

ANALITIKA GYAKORLAT

12. ÉVFOLYAM

TANULÓI JEGYZET

Szerző: Fogarasi József
Lektor: Baranyiné C Veres Anna

Moduláris korszerű szakmacsoportos alapozó gyakorlatok vegyipari területre

TARTALOMJEGYZÉK

BEVEZETÉS	4
VEGYIPARI TERMÉKEK HATÓANYAGTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA	6
ASZPIRIN TABLETTA ACETIL-SZALICILSAV-TARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA SAV-BÁZIS TITRÁLÁSSAL	6
<i>Feladat</i>	6
<i>Az aszpirin acetil-szalicilsav-tartalom meghatározásának alapjai</i>	7
<i>A meghatározás menete</i>	8
<i>A számítás menete</i>	8
<i>Jegyzőkönyv</i>	10
ELLENŐRZŐ FELADATOK AZ ASZPIRIN MEGHATÁROZÁSÁHOZ	11
VASGÁLIC VASTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA PERMANGANOMETRIÁSAN	13
<i>Feladat</i>	13
<i>Vasgálic meghatározásának alapjai</i>	13
<i>A vasgálic meghatározásának menete</i>	14
<i>A számítás menete</i>	15
<i>Jegyzőkönyv</i>	16
ELLENŐRZŐ FELADATOK A VASGÁLIC MEGHATÁROZÁSÁHOZ	17
C-VITAMIN-TABLETTA ASZKORBINSAV-TARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA JODOMETRIÁSAN	20
<i>Feladat</i>	20
<i>A C-vitamin meghatározásának alapjai</i>	20
<i>A C-vitamin meghatározásának menete</i>	22
<i>A számítás menete</i>	23
<i>Jegyzőkönyv</i>	24
ELLENŐRZŐ FELADATOK A C-VITAMIN MEGHATÁROZÁSÁHOZ	25
MOSÓSÓZDA NÁTRIUM-KARBONÁT-TARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA POTENCIOMETRIKUS TITRÁLÁSSAL	28
<i>Feladat</i>	28
<i>A mosószóda meghatározásának alapjai</i>	28
<i>A meghatározás menete</i>	29
<i>A számítás menete</i>	30
<i>Jegyzőkönyv</i>	31
ELLENŐRZŐ FELADATOK A MOSÓSÓZDA NÁTRIUM-KARBONÁT-TARTALMÁNAK POTENCIOMETRIKUS TITRÁLÁSSAL TÖRTÉNŐ MEGHATÁROZÁSÁHOZ	31
AKTÍV KLÓRTARTALOM MEGHATÁROZÁSA JODOMETRIÁSAN	35
<i>Feladat</i>	35
<i>Aktív klórtartalom meghatározásának alapjai</i>	36
<i>A meghatározás menete</i>	37
<i>A számítás menete</i>	37
<i>Jegyzőkönyv</i>	38
ELLENŐRZŐ FELADATOK AZ AKTÍV KLÓRTARTALOM JODOMETRIÁS MEGHATÁROZÁSÁHOZ	39
KÖRNYEZETI ANALITIKAI VIZSGÁLATOK	41
A VÍZ ÖSSZES KEMÉNYSÉGÉNEK MEGHATÁROZÁSA	41
<i>Feladat</i>	41
<i>A keménység meghatározásának alapjai</i>	44
<i>Víz minta összes keménységének meghatározása</i>	45
<i>A számítás menete</i>	45
<i>Jegyzőkönyv</i>	46
ELLENŐRZŐ FELADATOK A VÍZ ÖSSZES KEMÉNYSÉGÉNEK MEGHATÁROZÁSÁHOZ	47
A VÍZ LÚGOSSÁGÁNAK MEGHATÁROZÁSA	49
<i>Feladat</i>	49
<i>A lúgosság meghatározásának alapjai</i>	50
<i>Víz minta lúgosságának meghatározása</i>	50
<i>A számítás menete</i>	51
<i>Jegyzőkönyv</i>	51
ELLENŐRZŐ FELADATOK A VÍZ LÚGOSSÁGÁNAK MEGHATÁROZÁSÁHOZ	52

VIZMINTA PERMANGANÁTOS KÉMIAI OXIGÉNIGÉNYÉNEK MEGHATÁROZÁSA (KOI_{ps})	54
<i>Feladat</i>	54
<i>Víz minta KOI_{ps} meghatározásának alapjai</i>	55
<i>A KOI_{ps} meghatározásának menete</i>	56
<i>A számítás menete</i>	56
<i>Jegyzőkönyv</i>	59
ELLENŐRZŐ FELADATOK A KOI MEGHATÁROZÁSÁHOZ	60
OLDOTT OXIGÉN MEGHATÁROZÁSA VÍZBEN JODOMETRIÁS MÓDSZERREL	62
<i>Feladat</i>	62
<i>Víz minta oldott oxigéntartalom meghatározásának alapjai</i>	63
<i>Az oldott oxigén meghatározásának menete</i>	65
<i>A számítás menete</i>	65
<i>Jegyzőkönyv</i>	67
ELLENŐRZŐ FELADATOK AZ OLDOTT OXIGÉNTARTALOM MEGHATÁROZÁSÁHOZ.....	68
IVÓVÍZ VASTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA FOTOMETRIÁSAN.....	70
<i>Feladat</i>	70
<i>Az ivóvíz összes vastartalom meghatározásának alapjai</i>	70
<i>Jegyzőkönyv</i>	73
<i>A kalibrációs diagram készítése és az eredmény kiértékelése</i>	74
ELLENŐRZŐ FELADATOK AZ IVÓVÍZ VASTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSÁHOZ	77
FIZIKAI ÉS KÉMIAI TULAJDONSÁG MÉRÉSE MŰSZERES VIZSGÁLATOKKAL	80
VIZES OLDATOK KÉMHAJTÁSÁNAK MÉRÉSE	80
<i>Feladat</i>	80
<i>A pH meghatározásának alapjai</i>	81
<i>A pH-mérés menete</i>	83
<i>Jegyzőkönyv</i>	83
ELLENŐRZŐ FELADATOK A VIZES OLDATOK KÉMHAJTÁSÁNAK MÉRÉSÉHEZ.....	84
FOLYADÉKOK TÖRÉSMUTATÓJÁNAK MÉRÉSE	86
<i>Feladat</i>	86
<i>A törésmutató mérésének alapjai</i>	87
<i>A meghatározás menete</i>	88
<i>A mérés</i>	89
<i>Jegyzőkönyv</i>	89
ELLENŐRZŐ FELADATOK A FOLYADÉKOK TÖRÉSMUTATÓJÁNAK MÉRÉSÉHEZ	90
ELEKTROLITOK FAJLAGOS VEZETÉSÉNEK MEGHATÁROZÁSA	91
<i>Feladat</i>	91
<i>Elektromos alapfogalmak, elektromos alapmennyiségek</i>	91
<i>Az elektromos vezetés mérése</i>	93
<i>Az elektród kalibrálása</i>	93
<i>A meghatározás menete</i>	94
<i>A számítás menete</i>	95
<i>Jegyzőkönyv</i>	96
ELLENŐRZŐ FELADATOK AZ ELEKTROLITOK VEZETÉSÉNEK MEGHATÁROZÁSÁHOZ	97
A VIZSGÁLATOK ÉRTÉKELÉSE	99

BEVEZETÉS

Ebben a jegyzetben az analitikai munka néhány tipikus feladatával találkozunk. A feladatokat úgy állítottuk össze, hogy a vizsgálatot akár a kereskedelemben kapható mintából, vagy a háztartásokban fellelhető, gyakran használt anyagainkból is el lehet végezni. A jegyzet tartalmaz néhány vízanalitikai mérést is, amelyekhez kapcsolódó fogalmakkal a hétköznapi ember is találkozhat, és csak kevesen tudják, pontosan mit is jelent, mi a jelentősége, és azt még kevesebben tudják, hogyan lehet ezt meghatározni.

Természetesen a leírt vizsgálatok, mérések csak szemelvények a számtalan lehetőség közül. De módunk van arra, hogy betekintsünk az analitikai munka gyakorlati hasznosításába.

Eddigi munkánk során is fontos volt a precizitás, a mérések pontos előkészítése és kivitelezése. Ez most sincs másként, de jelentősége jobban érzékelhető, mert az eredményeinket a való élet adataival tudjuk összevetni, és az hamar kiderül, ha egy eredmény irreálisan eltér a valóságtól.

A mérések egy része a klasszikus analitika mérési lehetőségeihez rendel gyakorlati feladatokat, de néhány tipikus műszeres analitikai feladaton keresztül megtapasztalhatjuk a mai korszerű analitikai gyakorlatot is.

Néhány tanács a jegyzet használatához és a munkához.

Elméleti háttér

- Minden mérés előtt tanulmányozzuk át a feladat elméleti vonatkozásait.
- Különösen figyelmesen olvassuk át a mérések kiértékelését, a kidolgozott számításokat. Minden gyakorlathoz kidolgozott számítás is tartozik, de ezeket célszerű számológéppel a kézben követni, papíron ténylegesen elvégezve azokat, hogy utána könnyebb legyen a saját adatainkkal is majd ugyanezt megtenni.

Információs lap

- Az elméleti leírás mellett minden méréshez tartozik egy „Információs lap”. Ez receptszerűen tartalmazza a méréseket, a rögzítendő mérési adatokat és segítséget nyújt a számítások elvégzéséhez. Ezért az otthoni felkészüléskor elméleti leírás mellett tanulmányozzuk át az Információs lapot is!

Munkavégzés

- A gyakorlati feladatokat megadott mérési leírás alapján végezzük el. A munka során a szakmai szempontok mellett tartuk be a vonatkozó munkavédelmi előírásokat, használjuk a szükséges védőfelszereléseket, mint védőszemüveg, gumikesztyű.

Dokumentálás

- Nem elegendő a méréseket jól, pontosan elvégezni! Ugyanolyan jelentősége van a precíz dokumentálásnak is! Ebbe beletartozik a mérést végző személy nevének, a mérés dátumának pontos rögzítése, a határidők tartása is, és természetesen a mérési adatok pontos regisztrálása. Azt is dokumentáljuk, ha valami oknál fogva, a leírástól eltérő módon történt egy mérés, vagy annak egy része.

Mérési eredmények

- Az eredményeinket a mérési módszernek megfelelő pontossággal kell megadni. Az is hiba, ha az eredményeinket túlzott pontossággal adjuk meg. A számítások során a rész-

eredményeket is az indokolt pontossággal kell leírni. Javasolt számítási eljárás, hogy a részeredményeket hagyjuk benne a számológépben, esetleg annak memóriájában. Lehetőség szerint ne a jól-rosszul, pontosan vagy pontatlanul felírt adatokat írjuk vissza a gépbe, hanem a memóriából vegyük azt elő az elmentett pontos adatot és úgy számoljunk tovább. Így kisebb a tévesztés lehetősége, és a számítások kerekítések hibái nem halmozódnak.

VEGYIPARI TERMÉKEK HATÓANYAGTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA

ASZPIRIN TABLETTA ACETIL-SZALICILSAV-TARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA SAV-BÁZIS TITRÁLÁSSAL

Feladat

Ön egy gyógyszergyár tablettázó üzemének minőségbiztosítással foglalkozó részlegében dolgozik. Feladata a gyárban ellenőrizni, hogy a gyártott aszpirintabletta acetil-szalicilsav-tartalma megfelel-e a specifikációban leírtaknak. Ennek érdekében a kész tablettákból mintát vesz, és meghatározza annak hatóanyagtartalmát.

Bevezetés



Ennek a témakörnek az a célja, hogy a mindennapi laboratóriumi gyakorlatból vett példán keresztül

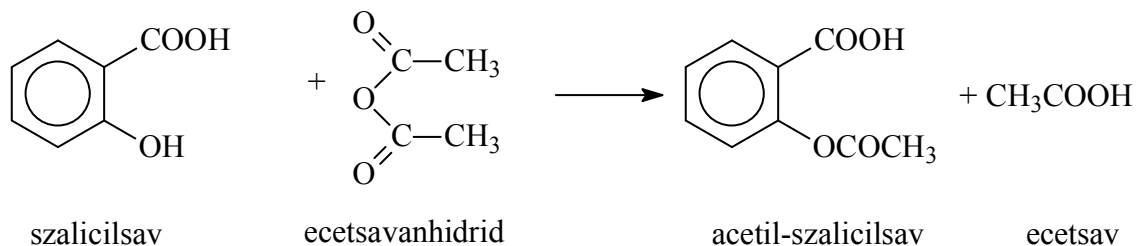
- megismerjük egy összetett acidi-alkalimetriás analitikai feladatot,
- megtapasztaljuk a részfolyamatok egymásra épülését,
- meghatározzuk egy gyakori, mindenki által ismert gyógyszer hatóanyag-tartalmát,
- eredményeinket szakszerűen dokumentáljuk.

Az emberiség évszázadokon át az elporított fűzfakérgét vagy a nyírfa kérgét használta fájdalom- és lázcsillapításra. Már Hippokratész görög orvos (i.e. 460–377), is alkalmazta a fűzfakéregfőzetet.

Johann Buchner, müncheni gyógyszerészprofesszor 1828-ban a kéregből egy sárga színű kristályos anyagot izolált. (Salicinnek nevezte el, ugyanis a fűzfa latin neve *salix*.) 1830-ban Henri Leroux francia gyógyszerész ehhez az anyaghoz jobb kitermeléssel jutott a réti legyezőfű (*Filipendula ulmaria*, *Rosaceae*) nevű vadvirágból, melyet akkor még *Spirea ulmarianak* neveztek. Innen ered a szalicilsav régi neve: spirsav – acidum spiricum.

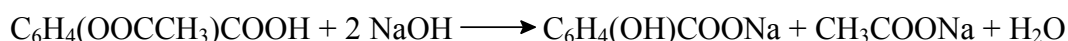
1874-ben a lipcei Hermann Kolbe nátrium-fenolátból szén-dioxiddal valósította meg a szalicilsav gazdaságos ipari szintézisét, amit kezdetben antiszeptikus szerként használtak. A szer lázcsökkentő hatásának bizonyult, melyet 1875-től kezdve gyulladáscsökkentő hatása miatt a reumás láz gyógyítására használtak.

1894-ben Félix Hoffmann állást kapott a Bayer cég laboratóriumában. Itt fájdalomcsillapító hatású szalicilátokkal kezdett foglalkozni. Talán azért, mert Hoffmann apja reumás volt és nehezen viselte az akkoriban használatos, gyomornyálkahártyát izgató nátrium-szalicilát készítményeket. Röviddel a szalicilsav ipari előállítása után számos szalicilsavsó, köztük a nátrium-szalicilát is megjelent a kereskedelemben. De a legjobb gyógyászati eredményeket a szalicilsav acetilezett származékával érték el. Ez az aszpirin hatóanyaga.



Az aszpirin acetil-szalicilsav-tartalom meghatározásának alapjai

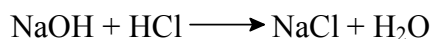
Az acetil-szalicilsav lúgos közegben hidrolizál:



A hidrolízis eredménye két gyenge sav erős bázissal alkotott sója. Az aszpirinhez ismert mennyiségben fölös mennyiségű lúgot adunk. A hidrolízis után feleslegben maradó lúgot sav mérőoldattal határozzuk meg. Az indikátort a gyenge sav – erős bázis sójának megfelelően kell megválasztani. (Pl. fenolvörös indikátor megfelelő.)



Állapítsa meg, hogy 1 mol NaOH hány mol acetil-szalicilsavat mér!

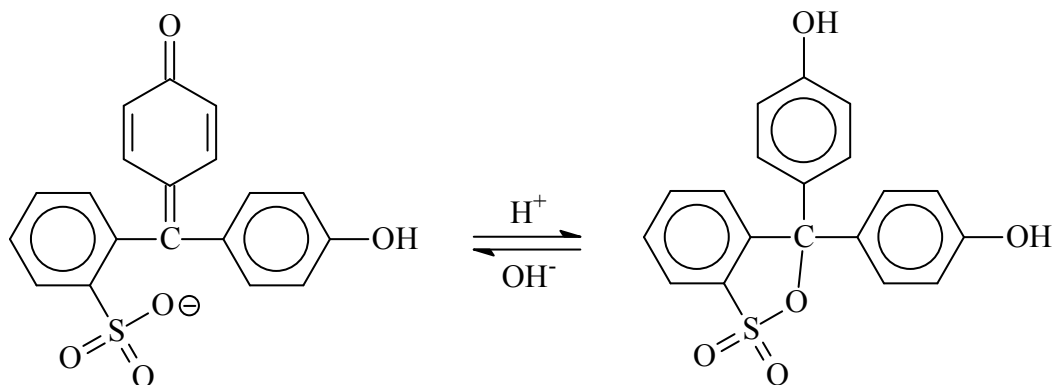


A feleslegben adott reagens maradékának meghatározása egy visszatitrálási eljárás.

A meghatározás lényege tehát, hogy az aszpirint tartalmazó oldathoz ismert koncentrációjú és mennyiségű NaOH-ot adunk. A NaOH egy részével reakcióba lép az acetil-szalicilsav, majd a lúgfelesleget ismert koncentrációjú sósav mérőoldattal megtitráljuk.

Indikátorok alkalmazása

A fenolvörös indikátor átcsapási pH tartománya 6,8–8,2. Savas közegben sárga, lúgos közegben piros színű. A színváltozást a szerkezet pH-tól függő változása okozza:



A meghatározáshoz szükség van $0,1 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú HCl mérőoldatra és $0,5 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú NaOH-oldatra.

0,1 mol/dm³ koncentrációjú HCl mérőoldat készítése és pontos koncentrációjának meghatározása

Mérjen be 1 dm^3 -es mérőlombikba $8,4 \text{ cm}^3$ tömény sósavat! Ioncserélt vízzel töltse jelig, majd homogenizálja az oldatot! Határozza meg az oldat pontos koncentrációját KHCO_3 titeranyaggal! Számítsa ki a HCl mérőoldat pontos koncentrációját!

0,5 mol/dm³ koncentrációjú NaOH-oldat készítése és pontos koncentrációjának meghatározása

Gyorsmérlegesen mérjen be kb. 20 g NaOH-ot! Óvatosan oldja fel kb. 200 cm^3 ioncserélt vízben! Mossa be egy 1000 cm^3 -es mérőlombikba! A mérőoldatot töltse jelig, majd homogenizálja!

Határozza meg a NaOH-oldat pontos koncentrációját! Pipetázzon ki $5,0 \text{ cm}^3$ NaOH-oldatot egy Erlenmeyer-lombikba! Adjon hozzá 3 csepp fenolvörös indikátort, és titrálja meg a $0,1 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú sósav mérőoldattal! Három egyező titrálást végezzen! Számítsa ki a NaOH-oldat pontos koncentrációját!

A meghatározás menete

Aszpirin törzsoldat készítése

Analitikai mérlegesen mérjen le kb. 2 db aszpirin tablettát! Tegye egy 250 cm^3 -es gömblombikba! Pipetázzon hozzá $50,0 \text{ cm}^3$ $0,5 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú NaOH-oldatot, és adjon hozzá kb. ugyanannyi ioncserélt vizet! Helyezzen rá egy visszafolyós hűtőt, és forralja 15 percig! Hagyja az oldatot kihűlni! Öblítse át a hűtőt ioncserélt vízzel! Mossa át a lombik tartalmát egy 250 cm^3 -es mérőlombikba, majd töltse jelig ioncserélt vízzel, és homogenizálja az oldatot!

