Készíts $100,0 \text{ cm}^3$ törzsoldatot! Tartalmát alaposan rázd össze!
3. A mérőlombikból $10,00$ – $10,00 \text{ cm}^3$ -es oldatrészleteket kell a titrálólombikokba pipettázni. Mérőhenger segítségével adj mindegyik lombik tartalmához 10 cm^3 -t a korábban már használt kénsavoldatból! Juttass a lombikokba 3 cm^3 tömény foszforsavat is (egy másik mérőhengerrel)! Ha szükségét látod és nem zavar a munkában, végy föl gumi védőkesztyűt és védőszemüveget!
4. Töltsd föl a bürettát $0,020 \text{ mol/dm}^3$ -es KMnO_4 -oldattal!
5. A kénsavval és foszforsavval savanyított oldatot folytonos rázogatózás közben addig titrálj, amíg az oldat halvány rózsaszín színe állandó keverés ellenére is tartósan (~ 1 percig) megmarad!

Mért adatok és számolás

$$V_{\text{tapogatózó}} =$$

$$V_1 =$$

$$V_2 =$$

$$V_3 =$$

$$V_{\text{átlag}} =$$

Kiszámítandó: $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$
 $x = ?$

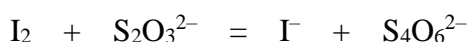
Aceton jodometriás meghatározása (visszaméréses titrálás)

Elmélet

Az aceton lúgos közegben az alábbi — rendezendő — egyenletek szerint reagál a jódból képződő hipojodionnal:



Az ismeretlen (meghatározandó) mennyiségű acetonoldathoz ismert anyagmennyiségű jódot tartalmazó jóddoldatot töltünk, majd az el nem reagált jódot titráljuk nátrium-tioszulfát-mérőoldattal (rendezendő egyenlet):



Indikátorként keményítőt használunk, amely a jóddal mélykék komplexet képez. A mélykék szín eltűnése jelzi a reakció végpontját.

A meghatározás menete

1. Juttass 10,00–10,00 cm³ (*pipetta*) acetonoldatot a titrálólombikokba, lehetőleg csiszolt dugós (ez a jód illékonyasága miatt ajánlatos) Erlenmeyer-lombikba!
 2. Lúgosítsd meg 12 cm³ (*mérőhenger*) 2 mol/dm³-es NaOH-oldattal a titrálólombikok tartalmát, majd adj hozzájuk 25,00 cm³ (*pipetta*) 0,050 mol/dm³-es jóddoldatot! (Ez a jóddoldat valójában káliumjodidos jóddoldat, azaz Lugol-oldat: KI₃.)
 3. Rázd össze a lombik tartalmát, zárd le, majd 10 perc múlva savanyítsd meg 3 cm³ (*mérőhenger*) tömény sósavval!
 4. A jódfelesleget (sárga oldat) titrálj meg 0,1 mol/dm³-es nátrium-tioszulfát-oldattal (*büretta*)! A titrálás előrehaladtát a jód színének eltűnése jelzi. Igen halvány sárga színnél csöpögtess a lombikba 4-5 csepp keményítőoldatot! Sötétkékből szintelenig titrálj! A dugójával ellátott lombikban lévő megtitrált oldatnak egy percig nem szabad visszakéklőnie!
-

Mért adatok és számolás

$$V_{\text{tapogatódzó}} =$$

$$V_1 =$$

$$V_2 =$$

$$V_3 =$$

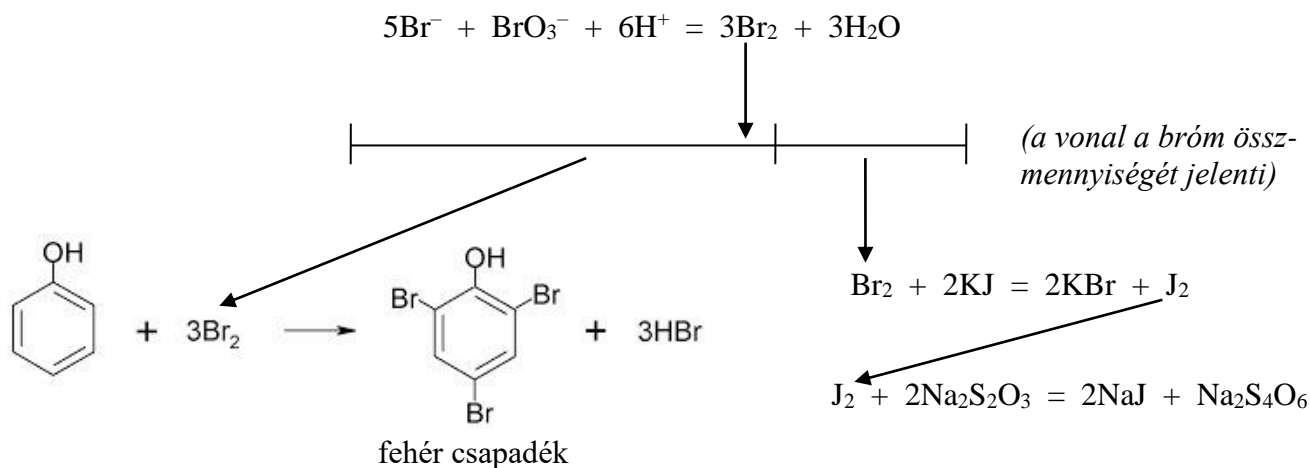
$$\text{-----}$$

$$V_{\text{átlag}} =$$

Számítsd ki, hány cm³ acetont oldottunk fel 1000 cm³ oldatban (ebből mértél ki 10,00 cm³-t)! A tiszta aceton sűrűsége 0,790 g/cm³.

Fenol meghatározása Koppeschaar szerint (Visszaméréses bromatometriás-jodometriás titrálás)

A meghatározás alapja, hogy a fenol brómfeleslegben sztöchiometrikus reakcióban tribrómszármazékká alakul. A lassú reakció miatt közvetlen titrálás nem alkalmazható. Ezért ismert anyagmennyiségű KBrO_3 -ból pontosan kiszámítható mennyiségű brómot állítunk elő a fenolt tartalmazó lombikban, majd a megfelelő várakozási idő eltelte után bróm feleslegét feleslegben adagolt KJ-dal jóddá alakítjuk, végül a Br_2 -mal megegyező anyagmennyiségű J_2 -ot Na-tioszulfát-oldattal titráljuk.



- 200 cm³-es csiszolt dugós Erlenmeyer-lombikba pipettával bemérünk 10,00 cm³ ismeretlen koncentrációjú fenololdatot, majd egy másik pipettával mért 20,00 cm³ 1/60 mol/dm³ koncentrációjú KBrO_3 -oldattal elegyítjük.
- A reakcióelegybe főlöszlegben vett 0,5–0,7 g szilárd KBr-ot adunk, majd az oldat térfogatát desztillált vízzel kb. 50 cm³-re egészítjük ki (közben a csiszolatra tapadt KBr-kristályokat a lombikba mossuk). Ezután gyors mozdulattal mérőhengerrel adagolt kb. 10 cm³ 20 m/m%-os sósavval megsavanyítjuk. A sósav beleöntése után gyorsan zárjuk le a csiszolt dugóval az Erlenmeyer-lombikot, és tegyük sötét helyre!
- Mivel a fenol brómozása időreakció, a lezárt lombikot kb. 15 percig hagyjuk a sötét helyen.
- A várakozási idő eltelte után kb. 0,5–0,7 g szilárd KJ-ot adunk a reakcióelegyhez. A lombikot késelelem nélkül lezárva tartalmát alaposan összerázzuk. Ezután a csiszolatról kevés desztillált vízzel a lombikba mossuk az oda tapadt oldatrészleteket.
- A harmadik reakcióban keletkező jódot 0,10 mol/dm³-es $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -mérőoldattal titráljuk meg keményítő indikátor mellett (ezt halványsárga színnél csöpögtetjük a lombikba) a kék szín eltűnéséig. A lombik tartalmát rázzuk össze, hogy a csapadékként kivált 2,4,6-tribrómfenolra adszorbeált jód is elreagáljon.