Aszpirin meghatározása

Pipetázzon ki az törzsoldatból 25 cm^3 -t egy Erlenmeyer-lombikba, adjon hozzá fenolvörös indikátort, majd titrálja meg az oldatot a $0,1 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú sósav mérőoldattal! Az egyenértékponthoz az oldat vörös színből sárgába vált.

Számítsa ki az aszpirin tabletták acetil-szalicilsav-tartalmát tömegszázalékban!

A számítás menete

0,1 mol/dm³ koncentrációjú HCl mérőoldat készítése

100 g cc. HCl-oldatban van	37 g HCl
$\frac{100}{1,18} \text{ cm}^3$ cc. HCl-oldatban van	$\frac{37}{36,5} \text{ mol HCl}$
$V \text{ cm}^3$ cc. HCl-oldatban van	0,1 mol HCl.

1 dm³ mérőoldathoz bemérendő cc. HCl térfogata:

$$V(\text{cc. HCl}) = \frac{0,1 \cdot 100 \cdot 36,5}{1,18 \cdot 37} = 8,34 \text{ cm}^3 \approx 8,4 \text{ cm}^3$$

A sósavból a számítottnál mindig kicsit (néhány tized cm³-rel) többet kell bemérni.

Pontos koncentráció számítása:

A meghatározás reakcióegyenlete: $\text{KHCO}_3 + \text{HCl} = \text{KCl} + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$

Látható, hogy 1 mol KHCO₃ 1 mol sósavat mér.

$$\text{KHCO}_3 \text{ bemérés: } m(\text{KHCO}_3) = 0,2025 \text{ g}$$

$$\text{HCl fogyaszt: } V(\text{HCl}) = 19,8 \text{ cm}^3$$

$$n(\text{KHCO}_3) = n(\text{HCl}) = \frac{0,2025}{100,12} = 0,002023 \text{ mol}$$

$$c(\text{HCl}) = \frac{0,002023}{0,0198} = 0,1022 \text{ mol/dm}^3$$

0,5 mol/dm³ koncentrációjú NaOH-oldat készítése

Készítendő 1 dm³ oldat. Bemérés számítása:

$$c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ mol/dm}^3$$

$$n = c \cdot V = 0,5 \cdot 1 = 0,5 \text{ mol}$$

$$m(\text{NaOH}) = 0,5 \cdot 40 = 20 \text{ g.}$$

A nátrium-hidroxidból a számítotthoz képest mindig kicsit (néhány tized grammal) többet kell bemérni.

Pontos koncentráció számítása:

$$V(\text{NaOH}) = 5,00 \text{ cm}^3$$

$$\bar{V}(\text{HCl}) = 24,8 \text{ cm}^3$$

$$c(\text{HCl}) = 0,1022 \text{ mol/dm}^3$$

$$n(\text{NaOH}) = n(\text{HCl}) = c(\text{HCl}) \cdot \bar{V}(\text{HCl}) = 0,1022 \cdot 0,0248 = 0,002535 \text{ mol}$$

$$c(\text{NaOH}) = \frac{n(\text{NaOH})}{V(\text{NaOH})} = \frac{0,002535}{0,005} = 0,5069 \text{ mol/dm}^3$$

Acetil-szalicilsav-tartalom számítása

$$n_1(\text{összes NaOH}) = c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) = 0,5069 \cdot 0,050 = 0,02535 \text{ mol}$$

$$\text{Kipipettázott mintára fogyott HCl mérőoldat: } V(\text{HCl}) = 15,5 \text{ cm}^3$$

Kipipettázott mintában maradt fölös NaOH anyagmennyisége:

$$n(\text{NaOH}) = n(\text{HCl}) = V(\text{HCl}) \cdot c(\text{HCl}) = 0,0155 \cdot 0,1022 = 0,001584 \text{ mol}$$

Összes mintára vonatkoztatott fölös NaOH:

$$n_2(\text{fölös NaOH}) = \frac{V(\text{mérőlombik})}{V(\text{pipetta})} \cdot n(\text{NaOH}) = \frac{250}{25} \cdot 0,001584 = 0,01584 \text{ mol}$$

Acetil-szalicilsavra fogyott NaOH anyagmennyisége:

$$\begin{aligned} n(\text{NaOH acetil-szalicilsavra}) &= n_1(\text{összes NaOH}) - n_2(\text{fölös NaOH}) = \\ &= 0,02535 - 0,01584 = 0,00951 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\text{Acetil-szalicilsav anyagmennyisége: } \frac{0,00951}{2} = 0,004755 \text{ mol}$$

$$\text{Acetil-szalicilsav tömege: } m(\text{acetil-szalicilsav}) = n \cdot M = 0,004755 \cdot 180,2 = 0,8569 \text{ g}$$

A tablettá acetil-szalicilsav-tartalma, ha a bemért aszpirin tömege 1,1952 g volt:

$$w(\text{acetil-szalicilsav}) = \frac{0,8569}{1,1952} \cdot 100 = 71,69\%$$

Jegyzőkönyv

Moláris tömegek: $M(\text{acetil-szalicilsav}) = 180,2 \text{ g/mol}$
 $M(\text{KHCO}_3) = 100,12 \text{ g/mol}$

Mérési adatok:

HCl mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása	
Bemért KHCO ₃ tömege:	1.
	2.
	3.
HCl-fogyás KHCO ₃ -ra:	1.
	2.
	3.
NaOH-oldat készítése	
Bemért NaOH-oldat tömege:	
Mérőlombik térfogata NaOH-oldathoz:	
NaOH-oldat pontos koncentrációjának meghatározása	
NaOH-oldat térfogata:	
HCl fogyások:	1.
	2.
	3.
	Átlag:
Aszpirin meghatározása	
Bemért aszpirin tömege:	
Mérőlombik térfogata:	
Pipetta térfogata:	
Mintához adott NaOH-oldat térfogata:	
HCl fogyások:	1.
	2.
	3.
	Átlag:

Számítások:

- I. HCl mérőoldat koncentrációjának számítása
- II. Aszpirin tableta acetil-szalicilsav-tartalmának számítása

A jegyzőkönyvnek tartalmaznia kell:

1. Valamennyi szükséges reakcióegyenletet.
2. HCl mérőoldat készítését, pontos koncentrációjának számítását.
3. A NaOH-oldat készítését, pontos koncentrációjának számítását.
4. Az aszpirin tableta acetil-szalicilsav-tartalmának meghatározást, számítását.
5. Az aszpirintabletta acetil-szalicilsav-tartalmát tömegszázalékban.

ELLENŐRZŐ FELADATOK AZ ASZPIRIN MEGHATÁROZÁSÁHOZ

1. Vesse össze a kidolgozott mintaszámításban szereplő adatokat a számítás utáni jegyzőkönyv táblázatának adataival! Az azonosítható adatokat írja be a táblázat megfelelő cellájába!

2. Keressen rá az interneten az aszpirinre! A forgalmazott tablettáknak hány mg az acetil-szalicilsav-tartalma tablettánként?

3. Milyen kereskedelmi neveken vannak forgalomban acetil-szalicilsav-tartalmú készítmények?

4. Miért nem lehet az acetil-szalicilsavat közvetlenül NaOH mérőoldattal titrálni?
--

5. Készítse el a feladat leírása alapján az eszközszükségletet!

6. Milyen munkavédelmi szabályokat kell betartani a NaOH- és a HCl-oldatok készítésénél?

7. Miért kell a NaOH-oldat és a HCl-oldat készítésekor a számítottnál kicsit többet bemérni?

8. Válassza ki, hogy az acetyl-szalicilsav meghatározás dokumentálásakor, mely mérési adatok leírása megfelelő pontosságú! Tegyen a helyes válasz előtti négyzetbe X-et!

- | | |
|---|--|
| <input type="checkbox"/> 20 g NaOH | <input type="checkbox"/> 20,00 g NaOH |
| <input type="checkbox"/> 1,12 g aszpirin | <input type="checkbox"/> 1,1200 g aszpirin |
| <input type="checkbox"/> 25,0 cm ³ -es pipetta | <input type="checkbox"/> 25 cm ³ -es pipetta |
| <input type="checkbox"/> $c_p(\text{HCl}) = 0,102 \text{ mol/dm}^3$ | <input type="checkbox"/> $c_p(\text{HCl}) = 0,1020 \text{ mol/dm}^3$ |
| <input type="checkbox"/> $V(\text{HCl fogyas}) = 18,0 \text{ cm}^3$ | <input type="checkbox"/> $V(\text{HCl fogyas}) = 18 \text{ cm}^3$ |

9. Egyéb adatok azonossága esetén nagyobb, vagy kisebb a tableta tömegszázalékban kifejezett acetyl-szalicilsav-tartalma?
Tegyen X-et a K jelű oszlopba, ha kisebb, az N jelű oszlopba, ha nagyobb!

	K	N
A vakmintára több HCl mérőoldat fogy.		
Ha a mintára több HCl mérőoldat fogy.		
Nagyobb a bemért minta tömege.		
Kisebb a törzsoldat készítéséhez használt mérőlombik térfogata		

10. Végezzen számítást a következő adatokkal!

Törzsoldat térfogata 200 cm³.

Pipetta térfogata 25,0 cm³.

Bemért aszpirin tömege: 1,2345 g.

A sósav mérőoldat koncentrációja 0,09856 mol/dm³.

5,00 cm³ NaOH-oldatra fogyott átlagosan 26,5 cm³ sósav mérőoldat.

Minta részletére fogyott átlagosan 20,5 cm³ sósav mérőoldat.

Számítsa ki a tableta acetyl-szalicilsav-tartalmát tömegszázalékban kifejezve!

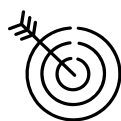
VASGÁLIC VASTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA PERMANGANOMETRIÁSAN

Feladat

Ön egy országos minőségellenőrző intézet mezőgazdasági anyagokat ellenőrző és minősítő laboratóriumában dolgozik.

Feladata, hogy a kereskedelembe kapható vasgálic hatóanyagtartalmát ellenőrizze.

Bevezetés



Ennek a témakörnek az a célja, hogy egy növényi tápanyag hatóanyag-tartalmának meghatározásán keresztül

- megismerjük egy összetett permanganometriás analitikai feladatot,
- megtapasztaljuk a részfolyamatok egymásra épülését,
- meghatározzuk egy gyakori, növényi tápanyag hatóanyagtartalmát,
- eredményeinket szakszerűen dokumentáljuk.

A vasgálic (zöldgálic), kémiai nevén vas(II)-szulfát (FeSO_4) a vas kénsavval alkotott sója, szulfátja.

A vízmentes vas(II)-szulfát fehér színű por, amely vízben oldva hidrolizál. Emiatt a vizes oldat gyengén savas kémhatású. A vegyület oldatából monohidrátja, tetrahydrátja, vagy heptahidrátja kristályosodhat ki a hőmérséklettől függően. Ezek közül a heptahidrát a legjellemzőbb ($\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$). Ez enyhén kékes árnyalatú halványzöld kristályokból áll.

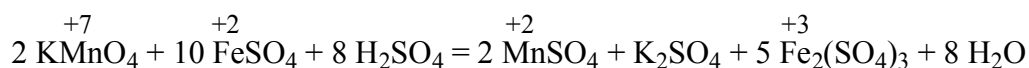
A természetben a vas(II)-szulfát heptahidrátja és monohidrátja található meg ásványként. Előbbi ásvány neve melanterit, utóbbié szomolnokit.

A vas(II)-szulfát mind szilárd állapotában, mind oldatban levegő hatására vas(III)-szulfáttá oxidálódik. Redukáló tulajdonságú.

A vasgálicot fa konzerválására, tinták, festékek készítésére használják. Ezen kívül mezőgazdasági, kertészeti felhasználása is jelentős. A vashiány legtöbbször a levelek sárgulását okozza az őszibarackfákon, a szőlőtőkéken, a rózsabokrokokon és más kerti növényeken, amit vasgálicoldat kiöntözésével lehet pótolni. A vasgálic a gyepek mohátlanításánál is kedvező hatású.

Vasgálic meghatározásának alapjai

A vasgálicban a vas oxidációs száma +2. A vas(II)ion könnyen oxidálódik. A KMnO_4 a vas(II)ionokat gyors, sztöchiometrikus reakcióban oxidálja. A meghatározás reakcióegyenlete:



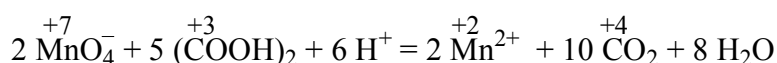
Látható, hogy a kálium-permanganáttal történő meghatározás során a vas oxidációs száma +2-ről +3-ra növekszik, miközben a mangán oxidációs száma +7-ről +2-re csökken.



Határozza meg, hogy 1 mol KMnO_4 hány mól vasat mér!

Az oxidációs számok használatával ellenőrizze a fenti reakcióban sztöchiometriai együtthatók helyességét!

A reakcióhoz pontos koncentrációjú KMnO_4 mérőoldatra van szükség. A KMnO_4 összetétele ugyan sztöchiometrikus, mégsem lehet belőle közvetlen beméréssel pontos koncentrációjú oldatot készíteni. A kálium-permanganát ugyanis erélyes oxidáló hatása miatt minden, az oldatkészítéshez használt, vízben található oxidálható anyagot oxidál, ezáltal csökken a hatóértéke. A kálium-permanganát-oldatot elkészítése után állni kell hagyni, és a pontos koncentrációját üveggyapoton történő szűrés után kell meghatározni. A gyakorlatban használt titeranyag az oxálsav, vagy annak nátriumsója, a nátrium-oxalát.



Ne felejtse el, ha titeranyagként oxálsavat használ, akkor figyelembe kell venni, hogy az analitikai gyakorlatban titeranyagként használt oxálsav 2 mol vízzel kristályosodik!

Indikátorok alkalmazása

A permanganometriában indikátorra nincs szükség. A KMnO_4 mérőoldat feleslegét annak intenzív lila színe jelzi.

Tapasztalhatjuk, hogy a KMnO_4 mérőoldattal történő titrálás kezdetben nehezen indul be. Ennek magyarázata, hogy az KMnO_4 hatására bekövetkező oxidációt az a Mn^{2+} katalizálja, ami kezdetben nincs jelen, hanem a reakcióban keletkezik. Fontos az is, hogy a KMnO_4 -tal történő reakciókat általában melegen kell végrehajtani (50–70 °C).

A vasgálic meghatározásának menete

A meghatározáshoz szükség van 0,02 mol/dm³ koncentrációjú KMnO_4 mérőoldatra.

0,02 mol/dm³ koncentrációjú KMnO_4 -oldat készítése

Gyorsmérlegesen mérjen be kb. 3,2 g KMnO_4 -ot! Oldja fel kiforralt és lehűtött ioncserélt vízben, mossa be egy 1000 cm³-es mérőlombikba, töltsse jelig! Öntse egy sötét üvegbe, majd hagyja állni egy hétig! Az oldatot szűrje le üveggyapoton! Az így elkészített oldatot sötét üvegben kell tárolni, ahol hatóértékét 1–2 hétig megtartja.

0,02 mol/dm³ koncentrációjú KMnO_4 -oldat pontos koncentrációjának meghatározása

Számítsa ki, hogy hány gramm nátrium-oxalátot, vagy oxálsavat kell bemérni ahhoz, hogy a várható fogyás 20 cm³ legyen! Három önálló bemérést végezzen, ezeket titrálja meg, majd számítsa ki a pontos koncentrációt!

Vasgálic törzsoldat készítése

Analitikai mérlegesen mérjen le 5 g mintát! Mossa át egy 250 cm³-es mérőlombikba, ioncserélt vízzel töltsse jelig, majd homogenizálja.

Vastartalom meghatározása

Pipetázzon ki egy Erlenmeyer-lombikba 25,0 cm³ törzsoldatot! Adjon hozzá kb. 20 cm³ ioncserélt vizet és 10 cm³ w = 20%-os kénsavat! Titrálja meg az oldatot a KMnO₄ mérőoldattal! A titrálás végpontja ott van, amikor a mérőoldat feleslege miatti halvány rózsaszín szín kb. 1 percig megmarad. Három egyező titrálást végezzen!

Számítsa a vasgálic minta vastartalmát tömegszázalékban!

A számítás menete

0,02 mol/dm³ koncentrációjú KMnO₄-oldat készítése

$$M(\text{KMnO}_4) = 158 \text{ g/mol}$$

$$c_n(\text{KMnO}_4) = 0,02 \text{ mol/dm}^3$$

$$n(\text{KMnO}_4) = c \cdot V = 0,02 \cdot 1 = 0,02 \text{ mol}$$

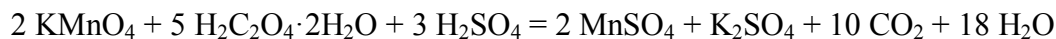
$$m(\text{KMnO}_4) = 0,02 \cdot 158 = 3,16 \text{ g}$$

Mivel az oldat hatóértéke várhatóan csökkenni fog, célszerűen ennél kicsit többet kell bemérni.

KMnO₄ mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása

A bemérendő titeranyag tömegének számítása:

Reakcióegyenlet:



$$V(\text{KMnO}_4) = 20 \text{ cm}^3 = 0,02 \text{ dm}^3$$

$$n(\text{KMnO}_4) = c \cdot V = 0,02 \cdot 0,02 = 0,0004 \text{ mol}$$

A reakcióegyenlet alapján 2 mol KMnO₄ reagál 5 mol oxálsavval:

$$n(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = \frac{5}{2} \cdot n(\text{KMnO}_4) = \frac{5}{2} \cdot 0,0004 = 0,001 \text{ mol}$$

A bemérendő oxálsav tömege: $m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = n \cdot M = 0,001 \cdot 126 = 0,126 \text{ g}$



Írja fel a reakcióegyenletet és végezze el a számítást arra az esetre, ha a titeranyag nem oxálsav, hanem nátrium-oxalát!

A pontos koncentráció számítása az oxálsav példáján:

Bemért oxálsav tömege: 0,1234 g (COOH)₂·2H₂O

KMnO₄ mérőoldat fogyás: 20,5 cm³

M((H₂C₂O₄·2H₂O)): 126,0 g/mol

$$n(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = \frac{0,1234}{126,0} = 0,0009794 \text{ mol}$$

A reakcióegyenlet alapján 2 mol KMnO₄ reagál 5 mol oxálsavval:

$$n(\text{KMnO}_4) = \frac{2}{5} n(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,4 \cdot 0,0009794 = 0,0003917 \text{ mol}$$

$$c_p(\text{KMnO}_4) = \frac{n}{V} = \frac{0,0003917}{0,0205} = 0,01911 \text{ mol/dm}^3$$

Vastartalom számítása

Bemért vasgálic minta tömege:	5,5678 g
Mérőlombik térfogata:	250,0 cm ³
Pipetta térfogata:	25,0 cm ³
$c_p(\text{KMnO}_4) =$	0,01911 mol/dm ³
KMnO ₄ fogyás (átlag):	18,3 cm ³
$M(\text{Fe})$	55,85 g/mol

$$n(\text{KMnO}_4) = 0,01911 \cdot 0,0183 = 0,0003497 \text{ mol}$$

A reakcióegyenlet alapján 1 mol KMnO₄ 5 mol vasat mér:

$$n(\text{Fe}^{2+}) = 5 \cdot n(\text{KMnO}_4) = 5 \cdot 0,0003497 = 0,001749 \text{ mol}$$

$$n(\text{összes Fe}^{2+}) = n(\text{Fe}^{2+}) \cdot \frac{\text{mérőlombik térfogata}}{\text{pipetta térfogata}} = 0,001749 \cdot \frac{250}{25,0} = 0,01749 \text{ mol}$$

$$m(\text{összes Fe}^{2+}) = n \cdot M = 0,01749 \cdot 55,85 = 0,9766 \text{ g}$$

$$\text{A minta vas(II)tartalma: } w = \frac{0,9766}{5,5678} \cdot 100 = 17,54\%$$

Jegyzőkönyv

A jegyzőkönyvnek tartalmaznia kell:

1. Valamennyi szükséges reakcióegyenletet.
2. A KMnO₄ mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározását, a pontos koncentráció számítását.
3. A minta vastartalmának meghatározást, a vastartalom számítását.
4. A minta vastartalmát tömegszázalékban.

Jegyzőkönyv vezetése

Moláris tömegek: $M(\text{KMnO}_4) = 158,0 \text{ g/mol}$

$M(\text{Fe}) = 55,85 \text{ g/mol}$

Mérési adatok:

KMnO ₄ koncentrációjának meghatározása		
Titeranyag képlete:		
Titeranyag bemérés:	1.	
	2.	
	3.	
Fogyás a bemért titeranyagra:	1.	
	2.	
	3.	
KMnO ₄ számított koncentrációja:	1.	
	2.	
	3.	
KMnO ₄ mérőoldat pontos koncentrációja:		
Vasgálicminta vastartalmának meghatározása		
Bemért vasgálicminta tömege:		
Mérőlombik térfogata vasgálic törzsoldathoz:		
Pipetta térfogata vasgálic törzsoldathoz:		
KMnO ₄ fogyások:	1.	
	2.	
	3.	
	Átlag:	

Számítások:

- I. KMnO₄ mérőoldat készítése
- II. KMnO₄ mérőoldat koncentrációjának számítása
- III. Vastartalom számítása

ELLENŐRZŐ FELADATOK A VASGÁLIC MEGHATÁROZÁSÁHOZ

1. Írja fel a vas(II)-szulfát hidrolízisének egyenletét!

2. Írja fel a vas(II)-ionok levegőn történő oxidációjának egyenletét! Használja az oxidációs számokat!

3. A KMnO_4 pontos koncentrációját oxálsavval is meghatározhatjuk. Írja fel a meghatározás reakcióegyenletét! Használja az oxidációs számokat!

4. Tételezzük fel, hogy a vasgálicminta tiszta (100%-os) $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$! Számítsa ki, hogy 5,0000 g mintából 250 cm^3 törzsoldatot készítve, és abból $25,0 \text{ cm}^3$ -t titrálva hány cm^3 lesz a $0,0200 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú KMnO_4 mérőoldatból a fogyás!

5. Írja fel a vasgálic kálium-permanganátos oxidációjának egyenletét ionos formában! Használja az oxidációs számokat!

6. Egy vasgálic tartamú kertápoló anyag összetételén az olvasható, hogy 17% elemi vasat tartalmaz. Hogyan kell ezt érteni? Karikázza be a megfelelő válasz betűjelét!

A) A kertápoló anyag 17 tömegszázalék elemi állapotú vasat tartalmaz. Ez bejutva a talajba, ott oxidálódik, és mint vasvegyület fejt ki hatását.

B) A kertápoló anyag 17 tömegszázalék vasgálicot tartalmaz, ami jól oldódik vízben, és könnyen kijuttatható a talajba.

C) A kertápolóban összesen 17 tömegszázalék vasion van, vízoldható vas(II)-szulfát formájában.

7. Keressen az interneten természetes vasgálic lelőhelyeket!

8. Hogyan kell a KMnO_4 mérőoldat esetén a meniszkuszt leolvasni?

9. A pázsit mohásodása ellen vasgálic $w = 10\%$ -os oldatának kiöntözésével is védekezhetünk. Hány százalékos ez az oldat Fe^{2+} -ionokra nézve?

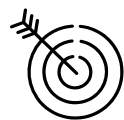
10. Vesse össze a kidolgozott mintaszámításban szereplő adatokat a számítás utáni jegyzőkönyv táblázatának adataival! Az azonosítható adatokat írja be a táblázat megfelelő cellájába!

C-VITAMIN-TABLETTA ASZKORBINSAV-TARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA JODOMETRIÁSAN

Feladat

Ön egy gyógyszergyár tablettázó üzemének minőségbiztosítással foglalkozó részlegében dolgozik. Feladata a gyárban ellenőrizni, hogy a gyártott C-vitamin-tabletta aszkorbinsav-tartalma megfelel-e a specifikációban leírtaknak. Ennek érdekében a kész tablettákból mintát vesz, és meghatározza annak hatóanyag tartalmát.

Bevezetés



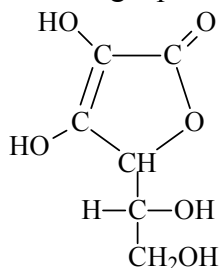
Ennek a témakörnek az a célja, hogy a mindennapi laboratóriumi gyakorlatból vett példán keresztül

- megismerjük egy összetett jodometriás analitikai feladatot,
- megtapasztaljuk a részfolyamatok egymásra épülését,
- meghatározzuk egy gyakori, mindenki által ismert gyógyszer hatóanyag-tartalmát,
- eredményeinket szakszerűen dokumentáljuk.

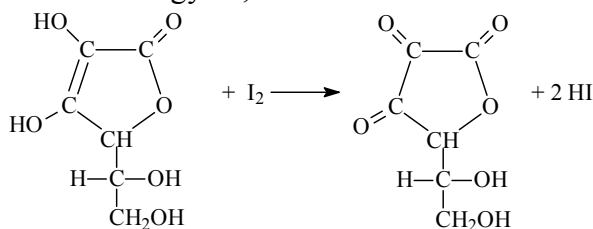
A vitaminok az élő szervezetek számára nélkülözhetetlen, különféle kémiai összetételű biológiailag aktív szerves vegyületek. A vitaminokat oldhatóságuk alapján két nagy csoportra oszthatjuk: vízben oldódó és zsírban oldódó vitaminokra. A C-vitamin a vízben oldódó vitaminok közé tartozik, melyet a szervezet ezért nem képes tárolni. Hiánya betegséget okoz. Az egészséges ember napi C-vitamin szükséglete 40-80 mg.

A C-vitamin meghatározásának alapjai

A C-vitamin, kémiai nevén aszkorbinsav összegképlete $C_6H_8O_6$. Szerkezeti képlete:



A molekulában lévő $\text{HO}-\text{C}=\text{C}-\text{OH}$ atomcsoport könnyen oxidálódik. Meghatározás is ezen alapul. A jódd az aszkorbinsavat gyors, sztöchiometrikus reakcióban oxidálja:



A reakcióegyenletből látható, hogy 1 mol aszkorbinsav 1 mol jóddal reagál.

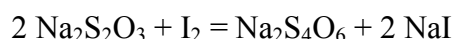
Az oxidáció úgy történik, hogy az aszkorbinsavhoz fölös mennyiségű jóddoldatot adunk.

Az oxidációhoz szükséges jódot a lombikon belül állítjuk elő. Ismert koncentrációjú $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ -oldatot adunk az aszkorbinsav-oldathoz, majd sósavval megsavanyítjuk az oldatot. Ekkor a $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ -ből sztöchiometrikus mennyiségű jód szabadul fel:



Megállapítható, hogy 1 mol $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ 6 mol jódot szabadít fel.

Az aszkorbinsav elfogyasztja a jód egy részét, és a maradék jódot $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldattal határozzuk meg.



A reakció alapján 1 mol jód 2 mol nátrium-tioszulfáttal reagál.



A meghatározás lényege, hogy az aszkorbinsavhoz ismert összetételű és mennyiségű $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ -ot adunk, ebből sósav hatására számítható mennyiségű jód szabadul fel. A jód egy részével reagál az aszkorbinsav, majd a jódfelesleget ismert koncentrációjú nátrium-tioszulfát mérőoldattal megtitráljuk.

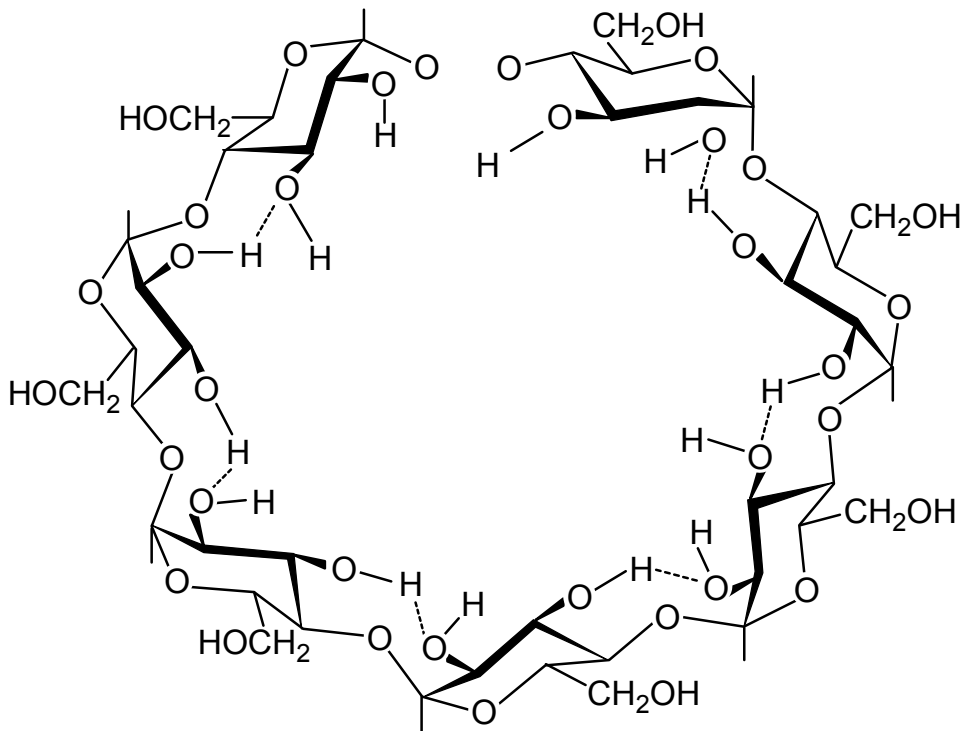
Indikátorok alkalmazása

Az első reakcióhoz természetesen nem kell indikátor, hiszen előre meghatározott mennyiségű jódot adunk az aszkorbinsavhoz, annyit, hogy az biztosan feleslegben maradjon. Ezt jól látjuk abból is, hogy az aszkorbinsav-oldat a hozzáadott jóddoldat hatására a reakció lejátszódása után is megtartja a jód jellegzetes vörösesbarna színét.

A második reakcióban azt kell figyelni, hogy amikor a jód elfogy, annak színe eltűnik, ezért az oldat színtelenre vált. A jód mennyiségének csökkenésekor, az egyenértékponthoz közelében az oldat halványsárga (szalmasárga) lesz. Mivel ennek a halvány árnyalatú sárga színnek a színtelenbe való váltása nehezen látható, a jobb észlelhetőség érdekében indikátort használunk. Az alkalmazott indikátor a keményítő, ami a jóddal kék színű komplexet képez. Ennek már intenzív kék színe van, és a kék szín egy csepp mérőoldat hatására történő eltűnése jól észlelhető.

A keményítő-indikátor működése

A keményítő összetételét tekintve természetes makromolekula, poliszacharid, amely glükóz egységekből épül fel. Az alábbi ábrán a spirál alakú molekula egy részlete látható:



Ha a jód bejut a keményítőhélixbe, gerjeszthetősége megváltozik, és így az igen híg, halvány-sárga jódoldat sötétkék színű lesz.



A keményítő is fogyasztja a jódot, ezért a keményítő-indikátort szigorúan csak a végpont előtt szabad az oldathoz adni. Így elkerülhető az ebből eredő hiba.

A keményítő-indikátort minden nap frissen kell készíteni.

A C-vitamin meghatározásának menete

A meghatározáshoz szükség van $0,1 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldatra és $1/120 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ -oldatra.

$1/120 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ -oldat készítése

Analitikai mérlegen, $0,1 \text{ mg}$ pontossággal mérjen be kb. $0,8 \text{ g}$ $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ -ot! Mossa be egy 250 cm^3 -es mérőlombikba, oldja fel, töltsé jelig és homogenizálja az oldatot! Számítsa ki az oldat pontos koncentrációját!

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása

$20,0 \text{ cm}^3$ előzőek szerint meghatározott koncentrációjú $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ -oldatot mérjen be egy titrálólombikba! Adjon hozzá 10 cm^3 10 tömegszázalékos sósavat, és kb. $0,5\text{--}1 \text{ g}$ KI -ot! A lombikot fedje le, és 5 perc várakozás után titrálja meg $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldattal! A titrálást szalmasárga színig végezze, ekkor adjon hozzá 3 csepp frissen készült keményítőoldatot! A titrálás végpontját a kék szín eltűnése jelzi.

Számítsa ki a $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldat pontos koncentrációját!

A meghatározás menete

Analitikai mérlegben mérjen le 5 db C-vitamin-tablettát! Dörzsmozsrában porítsa el és homogenizálja a port! A porkeverékből analitikai mérlegben mérjen be kb. 0,5 g-ot, és egy 100 cm³-es mérőlombikba desztillált vízzel mossa át! Kb. 5 percig tartó intenzív rázás után töltse fel! Homogenizálja az oldatot, és pipetázzon az Erlenmeyer-lombikba 20,0 cm³-t! Adjon hozzá 20,0 cm³ KH(IO₃)₂-oldatot, 10 cm³ 10 tömegszázalékos sósavat, és kb. 0,5–1 g KI-ot! A lombikot fedje le, és 5 perc várakozás után titrálja meg Na₂S₂O₃ mérőoldattal! A titrálást szalmasárga színig végezze, ekkor adjon hozzá 3 csepp frissen készült keményítő-oldatot! A titrálás végpontját a kék szín eltűnése jelzi.

Számítsa ki egy darab C-vitamin-tabletta aszkorbinsav tartalmát mg-ban!

A számítás menete

1/120 mol/dm³ koncentrációjú KH(IO₃)₂-oldat készítése

$$\text{Bemérés: } m(\text{KH}(\text{IO}_3)_2) = 0,8236 \text{ g}$$

$$M(\text{KH}(\text{IO}_3)_2) = 389,9 \text{ g/mol}$$

$$n(\text{KH}(\text{IO}_3)_2) = \frac{0,8236}{389,9} = 0,002112 \text{ mol}$$

$$c(\text{KH}(\text{IO}_3)_2) = \frac{0,002112}{0,250} = 0,008449 \text{ mol/dm}^3$$

Na₂S₂O₃ mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása

$$\text{Bemért KH}(\text{IO}_3)_2\text{-oldat térfogata: } V(\text{KH}(\text{IO}_3)_2) = 20,0 \text{ cm}^3$$

$$\text{Átlagfogyás Na}_2\text{S}_2\text{O}_3\text{ mérőoldatból: } 20,4 \text{ cm}^3$$

$$n(\text{KH}(\text{IO}_3)_2) = c \cdot V = 0,008449 \cdot 0,0200 = 0,00016899 \text{ mol}$$

$$n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 12 n(\text{KH}(\text{IO}_3)_2) = 12 \cdot 0,00016899 = 0,0020278 \text{ mol}$$

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{n}{V} = \frac{0,0020278}{0,0204} = 0,09940 \text{ mol/dm}^3$$

Aszkorbinsav-tartalom számítása

$$5 \text{ db tablettá tömege: } 1,2564 \text{ g}$$

$$\text{A vizsgálathoz bemért minta tömege: } 0,5555 \text{ g}$$

$$\text{A vizsgálathoz használt KH}(\text{IO}_3)_2\text{-oldat térfogata: } V(\text{KH}(\text{IO}_3)_2) = 20,0 \text{ cm}^3$$

$$\text{A vizsgálathoz fogyott Na}_2\text{S}_2\text{O}_3\text{ mérőoldat térfogata (átlag): } V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 15,5 \text{ cm}^3$$

Összes jód anyagmennyisége:

$$n(\text{KH}(\text{IO}_3)_2) = c \cdot V = 0,008449 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 0,020 \text{ dm}^3 = 0,0001690 \text{ mol}$$

$$n(\text{összes I}_2) = 6 \cdot n(\text{KH}(\text{IO}_3)_2) = 6 \cdot 0,0001690 = 0,001014 \text{ mol}$$

$$n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = c \cdot V = 0,09940 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 0,0155 \text{ dm}^3 = 0,001541 \text{ mol}$$

$$n(\text{főlös I}_2) = 0,5 \cdot n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,5 \cdot 0,001541 \text{ mol} = 0,0007703 \text{ mol}$$

Aszkorbinsavra fogyott jód anyagmennyisége:

$$n(\text{összes I}_2) - n(\text{főlös I}_2) = 0,001014 \text{ mol} - 0,0007703 \text{ mol} = 0,0002437 \text{ mol}$$

$$\text{Aszkorbinsav tömege: } m(\text{aszkorbinsav}) = n \cdot M = 0,0002437 \text{ mol} \cdot 176,03 = 0,04290 \text{ g}$$

A bemért mintában lévő aszkorbinsavhoz figyelembe kell venni a kipipettázott minta és a mérőlombik térfogatának arányát:

$$\text{A bemért mintában lévő aszkorbinsav tömege: } 0,04290 \cdot \frac{100}{20} = 0,2145 \text{ g}$$

1 db tablettában lévő aszkorbinsav tömegéhez a bemért minta és az 1 tablettá tömegének arányát kell figyelembe venni:

1 db tablettában lévő aszkorbinsav tömege:

$$0,2145 \cdot \frac{1 \text{ db tablettá tömege}}{\text{bemért minta tömege}} = 0,2145 \cdot \frac{0,2513}{0,5555} = 0,0970 \text{ g} = 97,0 \text{ mg}$$

Jegyzőkönyv

A jegyzőkönyvnek tartalmaznia kell:

1. Valamennyi szükséges reakcióegyenletet.
2. $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ oldat készítését, pontos koncentrációjának számítását.
3. A $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározást, a pontos koncentráció számítását.
4. A C-vitamin aszkorbinsav-tartalmának meghatározást, az aszkorbinsav-tartalom számítását.
5. 1 db C-vitamin tablettá aszkorbinsav-tartalmát mg-ban.

Jegyzőkönyv vezetése

Moláris tömegek: $M(\text{KH}(\text{IO}_3)_2) = 389,9 \text{ g/mol}$
 $M(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6) = 176,03 \text{ g/mol}$

Mérési adatok:

KH(IO ₃) ₂ bemérés:	
Mérőlombik térfogata KH(IO ₃) ₂ -oldathoz:	
KH(IO ₃) ₂ -oldat térfogata Na ₂ S ₂ O ₃ mérőoldat pontos koncentrációjának méréséhez:	
Na ₂ S ₂ O ₃ fogyások:	1.
	2.
	3.
	Átlag:
..... db tableta tömege:	
1 db tableta tömege:	
Vizsgálathoz bemért por tömege:	
Törzsoldat térfogata:	
Pipetta térfogata:	
KH(IO ₃) ₂ -oldat térfogata:	
A vizsgálathoz fogyott Na ₂ S ₂ O ₃ mérőoldat térfogata:	1.
	2.
	3.
	Átlag:

Számítások:

- I. KH(IO₃)₂ koncentrációjának számítása
- II. Na₂S₂O₃ mérőoldat koncentrációjának számítása
- III. Aszkorbinsav-tartalom számítása

ELLENŐRZŐ FELADATOK A C-VITAMIN MEGHATÁROZÁSÁHOZ

- | |
|--|
| 1. Másolja ide az aszkorbinsav jóddal történő oxidációjának egyenletét! Jelölje valamilyeni szénatom oxidációs számát! Rendezze a reakcióegyenletét oxidációs számok alkalmazásával! |
| |

2. Keressen rá az interneten a C-vitaminra! A forgalmazott tablettáknak hány mg az aszkorbinsav-tartalma tablettánként?

3. Írja fel és oxidációs számokkal rendezze a jód felszabadítását kálium-hidrogén-jodátból és kálium-jodidból leíró reakcióegyenletet!