Mért adatok és számolás

$$V_{\text{tapogatódzó}} =$$

$$V_1 =$$

$$V_2 =$$

$$V_3 =$$

$$V_{\text{átlag}} =$$

Kiszámítandó: az eredeti fenololdat tömegkoncentrációja (g/dm³)

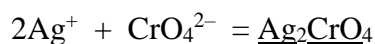
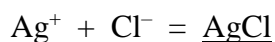
Kloridionok meghatározása Mohr szerint (Argentometriás titrálás)

Elmélet

A csapadékos titrálások során a meghatározandó vegyület a mérőoldattal csapadékképződés közben lép reakcióba. A reakció akkor alkalmas mennyiségi meghatározásra, ha

- 1) kellően gyors;
- 2) a csapadék sztöchiometrikus összetételű;
- 3) oldhatósága kicsi;
- 4) a végpontjelzés megoldható.

Az argentometria esetében K_2CrO_4 indikátor alkalmazása esetén a titrálás végét a vörös színű Ag_2CrO_4 -csapadék megjelenése jelzi. Ez lényegesen jobban oldódik, mint az $AgCl$, így csak a Cl^- -ok elfogyta után kezd leválni. Mindazonáltal az indikátort pontosan kell adagolni, hogy az Ag_2CrO_4 valóban csak az $AgCl$ után, és ne azzal párhuzamosan váljék le! A módszer Br^- -ok meghatározására is alkalmas, I^- -okéra azonban nem.



A meghatározás menete

1. A $NaCl$ -mintából készíts $250,0\text{ cm}^3$ törzsoldatot!
2. Az elkészített törzsoldatból pipettázz $10,00\text{--}10,00\text{ cm}^3$ -es részleteket négy titrálólombikba!
3. (Ha az oldat kémhatása savas — pl. uborkalé konyhasótartalmának mérése esetén az ecetsavtól —, a savat semlegesítsd szilárd $NaHCO_3$ adagolásával! A pH nem lehet 6 alatt, mert akkor a CrO_4^{2-} -okból $Cr_2O_7^{2-}$ -ok képződnek, de 10 fölött sem, hogy az Ag^+ -ionok ne csapódjanak ki Ag_2O formájában.)
4. Csepegtess a lombikokba 10-10 csepp 5 m/m%-os kálium-kromát-oldatot és a vörösbarna csapadék megjelenéséig titrálj $0,10\text{ mol/dm}^3$ -es $AgNO_3$ -mérőoldattal!
5. A mért értékekből számítsd ki a konyhasó minta tömegét!

Mért adatok és számolás

$$V_{\text{tapogatódzó}} =$$

$$V_1 =$$

$$V_2 =$$

$$V_3 =$$

$$V_{\text{átlag}} =$$

Kiszámítandó: $m(NaCl)$

Bemérések

(az ismeretlenek mennyisége úgy van meghatározva,
hogy a fönti recepteket követve a titrálások fogyása kb. 10 cm³ legyen)

Sósav faktorozása, bórx titrálása

0,10 mol/dm³-es HCl-oldat: 8,0 cm³ tömény (kb. 38 m/m%-os) sósav → 1 dm³

Ecetsav titrálása

0,10 mol/dm³-es NaOH-oldat: 4,00 g NaOH → 1,00 dm³

Kénsav titrálása

Ismeretlen kénsavoldat: 1 mol/dm³-es (kb. 8 cm³ fogyás) vagy 1,25 mol/dm³-es (10 cm³ fogyás)
↳ 55,8 cm³ ccH₂SO₄ (96 m/m%) → 1 dm³

Nikkel(II)-szulfát és a többi komplexometriás titrálás

0,05 mol/dm³-es EDTA-oldat: 18,61 g EDTA (Komplexon III) → 1,00 dm³

A kristályos nikkell(II)-szulfát képlete: NiSO₄·6H₂O

Cink-acetát — komplexometria

Ismeretlen: 1,1–1,2 g Zn(CH₃COO)₂·2H₂O

Ólomion — komplexometria

10-es pH-jú puffer: 33,7 cm³ 25 m/m%-os NH₃-oldat + 4,34 g NH₄Cl → tetszőleges térfogat (pl. 200 cm³, ez 10 diák adagja)