4. Indokolja meg, hogy miért pont $\frac{1}{120}$ mol/dm³ koncentrációjú KH(IO₃)₂-oldatot kell készíteni!

5. Milyen mérleget kell használni a jód felszabadítása során, a 0,5–1 g KI adagolásához? Húzza alá a megfelelő választ!

- A) analitikai mérleget
- B) gyorsmérleget
- C) nem kell hozzá mérleg

6. Írja fel és oxidációs számokkal rendezze a nátrium-tioszulfát reakcióját jóddal!

7. Miért nem lehet a keményítőindikátort a jodometriás feladatokban mindjárt a titrálás kezdetén az oldathoz hozzáadni?

8. A jód felszabadítása során a KH(IO₃)₂-oldathoz sósavat és KI-ot kell adni. Miért kell a lefedni a lombikot, amíg várni kell?

9. Vesse össze a kidolgozott mintaszámításban szereplő adatokat a számítás utáni jegyzőkönyv táblázatának adataival! Az azonosítható adatokat írja be a táblázat megfelelő cellájába!

10. Ki és mikor fedezte fel a C-vitamint?

11. A C-vitamin felfedezője Nobel-díjat kapott. Milyet? Húzza alá a megfelelő választ!

A) Orvosi Nobel-díjat

B) Kémiai Nobel-díjat

12. A vitaminokat két csoportba osztjuk. Melyik csoportba tartozik a C-vitamin? Húzza alá a megfelelő választ!

A) Vízben oldódó vitamin

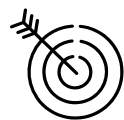
B) Zsírban oldódó vitamin

MOSÓSZÓDA NÁTRIUM-KARBONÁT-TARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA POTENCIOMETRIKUS TITRÁLÁSSAL

Feladat

Ön egy mosószóda kiszerelő üzemben dolgozik. A beérkezett nátrium-karbonátot kell csomagolás előtt ellenőrizni, hogy megfelel-e a specifikációban meghatározott adatoknak. Ennek érdekében a mintát vesz a beérkezett szállítmányból, és meghatározza annak hatóanyagtartalmát.

Bevezetés

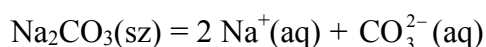


Ennek a témakörnek az a célja, hogy a mindennapi laboratóriumi gyakorlatból vett példán keresztül megismerkedjünk

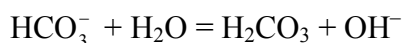
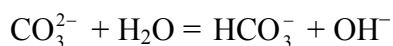
- egy acidi-alkalimetriás titrálás műszeres analitikai kivitelezésével,
- a potenciometrikus titrálás alapjaival,
- egy titrálóberendezés kezelésével.

A mosószóda, kémiaailag nátrium-karbonát. Egy erős bázis gyenge savval alkotott sója. Ebből következik, hogy lúgosan hidrolizál.

A nátrium-karbonát vízben való oldáskor hidratált ionok keletkeznek.



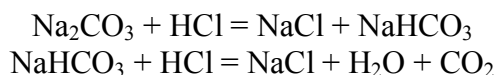
A karbonátióan erős bázisként viselkedik, a vízmolekuláktól két lépésben protont vesz fel. A keletkező oldat lúgos kémhatású:



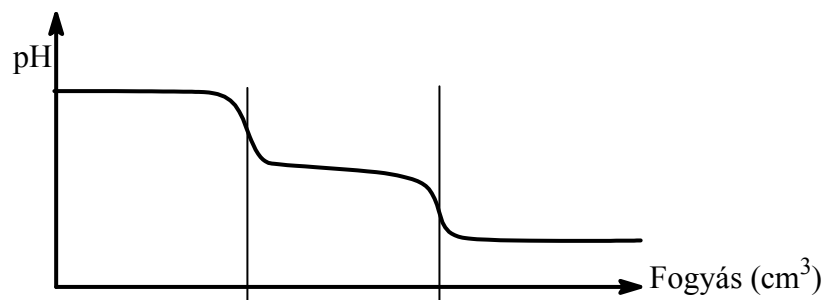
Mosóhatása is azon alapszik, hogy vizes oldata erősen lúgos, így jó zsíroldó hatású. A természetben állandóan keletkezik nátriumtartalmú kőzetek mállásakor. Sós tavakban több helyen előfordul erősen koncentrált nátrium-karbonát-oldat (pl. Egyiptomban, Kaliforniában, a magyar Alföld fehér tói is tartalmazzák).

A mosószóda meghatározásának alapjai

A Na_2CO_3 -ból a gyenge sav erős savval könnyen felszabadítható. A reakció két lépésben játszódik le:



A reakciók mindkét lépése jól követhető a pH nyomon követésével:



A titrálási görbe két lépcsője a két reakciónak megfelelő pH-ugrást mutatja. Mindkét reakció egyenértékpontja ott található, ahol a titrálási görbének legnagyobb a meredeksége. (Ezt a matematikában inflexiós pontnak nevezik.)

A titrálást hagyományos módon is el lehet végezni, amennyiben az oldat tiszta, nem szennyezett, nincs benne pl. olyan színes anyag, ami a színváltáson alapuló indikátorok működését zavarná. Ha a titrálás indikátorral nem végezhető el, akkor az egyenértékpontot úgy állapítjuk meg, hogy a titrálás közben folyamatosan mérjük az oldat pH-ját.

Vannak olyan titráló berendezések, melyek ezt a műveletet elvégezve képernyőn kijelzik (esetleg ki is nyomtatják) a titrálási görbét, megállapítják az inflexiós ponthoz tartozó fogyást, sőt, egyéb adatok (bemérés, mérőlombik és pipetta térfogata) ismeretében a számítást is elvégzik.



A *potenciometria* elektródpotenciálok mérésén alapuló analitikai eljárás. A pH-mérés során két elektród közötti potenciált tudjuk mérni.

A pH és az elektródpotenciál közti összefüggés „A pH potenciomertrikus mérése” című részben kerül részletesebben tárgyalásra.

0,1 mol/dm³ koncentrációjú HCl mérőoldat

Mérjen be egy 1 dm³-es mérőlombikba 8,4 cm³ tömény sósavat. Ioncserélt vízzel töltsse jelleg, majd homogenizálja az oldatot. Ehhez a meghatározáshoz a pontos koncentrációt nem kell meghatározni.

A meghatározás menete

Hitelesítő Na₂CO₃-oldat készítése

Mérjen be 0,1 mg pontossággal 0,8–0,9 g analitikai tisztaságú, vízmentes Na₂CO₃-ot, majd mossa át egy 100-cm³-es mérőlombikba!

Mosószóda törzsoldat készítése

Mérjen be 0,1 mg pontossággal 0,8–0,9 g-ot a mosószódából! Mossa át egy 100 cm³-es mérőlombikba! Töltsse jelleg, majd homogenizálja az oldatot!

Mosószóda Na_2CO_3 -tartalmának meghatározása

A meghatározáshoz egy pH-méréshez használható titrátort használunk. Ennek kezelési utasítása az információs lapon található.

Először az analitikai tisztaságú vízmentes Na_2CO_3 -ot határozzuk meg. A meghatározáshoz pipettázzon ki 10 cm^3 hitelesítő Na_2CO_3 -oldatot a titrátor műanyag poharába. A titrátorba a tényleges bemérés 1/10-ed részét kell beírni. (A mérőlombik/pipetta térfogatának aránya.) A továbbiakban a kezelési utasítás szerint kell eljárni.



Gondolkozzon el azon, ha a sósav mérőoldat koncentrációja pontosan ismert lenne, akkor hány százalékos Na_2CO_3 -tartalmat kell eredményül kapni!

A titrátorba a számításhoz a sósav mérőoldat koncentrációját pontosan $0,100\text{ mol/dm}^3$ -nek adjuk meg, tudva, hogy ez nem feltétlenül igaz. Így a fogyásból és a bemérésből számított Na_2CO_3 -tartalom sem lesz 100%.

Ha a meghatározás során a továbbiakban ugyanazt a sósav mérőoldatot használjuk, akkor a sósav mérőoldat pontos koncentrációjának kiszámítása felesleges.

Második mérés során pipettázzon ki a mosószóda törzsoldatból 10 cm^3 -t a titrátor műanyag poharába! Bemérésként pedig az imént meghatározott Na_2CO_3 -százalék figyelembevételével korrigált bemérés 1/10-ed részét kell beírni. Pl. ha az analitikai tisztaságú Na_2CO_3 -ra kapott elemzés szerint $w(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 96,0\%$, és a minta bemérése $0,9965\text{ g}$ volt, akkor a mosószóda beméréséhez $0,9965 \cdot 0,96 = 0,09566\text{ g}$ -ot kell írni.

Ha jól írtuk be a bemérést, akkor a titrátor eredményül közvetlenül a mosószóda Na_2CO_3 -tartalmát adja tömegszázalékban kifejezve.

Megjegyzés

A titrátor programozása már megtörtént korábban. Ellenőrizze, hogy a programbeállítások megfelelnek-e a kezelési utasításban leírtaknak! Ez feltétele annak, hogy az eredmény pontos legyen.

A számítás menete

$0,1\text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú HCl mérőoldat készítése

Mérjen be egy 1 dm^3 -es mérőlombikba $8,4\text{ cm}^3$ tömény sósavat! Ioncserélt vízzel töltsé jelig, majd homogenizálja az oldatot!

Mosószóda bemérés számítása

Az analitikai tisztaságú vízmentes Na_2CO_3 -ra kapott összetétel: $w = 94,00\%$.
Mosószóda bemérés: $1,0123\text{ g}$.

A titrátorba írandó bemérés: $1,0123 \cdot \frac{94}{100} \cdot \frac{1}{10} = 0,09516\text{ g}$.

Jegyzőkönyv

Moláris tömegek: $M(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 106,0 \text{ g/mol}$

Mérési adatok:

Na ₂ CO ₃ -bemérés:		
Mérőlombik térfogata:		
Pipetta térfogata:		
Titrátorba beírandó Na ₂ CO ₃ -bemérés:		
Na ₂ CO ₃ összetétel:	1.	
	2.	
	3.	
	Átlag:	
Bemért mosószóda tömege:		
Törzsoldat térfogata:		
Pipetta térfogata:		
Pipetta térfogata:		
Mosószódaoldat térfogata:		
Mosószóda Na ₂ CO ₃ -tartalma:	1.	
	2.	
	3.	
	Átlag:	

A jegyzőkönyvnek tartalmaznia kell:

1. A meghatározás reakcióegyenleteit.
2. Beméréseket.
3. A minta korrigált bemérését.
4. A mérési adatokat.
5. A minta Na₂CO₃-tartalmát tömegszázalékban.
6. A titrálási görbe kézzel megrajzolt méretarányos vázlatát, bejelölve az egyenértékpontokat, és az azokhoz tartozó pH-t.

ELLENŐRZŐ FELADATOK A MOSÓSZÓDA NÁTRIUM-KARBONÁT-TARTALMÁNAK POTENCIOMETRIKUS TITRÁLÁSSAL TÖRTÉNŐ MEGHATÁROZÁSÁHOZ

1. Vesse össze a kidolgozott mintaszámításban szereplő adatokat a számítás utáni jegyzőkönyv táblázatának adataival! Az azonosítható adatokat írja be a táblázat megfelelő cellájába!

2. A nátrium-karbonát az élelmiszer-iparban engedélyezett adalék. Keresse meg a kódját, és hatását az élelmiszerekben!

3. Keressen az interneten szikes talajokat ábrázoló képeket! Mi a sziksó? Magyarországon melyik tájegységre jellemző a szikes talaj?

4. A titrálási görbét tanulmányozva matematikai ismereteit felhasználva állapítsa meg, hogy a felsoroltak közül melyik függvénynek van inflexiós pontja! Húzza alá a helyes választ, vagy válaszokat!

- | | | |
|---|---------------------------|--------------------------------------|
| A) Szinuszfüggvény és koszinusz függvény | $y = \sin x$ | $y = \cos x$ |
| B) Exponenciális függvény és logaritmusfüggvény | $y = a^x$ | $y = \log_a x \quad a \neq 1; a > 0$ |
| C) Hiperbola és parabola | $y = x^{-1}$ | $y = x^2$ |
| D) Tangensfüggvény és kotangens függvény | $y = \operatorname{tg} x$ | $y = \operatorname{ctg} x$ |
| E) Abszolútérték-függvény | $y = x $ | |

5. Keressen olyan indikátort, amely segítségével elvégezhető a hagyományos titrálás!

6. Számítással igazolja a $0,1 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú sósavoldat készítésénél megadott bemérendő cc. HCl térfogatát!

7. Számítsa ki, hogy a $0,100 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú sósavoldatból hány cm^3 lesz a teljes fogyás, ha a vízmentes, analitikai tisztaságú Na_2CO_3 -ból $0,9568 \text{ g}$ -ot mértünk be! A mérőlombik és a pipetta térfogata a Na_2CO_3 -tartalom meghatározásánál leírttal azonos.

8. Számítsa ki, hogy legfeljebb hány gramm mosószódát szabad bemérni! A mérőlombik és a pipetta térfogata a Na_2CO_3 -tartalom meghatározásánál leírttal azonos, a sósavoldat koncentrációját pedig tekintsük pontosan $0,100 \text{ mol/dm}^3$ -nek. A titrátor automata büret-tája 20 cm^3 térfogatú, de a 2. inflexiós pont észlelése érdekében 18 cm^3 -nél nem lehet nagyobb a fogyás.

9. A Titrlab900 titrátor leírásában a *Result calculation* menüpontban van egy képlet. Melyik adatot tudja belőle azonosítani?

10. Az analitikai tisztaságú Na_2CO_3 meghatározása során a műszer három inflexiós pontot jelzett, az eredmény pedig 76,65% lett. Minősítse az eredményt, és keresse meg az hiba okát!

11. Erre a kérdésre a gyakorlat elvégzése után válaszoljon!
A *Run* gomb megnyomása után vette észre, hogy elfelejtette elindítani a keverőt. Mi az a legkésőbbi pillanat, amíg még ezt megteheti anélkül, hogy új mintát kellene pipettázni a pohárba?

12. A Titrlab900 titrátor leírásában a *A bűretta paramétere*i menüpontban olvashatja a következőt: Concentration: 1.000E-01 eq/l. Értelmezze a „1.000E-01” számot és a „eq/l” mértékegységet!

13. A mérés során a használt $c_n(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú sósav mérőoldat elfogyott, emiatt a mérőoldatot tartalmazó folyadéküveget új oldattal kell feltölteni. Folytathat-e a mérés, vagy előlről kell kezdeni? Válaszát röviden indokolja meg!

AKTÍV KLÓRTARTALOM MEGHATÁROZÁSA JODOMETRIÁSAN

Feladat

Ön a Hatósági Minőségellenőrző Intézet háztartás-vegyipari részlegének laboratóriumában dolgozik. Feladata a kereskedelmi forgalomban kapható mosószerek, fertőtlenítő és tisztító anyagok minőségének ellenőrzése. A mai munkája, hogy a beérkező hipó mintának kell meghatározni a hatóanyag tartalmát.

Bevezetés

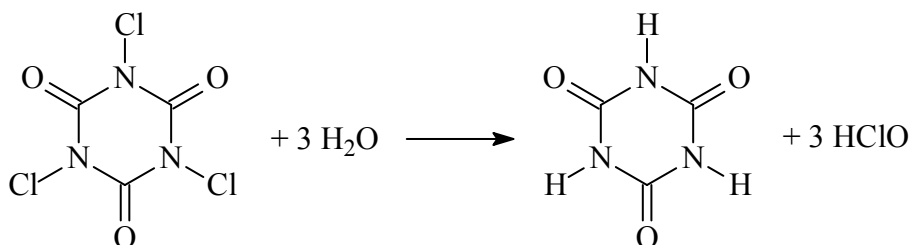


Ennek a témakörnek az a célja, hogy a mindennapi laboratóriumi gyakorlatból vett példán keresztül

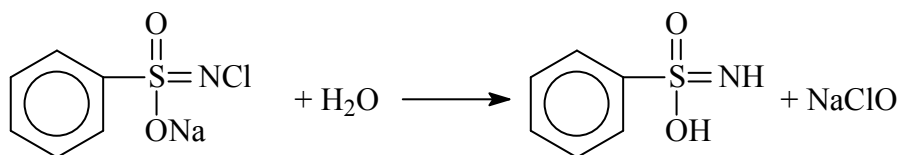
- megismerjük egy összetett jodometriás analitikai feladatot,
- megtapasztaljuk a részfolyamatok egymásra épülését,
- meghatározzuk egy gyakori, mindenki által ismert, háztartásokban is használt anyag hatóanyagtartalmát,
- eredményeinket szakszerűen dokumentáljuk.

A klór erősen oxidatív anyag. Képes elpusztítani a vízben előforduló kórokozó mikroorganizmusokat (baktériumok, vírusok, spórák stb.), másrészt elbontja a vízbe kerülő táplálékul szolgáló szerves anyagokat. A klór elemi állapotában is képes fertőtlenítésre, de gondoljunk csak bele: a klór gázhalmazállapotú anyag, kezelése, tárolása, pontos adagolása meglehetősen nehézkes, nagy szakértelmet kívánó, egyben veszélyes feladat! Célszerűbb olyan anyagokat alkalmazni, amelyekből a helyszínen előállítható a szükséges mennyiségű fertőtlenítő anyag, amely így kiküszöböli az említett gondokat.

Magánmedencék fertőtlenítésre gyakran használják az ún. klórgranulátumot, és a klórtablettát. Ezek szerves klórkészítmények, hatóanyaga a triklór-izocianursav ($C_3N_3O_3Cl_3$), vagy diklór-izocianursav ($C_3N_3O_3HCl_2$). A vízmolekulákkal reakcióba lépve a triklór-izocianursav vagy a diklór-izocianursav klóratomjai hidrogénatomokra cserélődnek és így hipoklórossav (HClO) és izocianursav ($C_3N_3O_3H_3$) képződik:



Higiénés kézfertőtlenítésre, bőrfelület, kifelületű sebek, egyes orvosi eszközök stb. fertőtlenítésére a vízben feloldott Neomagnol tablettá használható. A tablettá hatóanyaga, a benzol-szulfon-klóramid-nátrium, vizes oldatban nátrium-hipokloritra és benzol-szulfonamidra bomlik:



A háztartásokban, uszodákban, egészségügyi intézményekben, gazdasági okokból a hipót használják. A hipó klórgáz NaOH-ban történő elnyeletésével készül.

A hipóhoz hasonlóan fertőtlenítő hatású anyag a klórmész, ami mésztejbe elnyeletett klórgázzal készül, és lényegét tekintve kalcium-hipoklorit.

Az említett fertőtlenítő szereket aktív klórtartalmukkal jellemezzük.

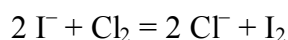


Az aktív klórtartalom a mintában oldott klórgázból, hipokloritokból, kloritokból adódik. Az aktív klórtartalmat a mintavétel után közvetlenül kell mérni.

Aktív klórtartalom meghatározásának alapjai

A jodometriás módszer lényege, hogy az aktív klór által felszabadított elemi jódot keményítő jelenlétében nátrium-tioszulfát mérőoldattal titráljuk.

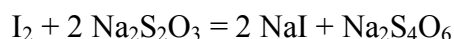
A mintaoldatok aktív klórtartalma a megsavanyított kálium-jodid oldatból jódot választ ki:



Amennyiben az aktív klór hipoklorit ion formában van jelen, savas közegben az alábbi reakció szerint szabadítja fel az elemi jódot:



A keletkezett jódot nátrium-tioszulfát mérőoldattal megtitráljuk:



Állapítsa meg, hogy 1 mol $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ hány mol klórt (Cl) mér!

Indikátorok alkalmazása

A jodometriás meghatározásoknál keményítőindikátort használunk. Működésének leírása a „C-vitamin-tabletta aszkorbinsav-tartalmának meghatározása jodometriásan” című feladatban található.

1/120 mol/dm³ koncentrációjú KH(IO₃)₂, vagy 1/60 mol/dm³ koncentrációjú KHIO₃ standard-oldat készítése

Analitikai mérlegen mérjen be kb. 0,8 g KH(IO₃)₂ vagy 0,9 g KIO₃ titeranyagot! Mossa be egy 250 cm³-es mérőlombikba, oldja fel, töltsé jelig és homogenizálja az oldatot! Számítsa ki az oldat pontos koncentrációját!

0,1 mol/dm³ koncentrációjú Na₂S₂O₃ mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása

20,0 cm³ előzőek szerint meghatározott koncentrációjú KH(IO₃)₂-, vagy KIO₃-oldatot mérjen be egy titráló lombikba! Adjon hozzá 10 cm³ 10 tömegszázalékos sósavat, és kb. 0,5–1 g KI-ot! A lombikot fedje le, és 5 perc várakozás után titrálja meg Na₂S₂O₃ mérőoldattal! A titrálást szalmasárga színig végezze, ekkor adjon hozzá 1 cm³ frissen készült keményítőoldatot! A titrálás végpontját a kék szín eltűnése jelzi.

Számítsa ki a Na₂S₂O₃ mérőoldat pontos koncentrációját!

A meghatározás menete

Hipó törzsoldat készítése

Egy 250 cm³-es mérőlombikba mérjen ki bürettával 50,0 cm³ tömény hipóoldatot! Ioncserélt vízzel töltsé jelig és homogenizálja az oldatot! A frissen elkészített törzsoldatot azonnal fel kell dolgozni.

Aktív klórtartalom meghatározása

Pipettázzon ki az törzsoldatból 25,0 cm³ hipó törzsoldatot egy Erlenmeyer-lombikba, adjon hozzá kb. 0,5–1 g KI-ot, majd 5 cm³ w = 20%-os kénsavoldatot! Adjon az oldathoz kb. 20 cm³ ioncserélt vizet! Fedje le a lombikot és hagyja állni lehetőleg sötét helyen kb. 5 percet, majd titrálja meg az oldatot a 0,1 mol/dm³ koncentrációjú Na₂S₂O₃ mérőoldattal! A titrálást először szalmasárga színig végezze! Ekkor adjon hozzá 1 cm³ keményítő-indikátort és titrálja a kék szín eltűnéséig! Három egyező titrálást végezzen!

Számítsa ki a hipó aktív klórtartalmát g/dm³ egységben!

A számítás menete

1/120 mol/dm³ koncentrációjú KH(IO₃)₂-oldat, vagy 1/60 mol/dm³ koncentrációjú KHIO₃-oldat készítése

A számításra példát talál a „C-vitamin-tabletta aszkorbinsav-tartalmának meghatározása jodometriásan” és az „Oldott oxigén meghatározása vízben jodometriás módszerrel” című méréseknél.

0,1 mol/dm³ koncentrációjú Na₂S₂O₃-mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása

A számításra példát talál a „C-vitamin-tabletta aszkorbinsav-tartalmának meghatározása jodometriásan” című mérésnél.

Aktív klórtartalom számítása

$$\begin{aligned}
 c_p(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) &= 0,09940 \text{ mol/dm}^3 \\
 \bar{V}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) &= 25,5 \text{ cm}^3 \\
 n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = c \cdot V &= 0,09940 \cdot 0,0255 = 0,002535 \text{ mol} \\
 n(\text{Cl}) = n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) &= 0,002535 \text{ mol} \\
 m(\text{Cl}) = n \cdot M &= 0,002535 \cdot 35,45 = 0,08987 \text{ g}
 \end{aligned}$$

A bemért mintában lévő összes klór tömege, figyelembe véve a mérőlombik és a pipetta térfogatát:

$$m(\text{összes Cl}) = 0,08987 \cdot \frac{250}{25,0} = 0,8987 \text{ g}$$

A bemért minta térfogata: $20,0 \text{ cm}^3$

$$\text{A hipó aktív klórtartalma: } \rho_B = \frac{m}{V} = \frac{0,8987}{0,020} = 44,9 \frac{\text{g}}{\text{dm}^3}$$

Jegyzőkönyv

Moláris tömegek: $M(\text{Cl}) = 35,45 \text{ g/mol}$
 $M(\text{KIO}_3) = 214,0 \text{ g/mol}$
 $M(\text{KH}(\text{IO}_3)_2) = 389,9 \text{ g/mol}$

Mérési adatok:

Pontos koncentráció meghatározása	
Bemért titeranyag képlete:	
Bemért titeranyag tömege:	
Mérőlombik térfogata standardoldathoz:	
Titrált standardoldat térfogata:	
$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ fogyások a standara:	1.
	2.
	3.
	Átlag:
Minta aktív klórtartalmának meghatározása	
A bemért hipó térfogata:	
Törzsoldat térfogata:	
Titrált térfogat:	
$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pontos koncentrációja:	
$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ fogyások:	1.
	2.
	3.
	Átlag:

Számítások:

- I. Standardoldat koncentrációjának számítása
- II. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldat pontos koncentrációjának számítása
- III. aktív klórtartalmának számítása

A jegyzőkönyvnek tartalmaznia kell:

1. Valamennyi szükséges reakcióegyenletet.
2. Standardoldat készítését, pontos koncentrációjának számítását.
3. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldat készítését, pontos koncentrációjának számítását.
4. Hipó aktív klórtartalmának meghatározást, számítását.
5. A hipó aktív klórtartalmát g/dm^3 egységben.

ELLENŐRZŐ FELADATOK AZ AKTÍV KLÓRTARTALOM JODOMETRIÁS MEGHATÁROZÁSÁHOZ

1. Vesse össze a kidolgozott mintaszámításban szereplő adatokat a számítás utáni jegyzőkönyv táblázatának adataival! Az azonosítható adatokat írja be a táblázat megfelelő cellájába!

2. Röviden fogalmazza meg, hogy min alapszik az aktív klórtartalmú anyagok fertőtlenítő hatása!

3. Mit nevezünk aktív klórtartalomnak?

4. Miért kell az aktív klórtartalmat a mintavétel után közvetlenül mérni?

5. Írja fel a jód nátrium-tioszulfáttal történő meghatározásának reakcióegyenletét az oxidációs számok alkalmazásával!

6. Írja fel a $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldat pontos koncentrációja meghatározásának reakcióegyenletét!

7. A jodometriás titrálásoknál mikor kell a keményítő-indikátort az oldathoz adni? Válaszát röviden indokolja!

8. Milyen munkavédelmi szabályokat kell betartani a hipó törzsoldat készítése során?

9. Melyik mérési, illetve számítási adat írása helyes az aktív klórtartalom meghatározásában? Tegyen a helyes válasz előtti négyzetbe X-et!

- | | |
|--|---|
| <input type="checkbox"/> $c_p(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ | <input type="checkbox"/> $c_p(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1000 \text{ mol/dm}^3$ |
| <input type="checkbox"/> $V(\text{pipetta}) = 20,00 \text{ cm}^3$ | <input type="checkbox"/> $V(\text{pipetta}) = 20 \text{ cm}^3$ |
| <input type="checkbox"/> $n(\text{Cl}) = 0,0025 \text{ mol}$ | <input type="checkbox"/> $n(\text{Cl}) = 0,002535 \text{ mol}$ |
| <input type="checkbox"/> Aktív klórtartalom 40 g/dm^3 | <input type="checkbox"/> Aktív klórtartalom $40,0 \text{ g/dm}^3$ |

10. Egyéb adatok azonossága esetén nagyobb, vagy kisebb a minta g/dm^3 -ban kifejezett aktív klórtartalma?

Tegyen X-et a K-jelű oszlopba, ha kisebb, az N-jelű oszlopba, ha nagyobb!

	K	N
A bürettából túl nagyméretű cseppek adagolhatók.		
A titráláshoz használt pipetta melegebb, mint szabadna.		
A hipó törzsoldat készítésénél a buretta használata során nem vártuk meg az utánfolyást.		

11. Számítsa ki a minta aktív klórtartalmát g/dm^3 egységben, a következő adatok alapján:
Törzsoldat készítéshez bemért hipó térfogata 25 cm^3 .
Törzsoldat készítéshez használt mérőlombik térfogata 250 cm^3 .
Pipetta térfogata $20,0 \text{ cm}^3$.
Törzsoldat részletére fogyott átlagosan $18,5 \text{ cm}^3 \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldat.
A tioszulfát mérőoldat koncentrációja $0,1050 \text{ mol/dm}^3$.

KÖRNYEZETI ANALITIKAI VIZSGÁLATOK

A VÍZ ÖSSZES KEMÉNYSÉGÉNEK MEGHATÁROZÁSA

Feladat

Ön a Nagyvárosi Vízművek Zrt. vízminőségi és környezetvédelmi osztályának (VKO), laboratóriumában dolgozik. A VKO laboratóriuma évtizedek óta fontos szerepet tölt be a cég által termelt/szolgáltató ivóvíz minőségének ellenőrzésében. A VKO laboratóriuma külső megrendelésre is végez vízvizsgálati és véleményezési tevékenységet ivóvizek, felszín alatti vizek vízmintáiból.

Az Ön feladata a beérkezett vízminták keménységének meghatározása, és a keménységi osztályba sorolása.

Bevezetés



Ennek a témakörnek az a célja, hogy a mindennapi laboratóriumi gyakorlatból vett példán keresztül

- megismerjük az ivóvíz minőségének egyik alapvető jellemzőjét, a vízkeménység fogalmát és mértékegységeit,
- megismerjük a komplexometria egy gyakorlati felhasználását,
- elvégezzük egy vízminta vízkeménységének meghatározást a leírás alapján, és minősítjük a vízmintát.

A természetes vizek mindig tartalmaznak eredetüktől függően különböző oldott sókat, amelyek a kőzetekből és a talajból oldódnak ki.

Az ivóvíz élvezeti értékét és a mosáshoz használt víz hatékonyságát részben az ivóvíz keménysége, azaz a benne oldott kalcium- és magnéziumionok mennyisége határozza meg. Minél keményebb a víz, annál jobb ízű, de annál kevésbé alkalmas mosásra. A lágy és a kemény vizet már a rómaiak is megkülönböztették, bár kémiaja még ismeretlen volt számukra. A mai elnevezés a XIX. századi mosodai iparból származik: ugyanis a vízben lévő kalcium- és magnéziumionok a szappannal vízben nem oldódó vegyületet alkotnak. Ez rátapad a mosott ruhára és vasaláskor megolvadva, majd a szálakon újból kidermedve olyan hatást kelt, mintha a ruhát kikeményítették volna, azt merevvé és zsirosan fénylővé teszi. Innen ered az elnevezés.



Miért nevezzük a magas kalcium- és magnéziumion-tartalmú vizet „kemény”-nek, illetve az alacsony kalcium- és magnéziumion-tartalmú vizet „lágy”-nak?

A víz keménységét a vízben oldott Ca^{2+} - és Mg^{2+} -ionok okozzák. A víz keménységének osztályozásakor megkülönböztetünk karbonátkeménységet és nemkarbonát keménységet attól függően, hogy a kalcium- ill. a magnéziumion milyen anionhoz kötődik.

Keménység mértékegységei

A vízkeménység a vízben lévő oldott sók koncentrációjára jellemző adat.



SI-mértékegység

- 1 mmol/dm³ keménységű az a víz, melynek 1 dm³-ében 1 mmol keménységet okozó (Ca és/vagy Mg) só van feloldva.
- 1 mg CaO/dm³ keménységű az a víz, melynek 1 dm³-ében 1 mg CaO-dal egyenértékű keménységet okozó (Ca és/vagy Mg) só van feloldva.

Nem SI-mértékegység, de a hétköznapi életben használatos

- Német keménység: 1 nk° (°d) = 10 mg kalcium-oxiddal (CaO) egyenértékű (Ca és/vagy Mg) só van 1 dm³ vízben feloldva.

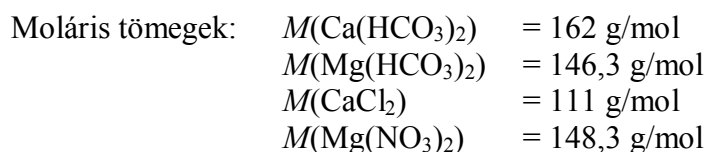
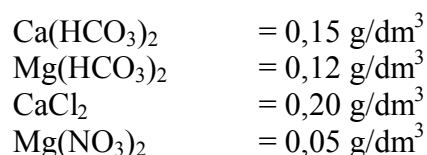
Összefüggés a keménység a mértékegységei között:



	nk°	mg CaO/dm ³	1 mmol/dm ³
nk°	1	10	0,1786
mg CaO/dm ³	0,1	1	0,0178
1 mmol/dm ³	5,60	56	1

Példa

Számítsa ki annak a víznek a változó (KK), állandó (NKK) és összes keménységét (ÖK), amelyben az oldott sók tömegkoncentrációja a következő:



Anyagmennyiségek 1 dm³ vízben:

$$\begin{aligned}n(\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2) &= \frac{150}{162} = 0,926 \text{ mmol} \\ n(\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2) &= \frac{120}{146,3} = 0,820 \text{ mmol} \\ n(\text{CaCl}_2) &= \frac{200}{111} = 1,802 \text{ mmol} \\ n(\text{Mg}(\text{NO}_3)_2) &= \frac{50}{148,3} = 0,337 \text{ mmol}\end{aligned}$$

Víz minta összes keménységének meghatározása

0,02 mol/dm³ koncentrációjú EDTA mérőoldat készítése

Kb. 7,5 g EDTA-t 0,1 mg pontossággal lemérünk, és kb. 600 cm³ desztillált vízben feloldunk. Pár szemcse nátrium-hidroxidot adhatunk az oldathoz. Desztillált vízzel 1 dm³-re egészítjük ki. A mérőoldat pontos koncentrációját a bemérésből kell kiszámítani.

Pufferoldat készítése

67,5 g ammónium-kloridot kb. 300 cm³ desztillált vízben feloldunk. Hozzáadunk 570 cm³ tömény ammóniaoldatot, és térfogatát desztillált vízzel 1 dm³-re egészítjük ki.

A meghatározás menete

- Pipettázon ki egy titrálólombikba 250 cm³ törzsoldatból 25,0 cm³ mintát! Hozott természetes vízminta esetén 50,0 cm³ vízmintát pipettázon a titrálólombikba!
- Mérjen a mintához 2 cm³ pufferoldatot!
- Adjon a mintához 0,1–0,2 g (késhegynyi) eriokrómfekete T indikátort, és oldja fel!
- A borvörösre színeződött oldatot azonnal titrálja meg!
- Az oldat a végpont előtt ibolyás kék, a végpontban kék színűvé változik. (Az oldat színe a túltitrálásra nem változik.) Legalább három párhuzamos titrálást végezzen!
- Számítsa ki a keménységet mmol/dm³, mg CaO/dm³ és német keménységi fok mértékegységekben!

A számítás menete

0,02 mol/dm³ koncentrációjú EDTA mérőoldat pontos koncentrációja

Bemérés: $m(\text{EDTA}) = 7,5320 \text{ g}$

Mérőlombik térfogata: 1 dm³

$M(\text{EDTA}) = 372,2 \text{ g/mol}$

$n(\text{EDTA}) = \frac{7,5320}{372,2} = 0,02024 \text{ mol}$

$c(\text{EDTA}) = \frac{0,02024}{1} = 0,02024 \text{ mol/dm}^3$

Keménység számítása

Átlagfogyás EDTA mérőoldatból: 10,4 cm³

Titrált térfogat: 50 cm³

1 mol EDTA 1 mol kalciumot vagy magnéziumot mér.

$n(\text{EDTA}) = c \cdot V = 0,02024 \cdot 0,0104 = 0,000210 \text{ mol}$

$n(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) = n(\text{EDTA}) = n(\text{CaO}) = 0,000210 \text{ mol}$

$$n(\text{összes CaO}) = 0,000210 \cdot \frac{1000}{50} = 0,00420 \text{ mol} = 4,200 \text{ mmol}$$

$$\text{Összes keménység} = 4,200 \text{ mmol/dm}^3$$

$$m(\text{CaO}) = n \cdot M = 4,200 \cdot 56 = 235,2 \text{ mg CaO}$$

$$\text{ÖK} = 235,2 \text{ mg CaO/dm}^3$$

Összes keménység német keménységi fokban: 23,52 nk°

Jegyzőkönyv

A jegyzőkönyvnek tartalmaznia kell:

1. EDTA-oldat készítését, pontos koncentrációjának számítását.
2. A vízminta összes keménységének mérési adatait.
3. A vízminta összes keménységét mmol/dm³, mg CaO/dm³ és nk° egységekben.

Jegyzőkönyv vezetése

Moláris tömegek: $M(\text{EDTA}) = 372,2 \text{ g/mol}$
 $M(\text{CaO}) = 56,0 \text{ g/mol}$

Mérési adatok:

Mérőoldat készítése	
EDTA-bemérés:	
Mérőlombik térfogata EDTA-oldathoz:	
EDTA pontos koncentrációja:	
Víz minta keménységének meghatározása:	
Víz minta térfogata:	
Titrált térfogat:	
EDTA fogyások:	1.
	2.
	3.
	Átlag:
Összes keménység (mmol/dm ³)	
Összes keménység (mg CaO/dm ³)	
Összes keménység (nk°)	

Számítások:

- I. EDTA koncentrációjának számítása
- II. Összes keménység számításai
- III. Sorolja be a mérési eredménye alapján, hogy a vízminta melyik vízkeménységi kategóriába tartozik!

ELLENŐRZŐ FELADATOK A VÍZ ÖSSZES KEMÉNYSÉGÉNEK MEGHATÁROZÁSÁHOZ

1. Írja a kipontozott vonalra, hogy az alábbi vizek kemény, vagy lágy minősítésűek-e!

Karsztvíz:
Esővíz:
Hideg ablaküvegre lecsapódott pára:
Jégkocka-tartóban megfagyasztott, majd kiolvasztott csapvíz:
Ioncserélt víz:
Tengervíz:

2. Keresse meg az interneten a víz minősítésének határait!

Lágy:
Kemény:
Nagyon kemény:

3. Igazolja a keménység mértékegységeinek váltószámait!

4. Számítsa ki, hogy a pontosan $0,020 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú EDTA mérőoldat minden köbcentiméterre hány német keménységi foknak felel meg, ha a titrált vízminta térfogata 50 cm^3 !

5. Milyen mérleget kell használni az EDTA mérőoldat készítéséhez? Húzza alá a megfelelő választ!

- A) analitikai mérleget
- B) gyorsmérleget
- C) nincs jelentősége

6. Keresse meg, hogy lakóhelyén vagy munkahelyén mennyi a víz keménysége!

7. Vesse össze a kidolgozott mintaszámításban szereplő adatokat a számítás utáni jegyzőkönyv táblázatának adataival! Az azonosítható adatokat írja be a táblázat megfelelő cellájába!

A VÍZ LÚGOSSÁGÁNAK MEGHATÁROZÁSA

Feladat

Ön a Nagyvárosi Vízművek Zrt. vízminőségi és környezetvédelmi osztályának (VKO) laboratóriumában dolgozik. A VKO laboratóriuma évtizedek óta fontos szerepet tölt be a cég által termelt/szolgáltatott ivóvíz minőségének ellenőrzésében. A VKO laboratóriuma külső megrendelésre is végez vízvizsgálati és véleményezési tevékenységet ivóvizek, felszín alatti vizek vízmintáiból.