2,0 mol/dm³-es HNO₃-oldat: 141 cm³ tömény HNO₃ (kb. 65 m/m%-os) → 1,00 dm³

Ismeretlen: 1,6–1,7 g Pb(NO₃)₂

Ca²⁺ és Mg²⁺ mérse egymás mellett

Ismeretlen – szénsavmentes ásványvíz: 100 cm³-t kell a titrálólombikba mérni (pl. 60 mg Ca²⁺/l és 20 mg Mg²⁺/l esetén 4,5 és 3 cm³ körül lesz a fogyás)

– „sterilen” elkészített oldat (ebből 10,00 cm³ legyen az ismeretlen, ez esetben a fogyás várhatóan 15 és 10 cm³ lesz):

7,36 g CaCl₂·2H₂O (0,005 mol) és 6,41 g Mg(NO₃)₂·6H₂O (0,0025 mol) → 1 dm³
(ez 10 diák adagja)

EDTA, puffer: lásd fentebb

Mohr-só — permanganometria

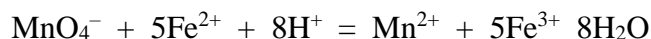
Ismeretlen: körülbelül, de pontosan mért 4 g Fe(NH₄)₂(SO₄)₂·6H₂O

10 m/m%-os kénsav: 60-61 cm³ 96 m/m%-os kénsav → 1,00 dm³

0,020 mol/dm³-es KMnO₄-oldat: 3,20 g KMnO₄ → 1,00 dm³

(A bemérés nem készíthető pontosan. Néhány napos állás után a mérőoldatot érdemes átszűrni és nátrium-oxalátra faktorozni.)

a rendezett egyenlet:

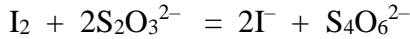


Aceton — jodometria

Ismeretlen acetonoldat: 1,8 cm³ tiszta aceton → 1,00 dm³

0,10 mol/dm³-es Na₂S₂O₃-oldat: 24,8 g Na₂S₂O₃·5H₂O → 1,00 dm³

a rendezett egyenletek:



Koppeschaar

Ismeretlen fenololdat: 1,55 g fenol → 1,00 dm³

0,0167 mol/dm³-es KBrO₃-oldat: 2,78 g KBrO₃ → 1,00 dm³

0,050 mol/dm³-es I₂-oldat: 12,7 g I₂ + 25,4 g KI porcelánmozsárban alaposan összedörzsölve, majd a mérőlombikban kevés desztillált vízben oldva → 1,00 dm³

0,10 mol/dm³-es Na₂S₂O₃-oldat: 24,8 g Na₂S₂O₃·5H₂O → 1,00 dm³

Konyhasó — argentometria

Ismeretlen: körülbelül, de pontosan mért 1,5 g tömegű NaCl

0,10 mol/dm³-es AgNO₃-oldat: 8,45 g AgNO₃ → 500,0 cm³

5 m/m%-os K₂CrO₄-oldat: 1 g K₂CrO₄ + 19 cm³ (mérőhenger) desztillált víz

Forrásművek

BARCZA LAJOS: *A mennyiségi kémiai analízis gyakorlati kézikönyve*. Bp., Medicina, 2009.

Válogatás kémia tanárszakos hallgatóknak az Analitikai kémiai receptgyűjtemény vegyészhallgatók részére című összeállításból. Összeállította KÁLDY MÁRIA. Bp., 1993.

A 2001/2002. tanévben BURGER MÁRIA és ZSIGRAINÉ VASANITS ANIKÓ (ELTE TTK) óráin készített jegyzetek

A 2004. OKTV-döntő I. kategóriájának feladata (*Ca²⁺ és Mg²⁺ meghatározása egymás mellett*)

A 2008. évi Irinyi-döntő I.A, I.B, II.C és III. kategóriájának gyakorlati feladata (*permanganometria*)