Az Ön feladata a beérkezett vízminták lúgosságának meghatározása.

Bevezetés

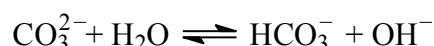
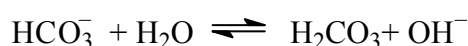


Ennek a témakörnek az a célja, hogy a mindennapi laboratóriumi gyakorlatból vett példán keresztül

- megismerjük az ivóvíz minőségének egyik alapvető jellemzőjét, a víz lúgosságának fogalmát és mértékegységeit,
- megismerjük az acidi-alkalimetria egy gyakorlati felhasználását,
- elvégezzük egy vízminta lúgosságának meghatározást a leírás alapján.

Az ivóvizek, eredetüket tekintve általában a talajvízből, vagy felszíni vizekből származnak. Ezek a természetes vizek a benne különböző mennyiségű és összetételű oldott sóktól jellemzően lúgos kémhatásúak.

Ezek a sók a vízkeménységnél már tárgyalt hidrogén-karbonát-ionok, de lúgos kémhatást okoznak a karbonátionok is. Ennek oka, hogy a szénsav gyenge sav, míg azok a kationok, amelyekkel a vízben mellettük találhatóak (kalcium-, magnézium- és nátriumionok) erős bázisokból származnak. Így ezek a sók a vízben lúgosan hidrolizálnak:



A vízben a fent jelzett ionokon kívül más ionok is lehetnek. A víz lúgosságának meghatározása során nem térünk ki arra, hogy ténylegesen milyen anyagok vannak a vízben. Csak azt vizsgáljuk, hogy a lúgos víz mennyi savval reagál. Ezért a lúgosság mértékének definíciója során is csak azt rögzítjük, hogy mennyi és milyen koncentrációjú sav fogyott a vízmintára.



Vajon függ-e egy adott koncentrációjú savval történő titrálás esetén a fogyás attól, hogy milyen indikátort használunk?

A válasz, hogy természetesen igen. Hiszen az indikátorok színváltása függ az oldat pH-jától. A fenolftalein 8,2–10-es pH-nál, míg a metilnarancs 3,2–4,4 pH-nál vált színt. Ezért ugyanannak a vízmintának a titrálása adott koncentrációjú sav esetén nagyobb fogyást eredményez metilnarancs indikátor használata esetén, mint a fenolftalein indikátort használva.

A lúgosság meghatározásának alapjai

A víz lúgosságának meghatározásához, az előzőekből következik, hogy egy egyszerű sav-bázis titrálást kell végezni. Mindössze meg kell állapodni a sav koncentrációjában és az alkalmazott indikátorban, vagy abban a pH-ban, ameddig a titrálást végezzük. Hagyományos indikálás esetén az indikátorban, műszeres mérés esetén a pH-ban állapodunk meg.

Fogalmak



Lúgosság: a vízben lévő, savval reakcióba lépő anyagok összege, amely a titrálás végpontjának pH-értékétől függ. Értékét egyértékű ionra számolva mmol/dm³-ben adjuk meg.

Fenolftalein lúgosság (p-lúgosság): fenolftalein indikátor alkalmazásával, (műszeres végpontjelzéssel 8,3 pH-értékig) megállapított lúgosság.

Összes vagy metilnarancs lúgosság (m-lúgosság): metilnarancs vagy keverék-indikátor alkalmazásával, (vagy műszeres végpontjelzéssel 4,4 pH-értékig) megállapított lúgosság.

Ivóvíz esetén a lúgosságból a karbonátkeménység kiszámítható, mert az ivóvíz nem tartalmaz a hidrogén-karbonát-ionokon kívül más, lúgosságot okozó sót.

Általánosságban, ha nincs a vízben alkálifém-hidrogén-karbonát és/vagy -karbonát, akkor a víz lúgosságát és karbonátkeménységét (KK) ugyanazok a sók okozzák, azaz a karbonátkeménység számolható a mért lúgosságból:

$$KK = \frac{m\text{-lúgosság}}{2} \frac{\text{mmol}}{\text{dm}^3}$$

A lúgosság meghatározása során a titrálást 0,1 mol/dm³ koncentrációjú HCl mérőoldattal végezzük.

Víz minta lúgosságának meghatározása

0,1 mol/dm³ koncentrációjú HCl mérőoldat készítése

A mérőoldat készítésének tudnivalóit, a pontos koncentráció meghatározásának módját és számítását az „Aszpirin tabletta acetyl-salicilsav-tartalmának meghatározása sav-bázis titrálással” című feladatban találja.

A meghatározás menete

- Pipetázzon ki egy titráló lombikba 250,0 cm³ törzsoldatból 25,0 cm³ mintát! Hozott természetes vízminta esetén 100,0 cm³ vízmintát pipetázzon a titráló lombikba!
- Adjon hozzá 2–3 csepp fenolftalein indikátort! Ha a vízminta színtelen marad, akkor a víznek p-lúgossága nincs, és az utolsó pont szerint folytassa a vizsgálatot. Ha a minta rózsaszínű lesz, akkor a következő pont szerint dolgozzon tovább.
- A rózsaszínű oldatot elszíntelenedésig titrálja! Jegyezze fel a mérőoldat fogyását!
- A színtelen vagy elszíntelenedett mintához adjon 2–3 csepp metilnarancs indikátort. A sárgára színeződött oldatot narancsszínig titrálja! Jegyezze fel a mérőoldat fogyását!

A számítás menete

0,1 mol/dm³ koncentrációjú HCl mérőoldat pontos koncentrációja

A mérőoldat készítésének tudnivalóit, a pontos koncentráció meghatározásának módját és számítását az „Aszpirintabletta acetyl-szalicilsav-tartalmának meghatározása sav-bázis titrálással” című feladatban találja.

Lúgosság számítása

Átlagfogyás a HCl mérőoldatból fenolftalein indikátor mellett: 10,4 cm³

Átlagfogyás a HCl mérőoldatból metilnarancs indikátor mellett: 15,5 cm³

Titrált térfogat: 25,0 cm³

$c_p(\text{HCl}) = 0,1025 \text{ mol/dm}^3$

Fenolftalein-lúgosság (p-lúgosság):

$n(\text{HCl}) = c \cdot V = 0,1025 \cdot 0,0104 = 0,001066 \text{ mol} = 1,066 \text{ mmol}$

1 dm³ térfogatra vonatkoztatva:

$$L(p) = 1,066 \cdot \frac{1000}{25} = 42,64 \text{ mmol/dm}^3 \approx 42,6 \text{ mmol/dm}^3$$

Metilnarancs-lúgosság (m-lúgosság):

$n(\text{HCl}) = c \cdot V = 0,1025 \cdot 0,0155 = 0,001589 \text{ mol} = 1,589 \text{ mmol}$

1 dm³ térfogatra vonatkoztatva:

$$L(m) = 1,589 \cdot \frac{1000}{25} = 63,55 \text{ mmol/dm}^3 \approx 63,6 \text{ mmol/dm}^3$$

Jegyzőkönyv

A jegyzőkönyvnek tartalmaznia kell:

1. HCl-oldat készítését, pontos koncentrációjának számítását.
2. A vízminta összes lúgosságának mérési adatait.
3. A vízminta lúgosságát mmol/dm³ egységben.

Mérési adatok:

HCl mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása		
Bemért KHCO_3 tömege:	1.	
	2.	
	3.	
HCl fogyás KHCO_3 -ra:	1.	
	2.	
	3.	
Víz minta lúgosságának meghatározása		
Víz minta térfogata:		
Titrált térfogat:		
HCl fogyások fenolftalein indikátor mellett:	1.	
	2.	
	3.	
	Átlag (\bar{V}_p)	
HCl fogyások metilnarancs indikátor mellett:	1.	
	2.	
	3.	
	Átlag \bar{V}_m	

Számítások:

- I. HCl koncentrációjának számítása
- II. Lúgosság számításai

ELLENŐRZŐ FELADATOK A VÍZ LÚGOSSÁGÁNAK MEGHATÁROZÁSÁHOZ

1. Írja a fel a szikes talajokban található nátrium-karbonát hidrolízisének egyenletét!

2. Mi a lúgosság definíciója?

3. Van-e mérhető p -lúgossága egy szikes talajból származó talajvíznek? Indokolja választát!

4. Mennyi a metilnarancs-lúgossága annak a víznek, amelyben 1,00 g KHCO_3 van literenként feloldva?

5. Lehet-e a lúgosság mérésére sósav helyett kénsav mérőoldatot használni? Húzza alá a megfelelő választ!

- A) Csak akkor, ha nincs a vízben olyan ion, ami a szulfátionokkal csapadékot ad.
- B) Nem lehet.
- C) Lehet, ha koncentrációja fele a sósav koncentrációjának.

6. Keresse meg, hogy lakóhelyén vagy munkahelyén mennyi a víz lúgossága! Ha van rá módja, hozzon vízmintát és mérje meg annak lúgosságát!

7. Azonosítsa a kidolgozott mintaszámításban szereplő adatokat a számítás utáni jegyzőkönyvi táblázat adataival! Az azonosítható adatokat írja be a táblázat megfelelő cellájába!

8. Számítsa ki a változó keménységét annak a vízmintának, amelynek p -lúgossága nulla, m -lúgossága pedig 12 mmol/dm^3 !

VIZMINTA PERMANGANÁTOS KÉMIAI OXIGÉNIGÉNYÉNEK MEGHATÁROZÁSA (KOI_{PS})

Feladat

Ön a Regionális Szennyvíztisztító Telep kibocsátott vizét ellenőrző laboratóriumban dolgozik. A kibocsátott szennyvíz oxigénfogyasztást folyamatosan ellenőrizni kell. Az Ön feladata a telepről beérkező vízminták KOI_{PS} értékének meghatározása.

Bevezetés



Ennek a témakörnek az a célja, hogy a mindennapi laboratóriumi gyakorlatból vett példán keresztül

- megismerjük az ivóvíz minőségének egyik alapvető jellemzőjét, a vízben található oxidálható anyagok oxigénigényét,
- megtapasztaljuk a részfolyamatok egymásra épülését,
- meghatározzuk vízminta kémiai oxigénigényét permanganátos oxidációval,
- eredményeinket szakszerűen dokumentáljuk.

A vizek, de különösen a szennyvizek igen sokféle szerves és szervesetlen anyagot tartalmaznak, amelyek egyenkénti mennyiségi meghatározása rendkívül körülményes, költséges, igen sok időt venne igénybe és többnyire nem is szükséges. Ezért erre a célra az ún. integráló (összegző) szervesanyag-tartalom meghatározásokat tekintjük mértékadónak, amelyek esetében nem határozunk meg minden komponenst egyenként, hanem azokat egy közös jellemzővel mérjük. Ezek a közös mérőszámok:

- kémiai oxigénigény (KOI),
- biokémiai oxigénigény (BOI),
- szerves széntartalom (TOC) (angol rövidítés: Total Organic Carbon).

Ilyen integráló tulajdonság a pH is, hiszen a pH önmagában nem ad arra vonatkozóan információt, hogy milyen anyagok vannak a vízben, mégis hasznos és fontos jellemző.

Ebben a feladatban a kémiai oxigénigény meghatározása a cél, ezért a többivel nem foglalkozunk részletesen.



A kémiai oxigénigény (KOI) az a mg/dm³-ben kifejezett oxigénmennyiség, amellyel egyenértékű oxidálószer fogyott a víz oxidálható anyagainak oxidációjára.

Fogalmazhatunk úgy is, hogy elvileg ennyi mg oxigén lenne szükséges 1 dm³ vízben levő oxidálható anyag eloxidálásához.

A KOI magába foglalja az összes – adott körülmények között – oxidálható szerves és az oxidálható szervesetlen anyag mennyiségét is. A szerves anyagokba bele kell érteni a biológiailag bontható és bonthatatlan szerves anyagot is.

A feladat címében a KOI „ps” indexet kapott. Ez utal arra, hogy a kémiai oxigénigényt permanganát oxidálószerrel savas közegben határoztuk meg.

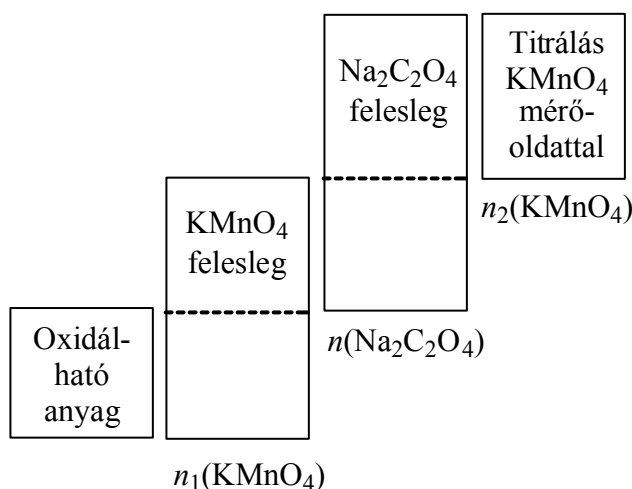
Víz minta KOI_{ps} meghatározásának alapjai

A meghatározásához ismert térfogatú vízmintát oxidálunk kálium-permanganáttal. Annak ellenére, hogy a KOI nem ad pontos képet a vízben lévő szerves anyagok mennyiségéről és minőségéről, gyakorlati hasznosságát bizonyítja, hogy meghatározására szabványos vízvizsgálati eljárásokat dolgoztak ki.

A meghatározás elve

A vízmintát feleslegben lévő, ismert térfogatú és koncentrációjú kálium-permanganát-oldattal meghatározott ideig, meghatározott körülmények között forraljuk. Ekkor a kálium-permanganát egy részét az oxidálható anyagok elfogyasztják.

A redukálódott permanganát mennyiségét közvetett titrálással határozzuk meg. Ismert mennyiségű nátrium-oxalátot feleslegben adunk az oldathoz. Ezzel elfogyasztjuk a maradék kálium-permanganátot is. A megmaradó fölös nátrium-oxalátot kálium-permanganát mérőoldattal titráljuk.



Az ábra a fenti folyamatot jelzi. Az azonos magasságok az egymással egyenértékűen reagáló anyagmennyiségeket jelentik, amit a reakcióegyenletekből állapíthatunk meg.



Írja fel a $KMnO_4$ és a $Na_2C_2O_4$ reakcióját kénsavas közegben! Állapítsa meg a reagáló anyagmennyiségek arányait!



Állapítsa meg, hogy 1 mol $KMnO_4$ hány mól oxigénnel (O_2) egyenértékű!

Indikátorok alkalmazása

A permanganometriában indikátorra nincs szükség. A $KMnO_4$ mérőoldat feleslegét annak intenzív lila színe jelzi.

A szükséges oldatok készítése

A-oldat	$c = 0,025 \text{ mol/dm}^3 \text{ KMnO}_4$ Gyorsmérlegesen mérjen be kb. 4,0 g KMnO_4 -ot. Oldja fel kiforralt és lehűtött ioncserélt vízben, mossa be egy 1000 cm^3 -es mérőlombikba, töltsse jelig! Öntse egy sötét üvegbe, majd hagyja állni egy hétig! Az oldatot szűrje le üvegyapoton! Az így elkészített oldatot sötét üvegben kell tárolni, ahol hatóértékét 1–2 hétig megtartja.
B-oldat	$c = 0,0025 \text{ mol/dm}^3 \text{ KMnO}_4$ A töményebb A-oldatból frissen történő hígítással készítsük!
A-oldat	$c = 0,05 \text{ mol/dm}^3 \text{ Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,67 g $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ -ot lemérünk, és egy 100,0 ml mérőlombikban jelig töltjük.
B-oldat	$c = 0,005 \text{ mol/dm}^3 \text{ Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ A 0,05 mol/dm^3 koncentrációjú oldat tízszeresére történő hígításával készül.
Kénsavoldat	1+4 hígítású

A KOI_{PS} meghatározásának menete

Vizsgálat

- Pipetázzon ki 100 cm^3 vízmintát!
- Adjon hozzá 5 cm^3 1+4 hígítású kénsavat és késhegynyi forrkövet, majd forralja fel!
- A forrás megindulásakor adjon hozzá 8,0 cm^3 0,0025 mol/dm^3 kálium-permanganát mérőoldatot, tegye vissza, és enyhén forralja tovább!
- Pontosán 10 perc múlva adjon a forró oldathoz 10 cm^3 0,005 mol/dm^3 koncentrációjú nátrium-oxalát oldatot! Az oldat színtelenné válik.
- Titrálja meg az oldatot 0,0025 mol/dm^3 kálium-permanganát mérőoldattal addig, amíg a halvány rózsaszín szín legalább fél percig megmarad!

Vakpróba és faktorellenőrzés

- A mintával azonos módon vakpróbát kell készíteni.
Mindent a mintával megegyező módon végezzen! A vizsgálatnál (előző részben) leírt 100 cm^3 vízminta helyett 100 cm^3 ioncserélt vizet mérjen be!
- A vakpróba még meleg oldatához 10,00 cm^3 0,005 mol/dm^3 koncentrációjú nátrium-oxalát-oldatot pipetázzon (ha szükséges újra melegítse 70–80 °C-ra), majd 0,0025 mol/dm^3 kálium-permanganát mérőoldattal legalább 30 másodpercig megmaradó halvány rózsaszín színig titrálja!
- Számítsa ki a vízminta KOI_{PS} értékét $\frac{\text{mg O}_2}{\text{dm}^3}$ egységben!

A számítás menete

$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása

A bemért $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ -ból annyit mérjünk be, hogy a pontos koncentráció lehetőleg éppen 0,05 mol/dm^3 legyen! Ehhez elméletileg a 100 cm^3 -es mérőlombikba $0,1 \cdot 0,05 \cdot 134 = 0,6700$ g $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ -ot kell bemérni.

A bemérést természetesen analitikai mérlegen kell végezni. Ha a bemérés az elméleti 0,6700 grammhoz képest kevesebb, mint $\pm 0,001$ grammal tér el, vagyis 0,6690 g és 0,6710 g között van, akkor az elkövetett hiba legfeljebb $\frac{0,001}{0,67} \cdot 100 = 0,15\%$. Ez a titrá-

lás egyéb hibáihoz képest elhanyagolható, és a pontos koncentrációt $0,0500 \text{ mol/dm}^3$ -nek tekinthetjük. A $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ bemérésekor ellenőrizze, hogy a ténylegesen bemért tömeg a megadott hibahatáron belül van-e!

A $0,005 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú oldatot az előző oldat 10-szeres hígításával kell elkészíteni.

KMnO₄ mérőoldat faktorozása és pontos koncentrációjának számítása

Laboratóriumban, ahol nap mint nap sok mintát határoznak meg nem szükséges mindig kiszámítani a pontos koncentrációt, hanem faktorról veszik figyelembe a névleges koncentrációtól való eltérést.

$$\text{Faktor: } f = \frac{c(\text{pontos})}{c(\text{névleges})} = \frac{V_0}{V_{\text{fakt}}},$$

ahol V_0 : az elméleti fogyás, a hozzáadott $10,00 \text{ cm}^3 \text{ Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ térfogatra,
 V_{fakt} : a faktorozáskor ténylegesen fogyott KMnO_4 térfogata.

Számítsuk ki az elméleti fogyást!

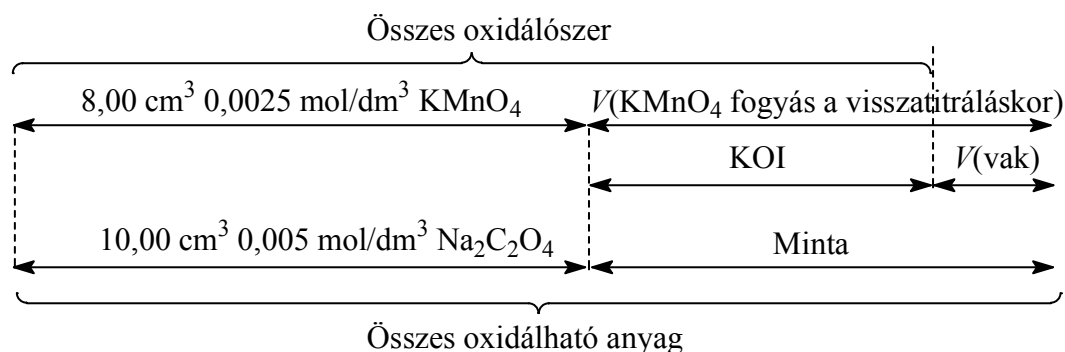
10 cm^3 $0,005 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ -ban van $10 \cdot 0,005 = 0,05 \text{ mmol}$ $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$. $1 \text{ mmol Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ $\frac{2}{5} \text{ mmol KMnO}_4$ -tal reagál, azaz a $0,05 \text{ mmol Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ -hoz

$0,05 \cdot \frac{2}{5} = 0,02 \text{ mmol KMnO}_4$ kell. Ennyi KMnO_4 $V = \frac{n}{c} = \frac{0,02}{0,0025} = 8,0 \text{ cm}^3$ pontosan

$0,0025 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú oldatban van benne.

Tehát az elméleti fogyás $V_0 = 8,0 \text{ cm}^3$.

KOI_{PS} számítása



A fenti sematikus ábra segít a számolás megértésében. Az ábrán az egyenlő távolságok egyenértékű anyagmennyiségeket jelentenek. A KOI-hoz figyelembe vett KMnO_4 fogyást a vakminta fogyásával korigálni kell.

Átlagfogyás a KOI-ra: $10,9 \text{ cm}^3$
 Átlagfogyás a vakmintára: $0,6 \text{ cm}^3$
 Átlagfogyás a faktorozásra: $8,2 \text{ cm}^3$

Tényleges fogyás a KOI-ra: $10,9 - 0,6 = 10,3 \text{ cm}^3$
 $c(\text{KMnO}_4) = 0,0025 \cdot \frac{V_0}{V_{\text{fakt}}} = 0,0025 \cdot \frac{8}{8,2} = 0,002439 \text{ mol/dm}^3$
 $c(\text{KMnO}_4) = c \cdot V = 0,002439 \cdot 10,3 = 0,02512 \text{ mmol}$
 $n(\text{O}_2) = \frac{5}{4} \cdot n(\text{KMnO}_4) = \frac{5}{4} \cdot 0,02512 = 0,03140 \text{ mmol}$
 $m(\text{O}_2) = n \cdot M = 0,03140 \cdot 32 = 1,005 \text{ mg}$

A minta (pipetta) térfogata: $= 100 \text{ cm}^3$
 $\text{KOI}_{\text{ps}} = \frac{1,005}{0,1} = 10,05 \frac{\text{mg O}_2}{\text{dm}^3}$

A fenti számítást egyetlen képletbe sűrítethetjük:

$$\text{KOI}_{\text{ps}} = \frac{c_n(\text{KMnO}_4) \cdot \frac{V_0}{V_{\text{fakt}}} (V_{\text{minta}} - V_{\text{vak}}) \cdot \frac{5}{4} M(\text{O}_2)}{V_{\text{pipetta}}} \frac{\text{mg O}_2}{\text{dm}^3},$$

ahol $c_n(\text{KMnO}_4)$ mol/dm^3 KMnO_4 mérőoldat névleges koncentrációja,
 V_{minta} cm^3 a minta titrálásakor fogyott KMnO_4 térfogata,
 V_{vak} cm^3 a vakpróba titrálásakor fogyott KMnO_4 térfogata,
 V_0 cm^3 az elméleti fogyás, $8,0 \text{ cm}^3$,
 V_{fakt} cm^3 a faktorozáskor ténylegesen fogyott KMnO_4 térfogata,
 $\frac{5}{4}$ – $\text{KMnO}_4 - \text{O}_2$ anyagmennyiségének aránya,
 $M(\text{O}_2)$ g/mol az oxigén moláris tömege,
 V_{pipetta} dm^3 a meghatározáshoz használt minta térfogata, $0,100 \text{ dm}^3$



Helyettesítse a képletbe a meghatározás leírásában szereplő adatokat, és hozza egyszerűbb formába a fenti képletet!

$$\text{KOI}_{\text{ps}} = \frac{0,0025 \cdot \frac{8}{8,2} (10,9 - 0,6) \cdot \frac{5}{4} \cdot 32}{0,10} \frac{\text{mg O}_2}{\text{dm}^3}$$

A konstansokkal elvégezve a kijelölt műveleteket a képlet tovább egyszerűsödik:

$$\text{KOI}_{\text{ps}} = 8 \cdot \frac{V_{\text{minta}} - V_{\text{vak}}}{V_{\text{fakt}}} \frac{\text{mg O}_2}{\text{dm}^3}$$

Jegyzőkönyv

A jegyzőkönyvnek tartalmaznia kell:

1. Valamennyi szükséges reakcióegyenletet.
2. A titeranyag bemérését, a pontos koncentráció számítását.
3. KMnO_4 pontos koncentrációjának meghatározását, a pontos koncentráció számítását.
4. A vízminta mérését, a KOI_{ps} számítását, az eredményt $\text{mg O}_2/\text{dm}^3$ egységben.

Jegyzőkönyv vezetése

Moláris tömegek: $M(\text{O}_2) = 32,0 \text{ g/mol}$
 $M(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 134,0 \text{ g/mol}$

Mérési adatok:

KMnO ₄ névleges koncentrációja:	
Bemért Na ₂ C ₂ O ₄ tömege:	
Na ₂ C ₂ O ₄ térfogata:	
Hígítási arány (mérőlombik cm ³ /pipetta cm ³):	
Na ₂ C ₂ O ₄ koncentrációja:	
Kimért Na ₂ C ₂ O ₄ térfogata:	
A vízminta (pipetta) térfogata:	
Reagens térfogatok:	KMnO ₄ :
	Na ₂ C ₂ O ₄ :
	1+4 H ₂ SO ₄
KMnO ₄ fogyások a mintára:	1.
	2.
	3.
	Átlag:
KMnO ₄ fogyások a vakmintára:	1.
	2.
	3.
	Átlag:
KMnO ₄ fogyások a faktorozásra:	1.
	2.
	3.
	Átlag:

Számítások:

- I. Na₂C₂O₄-oldat koncentrációjának számítása
- II. KMnO₄ mérőoldat koncentrációjának számítása
- III. KOI_{ps} számítása

ELLENŐRZŐ FELADATOK A KOI MEGHATÁROZÁSÁHOZ

1. Vesse össze a kidolgozott mintaszámításban szereplő adatokat a számítás utáni jegyzőkönyv táblázatának adataival! Az azonosítható adatokat írja be a táblázat megfelelő cellájába!

2. Írja fel a meghatározás reakcióegyenleteit ioneqyenletek formájában! A redoxi egyenlete rendezése során használja és jelölje az oxidációs számokat!

3. Fogalmazza meg egy mondatban, hogy milyen következtetést lehet levonni a víz KOI értékéből!

4. Mit jelent, hogy a KOI meghatározása során a permanganát mennyiségét „közvetett titrálással határozzuk meg”!

5. A KMnO_4 mérőoldat pontos koncentrációját oxálsavval is meg lehet határozni. Számítsa ki, hogy hány gramm kristályvizes oxálsavat kell bemérni ahhoz, hogy az elkészült oldatot a leírásban szereplő nátrium-oxalát-oldattal egyenértékűen lehessen használni!

6. A permanganometriás titrálások során a savas közeg biztosítására általában kénsavat használunk. Miért nem lehet sósavat, vagy salétromsavat használni?

7. Miért kell a KOI meghatározásakor a vakmintát is meghatározni?

8. Az Európai Unió KOI előírása 125 mg/dm^3 . Keressen példákat a magyarországi települések szennyvíztisztítói által előírt határértékekre!

OLDOTT OXIGÉN MEGHATÁROZÁSA VÍZBEN JODOMETRIÁS MÓDSZERREL

Feladat

Ön a Hegyvidéki Pisztrángtenyésztő Gazdaság Vízhigiénés Ellenőrző Osztályának (VEO) laboratóriumában dolgozik. A VEO laboratóriuma fontos szerepet tölt be a cég haltenyésztéséhez szükséges oxigénben dús víz minőségének ellenőrzésében, mivel a pisztrángok csak igen tiszta és magas oxigéntartalmú vízben tenyésznek.

Az Ön feladata a beérkezett vízminták oldott oxigéntartalmának meghatározása.

Bevezetés



Ennek a témakörnek az a célja, hogy a mindennapi laboratóriumi gyakorlatból vett példán keresztül

- megismerjük egy összetett jodometriás analitikai feladatot,
- megtapasztaljuk a részfolyamatok egymásra épülését,
- meghatározzuk vízminta oldott oxigén koncentrációját és ez alapján a mintát jellemezzük,
- eredményeinket szakszerűen dokumentáljuk.

A víz oldott oxigéntartalmának (Dissolved Oxygen angol kifejezésből rövidítve DO) nagy jelentősége van a felszíni vizek és a szennyvizek minősítésénél. Gondoljunk a vízi élőlények oxigénigényére. Pl. a pisztráng oldott oxigénigénye több mint 6 mg/dm^3 , a pontynak pedig több mint 4 mg/dm^3 .

Az olyan vízben, melyben az oxigénszintje 3 mg/dm^3 -nél kevesebb, a halak általában nem maradnak életben. Ha a víz koncentrációja $3\text{--}4 \text{ mg/l}$ közé süllyed, a halak levegőért kezdenek kapkodni a felszínen.

A víz öntisztulási folyamatait is nagymértékben befolyásolja az oldott oxigéntartalom.

Az acéllemez radiátorok „első számú közellensége” a fűtővízben lévő oldott oxigén. A radiátorok belső korróziójából eredő lyukadás oka csaknem minden esetben a fűtővíz megengedettnél magasabb ($0,1 \text{ mg/dm}^3$ -nél nagyobb) oldott oxigéntartalma.

Az oldott oxigéntartalom mérésének jelentősége a fentiek alapján nyilvánvaló. Ugyanakkor a környezeti levegő zavaró hatásai miatt a mintavétel, a minták tárolása, konzerválása, a zavarás kiküszöbölése melletti analízise nem könnyű feladat.

A levegővel érintkező víz egyensúlyi koncentrációban tartalmaz oldott oxigént, amelynek mennyisége függ a légnyomástól, a hőmérséklettől és a víz oldott sótartalomtól. A tényleges oxigéntartalom eltérhet az egyensúlyi koncentrációtól:

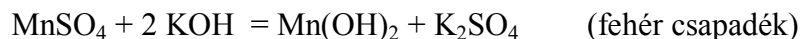
- fizikai változások (hőmérséklet, nyomás...),
- kémiai változások (anyagok oxidációja),
- biokémiai folyamatok (biológiai lebontás, mikroorganizmusok asszimilációja...)

miatt.

Vízmintha oldott oxigéntartalom meghatározásának alapjai

A módszer elve: (Winkler-módszer)

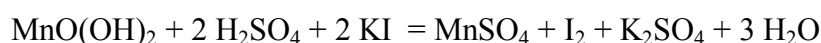
Mn(II)-só oldatához lúgot adunk.



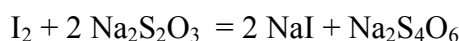
Az ekkor frissen keletkezett Mn(II)-hidroxiddal megkötjük a mintaoldat oxigéntartalmát:



A keletkezett MnO(OH)₂ csapadékot kálium-jodid jelenlétében kénsavas közegben feloldjuk, miközben a hozzáadott KI-ből jód szabadul fel:



A szabaddá vált jódot, amely a mangán(II)-hidroxid által megkötött oxigénnel egyenértékű, a nátrium-tioszulfát mérőoldattal megtitráljuk:



Mintavétel

A mintavételt kalibrált térfogatú üveg dugós edényben (Winkler-palack), levegő kizárásával kell végezni. Üveg aljára érő csővel, háromszori feltöltés javasolt. Az oxigénmegkötő reagenst a helyszínen kell hozzáadni és mintavétel után buborékmentesen ledugaszolni a mintavétőt.

A meghatározás tudnivalói

- A mintavételi edény speciális folyadéküveg (Winkler-palack) 130–350 ml 1 ml-es pontossággal kalibrált csiszoltdugós palack.
- Mintavételkor az edényt legalább háromszor át kell öblíteni a vízmintával.
- A mintát abba az edénybe kell venni, amelyben a meghatározást végezzük.
- A vizsgálandó minta a palack teljes tartalma.
- Vízvezetéki vízből gumicsövön keresztül a palack aljára kell engedni a vizet, előtte háromszor átöblítve a vízmintával.
- Miután eltávolítottuk a palack faláról a légbuborékokat, azonnal kössük meg az oxigént, azaz fixáljuk a mintát. A fixálás azt jelenti, hogy az oldott oxigént a mangán(II)-ionokkal megkötjük (lásd a fenti reakciókat), és a lúgos KI-oldatot is hozzáadjuk. Ettől a vízben lévő összes oldott oxigén MnO(OH)₂ formában kötődik meg.
- A víz oxigéntartalmát vagy a helyszínen vagy a fixált mintából a laboratóriumban kell meghatározni.

Indikátorok alkalmazása

A jodometriás meghatározásoknál keményítő-indikátort használunk. Működésének leírása a „C-vitamin-tabletta aszkorbinsav-tartalmának meghatározása jodometriásan” című feladatban található.

A szükséges vegyszerek készítése

Mn(II)-oldat 380 g $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (vagy 480 g $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 1 dm³ desztillált vízben oldva

Kénsavoldat 1+1 hígítású

Lúgos kálium-jodid reagens

50 g KOH-ból és 30 g KI-ból 100 ml oldatot készítünk.
Barna üvegben tároljuk.

Kálium-jodát-standardoldat

Analitikai mérlegen mérjen be kb. 0,36 g KIO_3 -ot! Mossa be egy 1000 cm³-es mérőlombikba, oldja fel, töltsse jelig és homogenizálja az oldatot! Számítsa ki az oldat pontos koncentrációját!

*Kálium-hidrogén-jodát-standardoldat**

Analitikai mérlegen mérjen be kb. 0,33 g $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ -ot! Mossa be egy 1000 cm³-es mérőlombikba, oldja fel, töltsse jelig és homogenizálja az oldatot! Számítsa ki az oldat pontos koncentrációját!

Nátrium-tioszulfát mérőoldat

$$c_n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ mol/dm}^3$$

Oldjon fel 2,5 g nátrium-tioszulfátot ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) és 0,4 g NaOH-ot, majd töltsse fel 1000 ml-re frissen felforralt lehűtött vízzel! Ha van készen 0,1 mol/dm³ koncentrációjú oldat, akkor annak 10-szeres hígításával is el lehet készíteni az oldatot! Határozza meg az oldat pontos koncentrációját!

Keményítőindikátor

Frissen készített 5 g/l-es oldat.

Nátrium-tioszulfát mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása

Határozza meg a nátrium-tioszulfát-mérőoldat pontos koncentrációját kálium-jodát vagy kálium-hidrogén-jodát-standardoldattal. A meghatározás leírását megtalálja a „C-vitamin-tabletta aszkorbinsav-tartalmának meghatározása jodometriásan” című fejezetben.

*Vagy kálium-jodát-, vagy kálium-hidrogén-jodát standardoldatot kell készíteni.

Az oldott oxigén meghatározásának menete

- Töltse meg színültig a mintavevő edényt a vizsgálandó vízzel, majd a csiszolt dugóval légmentesen zárja le!
- *Az oxigén lekötése*
A mintavétel után azonnal a helyszínen adjon a mintához 1 ml mangán(II)-oldatot és 2 ml lúgos kálium-jodid reagenst!
A reagenseket keskeny végű pipettával a minta felszíne alá kell adagolni.
- Az üveget dugójával légmentesen zárja le, majd a tartalmát 4–5-szöri forgatással elegyítse! Ezzel a minta fixálása megtörtént, a mintát a laboratóriumba szállíthatja.
- *A jód felszabadítása*
A csapadék ülepedése után adjon a mintához 1,5 ml 1+1 hígítású kénsavoldatot! Dugja be a dugót és többször forgassa át az edényt, addig, amíg az összes csapadék feloldódik és a jód egyenletesen eloszlik!
- *Titrálás*
Töltse a palack tartalmát (vagy adott térfogatát) egy nagyobb Erlenmeyer-lombikba, és nátrium-tioszulfát-mérőoldattal titrálja meg! A titrálás vége előtt keményítőindikátort adjon hozzá! Az oldat ekkor sötétkék lesz, ezután elszíntelenedésig végezze a titrálást!
- Számítsa ki a vízminta oldott oxigéntartalmát $\frac{\text{mg O}_2}{\text{dm}^3}$ egységben!

A számítás menete

Kálium-jodát standardoldat pontos koncentrációja

$$\text{Bemérés: } m(\text{KIO}_3) = 0,3577 \text{ g}$$

$$M(\text{KIO}_3) = 214,0 \text{ g/mol}$$

$$n(\text{KIO}_3) = \frac{0,3577}{214} = 0,001671 \text{ mol}$$

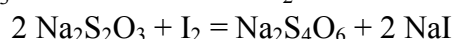
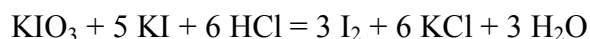
$$c(\text{KIO}_3) = \frac{0,001671}{1} = 0,001671 \text{ mol/dm}^3$$

Na₂S₂O₃ mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása

$$\text{Bemért KIO}_3\text{-oldat térfogata: } V(\text{KIO}_3) = 20,0 \text{ cm}^3$$

$$\text{Átlagfogyás Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ mérőoldatból: } 18,8 \text{ cm}^3$$

Reakcióegyenletek:



Látható, hogy 1 mol KIO₃ 6 mol tioszulfátot mér

$$n(\text{KIO}_3) = c \cdot V = 0,001671 \cdot 0,02 = 0,00003342 \text{ mol}$$

$$n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 6 \cdot n(\text{KIO}_3) = 6 \cdot 0,00003342 = 0,0002005 \text{ mol}$$

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{n}{V} = \frac{0,002005}{0,0188} = 0,1067 \text{ mol/dm}^3$$

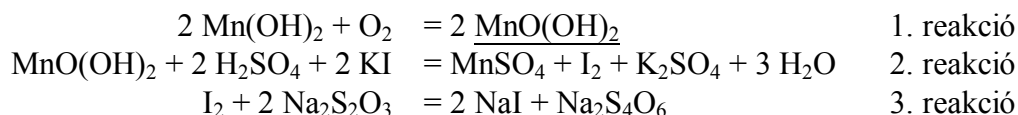


Végezze el a számítást $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ standardra vonatkozóan is!

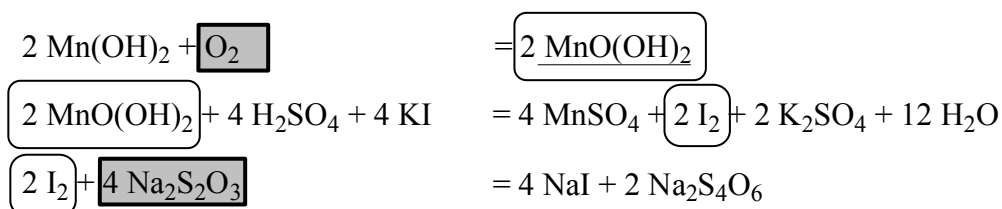
Oldott oxigéntartalom számítása

Írjuk fel a meghatározás összes reakcióegyenletét, és állapítsuk meg, hogy 1 mol tioszulfát hány mol oldott oxigént (O_2) mér!

A reakcióegyenletek:



Bővítsük a szöchiometriai számokat úgy, hogy a I_2 és a MnO(OH)_2 szöchiometriai számai a bal és a jobb oldalon azonosak legyenek! Ehhez szorozzuk meg a 2. reakciót 2-vel: ekkor a 2. reakció bal oldalán 2 MnO(OH)_2 lesz, de ekkor a jobb oldalán 2 I_2 lesz, ezért a 3. reakció sztöchiometriai együtthatóit is meg kell duplázni:



Ebből már látható, hogy 4 mol nátrium-tioszulfát 1 mol oldott O_2 -t mér, vagy fordítva: 1 mol nátrium-tioszulfát $\frac{1}{4}$ mol oldott O_2 -nel egyenértékű.



A fenti gondolatmenetben nem szerepel a Mn(OH)_2 képződése MnSO_4 -ból. Miért?

A reagáló anyagok anyagmennyiség-arányainak megállapításához könnyen követhető az alábbi gondolatmenet is:

1. reakció alapján:	$\boxed{1 \text{ mol O}_2}$ -ből	2 mol MnO(OH)_2 lesz.
2. reakció alapján:	2 mol MnO(OH)_2 -ből	2 mol I_2 válik ki.
3. reakció alapján:	2 mol I_2 reagál	$\boxed{4 \text{ mol Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ -tal.

Következtetés azonos az előbbivel: 1 mol nátrium-tioszulfát $\frac{1}{4}$ mol oldott O_2 molekulával egyenértékű.

A reagáló anyagok anyagmennyiség-arányainak ismeretében az oldott oxigéntartalom kiszámítása:

Víz minta térfogata:	150 cm^3
Reagensek által kiszorított térfogat:	3 cm^3
Titrált térfogat:	150,0 cm^3
$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$:	0,01067 mol/ dm^3
$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ fogyás (átlag):	18,3 cm^3

A tényleges vízminta a reagensek által kiszorított térfogat korrekciójával: $150 - 3 = 147 \text{ cm}^3$

$$n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = c \cdot V = 0,01067 \cdot 0,0183 = 0,0001953 \text{ mol}$$

$$n(\text{O}_2) = 0,25 \cdot n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,25 \cdot 0,0001953 = 0,00004882 \text{ mol}$$

$$m(\text{O}_2) = n(\text{O}_2) \cdot M(\text{O}_2) = 0,00004882 \cdot 32 = 0,001562 \text{ g}$$

A minta oldott oxigéntartalma:

$$\frac{m(\text{O}_2)}{\text{vízminta térfogata}} = \frac{0,001562}{0,150} = 0,01041 \frac{\text{g}}{\text{dm}^3} \approx 10,4 \frac{\text{mg O}_2}{\text{dm}^3}$$

Korrekciós faktorként figyelembe kell venni, hogy a mangán(II)szulfát-oldat (1 cm^3) és a lúgos reagens (2 cm^3) hozzáadásakor 3 cm^3 -t az eredeti vízmintából kiszorítottunk.

$$f = \frac{V(\text{palack térfogata})}{V(\text{palack térfogata}) - 3} = \frac{150}{150 - 3} = \frac{150}{147}$$

$$\text{Oldott oxigéntartalom} = 10,4 \cdot \frac{150}{147} = 10,6 \frac{\text{mg}}{\text{dm}^3}$$

A minta oldott oxigéntartalma az alábbi összesített képlettel számítható:

$$\frac{\bar{V}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ fogyás, dm}^3) \cdot c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3}) \cdot 0,25 \cdot M(\text{O}_2 \frac{\text{g}}{\text{mol}}) \cdot 1000 \frac{\text{mg}}{\text{g}}}{V(\text{minta titrált térfogata, dm}^3)} \cdot f \frac{\text{mg O}_2}{\text{dm}^3}$$

Jegyzőkönyv

A jegyzőkönyvnek tartalmaznia kell:

1. Valamennyi szükséges reakcióegyenletet.
2. A standard bemérését, a pontos koncentráció számítását.
3. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pontos koncentrációjának meghatározását, a pontos koncentráció számítását.
4. A vízminta mérését, az oldott oxigén számítását, az eredményt $\text{mg O}_2/\text{dm}^3$ egységben.

Jegyzőkönyv vezetése

Moláris tömegek:	$M(\text{O}_2)$	= 32,0 g/mol
	$M(\text{KIO}_3)$	= 214,0 g/mol
	$M(\text{KH}(\text{IO}_3)_2)$	= 389,9 g/mol

Mérési adatok:

Bemért standard képlete:		
Bemért standard tömege:		
Bemért standard térfogata:		
Na ₂ S ₂ O ₃ fogyások a standardra:	1.	
	2.	
	3.	
	Átlag:	
A mintavevő edény térfogata:		
Reagens térfogatok:	Mn ²⁺ -oldat	
	Lúgos KI-oldat	
	1+4 H ₂ SO ₄	
Titrált térfogat:		
Na ₂ S ₂ O ₃ pontos koncentrációja		
Na ₂ S ₂ O ₃ fogyások:	1.	
	2.	
	3.	
	Átlag:	

Számítások:

- I. Standard koncentrációjának számítása
- II. Na₂S₂O₃ mérőoldat koncentrációjának számítása
- III. Oldott oxigéntartalom számítása

ELLENŐRZŐ FELADATOK AZ OLDOTT OXIGÉNTARTALOM MEGHATÁROZÁSÁHOZ

1. Vesse össze a kidolgozott mintaszámításban szereplő adatokat a számítás utáni jegyzőkönyv táblázatának adataival! Az azonosítható adatokat írja be a táblázat megfelelő cellájába!

2. Írja fel a meghatározás reakcióegyenleteit ioneqyenletek formájában! A redoxi egyenlete rendezése során használja és jelölje az oxidációs számokat!

3. Fogalmazza meg egy mondatban, hogy miért szerepel különös hangsúllyal a leírásban a minta kezelése, fixálása!

4. A bevezetőben szó volt a pisztráng és a ponty minimális oldott oxigénigényéről. Kereszen az interneten ehhez hasonló adatokat, ahol a minimális, vagy a maximális oldott oxigén fontos, előírt adat!

5. Válassza ki azokat az állításokat, amelyek befolyásolják az oldott oxigéntartalmat! Tegyen a helyes válasz előtti négyzetbe X-et!

- | | |
|---|--|
| <input type="checkbox"/> hőmérséklet | <input type="checkbox"/> légnyomás |
| <input type="checkbox"/> növények elszaporodása a vízben | <input type="checkbox"/> Hold fázisai (telihold stb.) |
| <input type="checkbox"/> egy tó tengerszint feletti magassága | <input type="checkbox"/> szobai akvárium megvilágítása |
| <input type="checkbox"/> folyó esetén annak sebessége | <input type="checkbox"/> mesterséges keverés |

6. Milyen indikátort használunk a jodometriában? Mikor kell az indikátort a titrálandó oldathoz tenni?

7. A nátrium-tioszulfátnak két titeranyaga is van. Melyek ezek? Hány mól jódszabadul fel ezek egy-egy móljából?

8. Miért kell az oldott oxigén számítása során a hozzáadott mangán(II)-oldat és a lúgos KI reagensek térfogatát levonni a minta térfogatából?

IVÓVÍZ VASTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA FOTOMETRIÁSAN

Feladat

Ön egy ivóvíz minőségét ellenőrző laboratórium munkatársa. Azzal bízták meg, hogy határozza meg a lakossági panasz miatt soron kívül beérkezett vízminta vastartalmát. Feladata továbbá, hogy minősítse a vízmintát, vastartalma megfelel-e a szabvány vastartalomra vonatkozó előírásának.

Bevezetés



Ennek a témakörnek az a célja, hogy egy ivóvízminta vastartalmának mérésén keresztül

- megismerjük egy fotometriás analitikai feladatot,
- megtapasztaljuk a műszeres analitika egy jellemző vizsgálati módszerét,
- meghatározzuk egy vízminta egy komponensét,
- eredményeinket szakszerűen dokumentáljuk.

A vas más nehézfémekkel együtt esszenciális nyomelem, mely azt jelenti, hogy alapvetően nagyon fontos az emberi test és sok más élőlény számára.

A vas a felszíni és a felszín alatti vizek természetes alkotóeleme, koncentrációja a vízgyűjtő terület geológiai szerkezetétől és a hidrológiai körülményektől függ.

A felszíni vizekben igen kis mennyiségű oldott vas található, mert a vízínövények hamar felveszik, nélküle zavarok keletkeznének a fotoszintézisükben és a szaporodásukban. A felszíni vizek esetlegesen nagymennyiségű vastartalmát bányavizek, vagy ipari szennyvizek okozhatják.

Az ivóvízben a 2 mg/dm^3 -nél kicsit magasabb vastartalom étletlenül nem káros, de kellemetlen ízt ad a víznek. Emellett mosáskor elszínezi, besárgítja a fehér ruhát, lerakódik a vízvezeték belső falára, a fürdőszoba csempéjére.

Az ivóvíz összes vastartalom meghatározásának alapjai

A vízben a vas +2-es és +3-as oxidációs állapotban. Mivel cél az összes vastartalom meghatározása, oxidatív körülményeket biztosítva, először a vas(II)ionokat vas(III)ionokká oxidáljuk. Ez történhet savas közegben hidrogén-peroxid adagolásával.



Ezzel tehát biztosítottuk, hogy a vízben lévő összes vasion azonos, azaz Fe^{3+} formában legyen. A meghatározás a vas(III)ionok minőségi elemzésénél megtanult rodanidionokkal létrejövő színreakcióval történik:

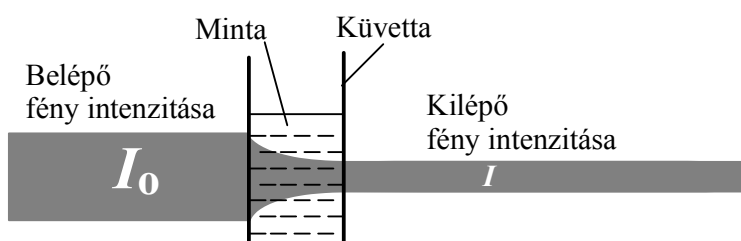


A vas(III)ionok a rodanidionokkal vérvörös színreakcióval reagálnak. Az ivóvízben a vasionok koncentrációja nem olyan nagy, mint a minőségi elemzés során azt megtapasztaltuk, ezért

az intenzív, „vérvörös”-nek nevezett színintenzitást sem tapasztalhatjuk, de a vörös elszíneződés szabad szemmel is jól látható. A mennyiségi meghatározáshoz persze ez kevés, pontosabb mérőszám kell. A pontos meghatározáshoz a fotometria nevű analitikai eljárást használjuk. Hígítás nélkül 0,05–4,0 mg/dm³ mennyiségű vas ±0,05 mg/dm³ pontossággal határozható meg.

A fotometria alapjai

A fotometria a fény és az anyagi rendszerek közti kölcsönhatáson alapszik. Ha a fény áthalad egy oldaton, az elnyeli a fény egy részét. A fényelnyelés mértékét az *abszorbanciával* jellemezzük. Az alábbi ábrán a mintába belépő fény intenzitása (I_0) a mintán áthaladva csökken. A kilépő fény intenzitása kisebb lesz (I), mert a fény egy része elnyelődik:



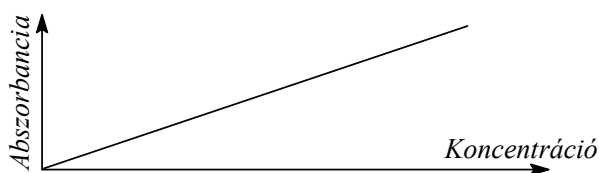
A mintatartó egy átlátszó, tehát fényáteresztő anyagból készült tartó, amit küvetának nevezünk.



Abszorbancia: a küvetába belépő és a küvetából kilépő fényintenzitások hányadosának tízes alapú logaritmus.

$$A = \lg \frac{I_0}{I}$$

Az abszorbancia lényegében csak a mintában lévő, a fényelnyelő anyag koncentrációjától függ, azzal egyenesen arányos:



Ha ismerjük ezt a függvényt, akkor megmérve az oldat abszorbanciáját, a grafikonnól leolvashatjuk a minta koncentrációját.

Mivel a kalibrációs diagram meredekségét, tengelymetszetét általában nem ismerjük, ezért azt minden alkalommal egy oldatsorozat ismert koncentrációjú tagjaival meghatározzuk. Ez azt jelenti, hogy készítünk 3–10 ismert koncentrációjú oldatot, mindegyiknek megmérjük az abszorbanciáját, és a kapott adatokat grafikusán ábrázolva elkészítjük a kalibrációs diagramot.



Gondolkodjon el azon, hogy miért kell a kalibrációs egyenes több pontját meghatározni! Hiszen az egyenest két pontja egyértelműen meghatározza! Elméletileg elegendő lenne az egyenes egyetlen pontját megadni egy adott koncentrációval és a hozzá tartozó abszorbanciával. A másik ismert pont az origó.

A kalibrációs egyenes felvétele

Vas törzsoldat készítése

Ismert összetételű anyagból pontosan ismert koncentrációjú oldatot készítünk. A vastartalom meghatározásánál ez az anyag a Mohr-só.

A Mohr-só képlete: $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

1,404 g Mohr-sót feloldunk 50 cm^3 ioncserélt víz és 20 cm^3 cc. HCl elegyében. $60\text{-}80 \text{ }^\circ\text{C}$ -ra melegítjük, és cseppenként hozzáadunk annyi $0,02 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú KMnO_4 -oldatot, hogy gyengén rózsaszín maradjon, majd ioncserélt vízzel 1000 cm^3 -es mérőlombikban jelíg töltjük.



Miért kell az oldathoz KMnO_4 -ot adni? Emlékezzünk rá, hogy a KMnO_4 erősen oxidáló hatású!

A törzsoldat vastartalma

1 mol Mohr-sóban 1 mol Fe van.

$$n(\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = n(\text{Fe}) = \frac{1,404}{392,1} = 0,003581 \text{ mol}$$

$$m(\text{Fe}^{2+}) = 0,003580 \cdot 55,85 = 0,200 \text{ g}$$

Mivel a bemért Mohr-só 1 dm^3 oldatban van, ezért a törzsoldat tömegkoncentrációja:

$$\rho_{\text{B}}(\text{Fe}^{2+}) = 0,200 \text{ g/dm}^3 = 0,2 \text{ mg/cm}^3$$

Mivel az ivóvízben a határkoncentráció ennél három nagyságrenddel kisebb ($0,2 \text{ mg/dm}^3$), ezt az oldatot tovább kell hígítani.

Vas munkaoldat készítése a törzsoldatból

A vas törzsoldat 50 cm^3 -ét ioncserélt vízzel 500 cm^3 -re egészítjük ki. A tízszeres hígítás után a tömegkoncentráció a tizedére csökken:

$$\rho_{\text{B}}(\text{Fe}^{2+} \text{ munkaoldat}) = 0,02 \text{ mg/cm}^3 = 20 \text{ } \mu\text{g/cm}^3$$

A munkaoldatot mindig frissen kell készíteni a törzsoldatból.

Kalibrációs oldatsorozat készítése

Töltsön fel egy bürettát a frissen készített munkaoldattal! Mérjen ki 6 db 100 cm^3 -es mérőlombikba rendre 0, 4, 8, 12, 16, 20 cm^3 munkaoldatot!



Az üres mérőlombikban a vas mennyisége elvileg 0, vagyis nem tartalmaz vasat. Ez lesz a vakminta. A vakmintával az eljárást a mintával azonos módon végezzük, de nincs benne a meghatározandó anyag.

Számítsuk ki az oldatsorozat minden tagjának a tömegkoncentrációját mg/dm^3 egységben! Emlékeztetőül: a munkaoldat tömegkoncentrációja $20 \mu\text{g/cm}^3$, a mérőlombik térfogata 100 cm^3 .

	Kimért munkaoldat (cm^3)	Fe^{2+} (μg)	ρ_B ($\mu\text{g/cm}^3$)	ρ_B (mg/dm^3)
vak	0	$20 \cdot 0 = 0$	0	0
1.	4	$20 \cdot 4 = 80$	$80/100 = 0,8$	0,8
2.	8	$20 \cdot 8 = 160$	$160/100 = 1,6$	1,6
3.	12	$20 \cdot 12 = 240$	$240/100 = 2,4$	2,4
4.	16	$20 \cdot 16 = 320$	$320/100 = 3,2$	3,2
5.	20	$20 \cdot 20 = 400$	$400/100 = 4,0$	4,0

A mérés menete

- A kapott vízmintát tartalmazó mérőlombikot és az oldatsorozat minden tagját ioncserélt vízzel kiegészítse ki kb. 50 cm^3 -re! Fontos: ne töltse jelig a mérőlombikot, mert kell a hely a reagens számára!
- A vízminta és az oldatsorozat valamennyi tagjához hozzáadunk 2 csepp cc. HNO_3 -at, 2 csepp 5%-os H_2O_2 -ot és $1,0 \text{ cm}^3$ kálium-rodanid-oldatot. Most már jelig tölthetjük a lombikokat. A mintát és az oldatsorozatot 60 percen belül, 500 nm hullámhosszon, az azonos módon elkészített vakmintával szemben fotometráljuk!
- A gyakorlatban ez azt jelenti, hogy a fotométeren a kezelési utasításnak megfelelően be kell állítani, hogy a méréshez használt fény hullámhossza 500 nm legyen. A fény hullámhossza és a színe között egyértelmű összefüggés van. Az 500 nm hullámhosszúságú fény türkizöld színű.
- A továbbiakban a fotométer kezelési utasítása szerint kell eljárni.

Mit jelent az, hogy a mintákat a „vakmintával szemben fotometráljuk”? A fotométernek csak azt a fényelnyelést kell mérni, amit az oldatban lévő meghatározandó anyag okoz. Az oldatban lévő egyéb anyagok (pl. az oldószer, a reagens feleslege stb.), a mintatartó (küvetta) okozta fényelnyelést úgy küszöböljük ki, hogy a fotométer alapértékét a vakmintára állítjuk be, ez lesz a fotométer nulla értéke. Azt is szoktuk mondani, hogy a fotométert a vakmintára „zérózzuk”, azaz nullázzuk.

A kalibrációs diagram készítése

A mérési adatokat a táblázatban kell rögzíteni. Erre a jegyzőkönyv vezetésénél lát példát.

Jegyzőkönyv

A jegyzőkönyvnek tartalmaznia kell:

1. Valamennyi szükséges reakcióegyenletet.
2. A munkaoldat készítésének számításait.
3. A fotométerrel mért abszorbanciákat.
4. Az elkészített kalibrációs diagramot, rajta az ismeretlen minta mérési adatával.
5. A vízminta vastartalmát mg/dm^3 egységben.

Jegyzőkönyv vezetése

Moláris tömegek: $M(\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 392,1 \text{ g/mol}$
 $M(\text{Fe}) = 55,85 \text{ g/mol}$

Mérési adatok:

Munkaoldat koncentrációja (mg/cm^3): $20 \mu\text{g/cm}^3$
Mérőlombik térfogata: 100 cm^3

Oldatsorozat koncentrációja	Abszorbancia
1.	
2.	
3.	
4.	
5.	
Víz minta:	

A kalibrációs diagram készítése és az eredmény kiértékelése

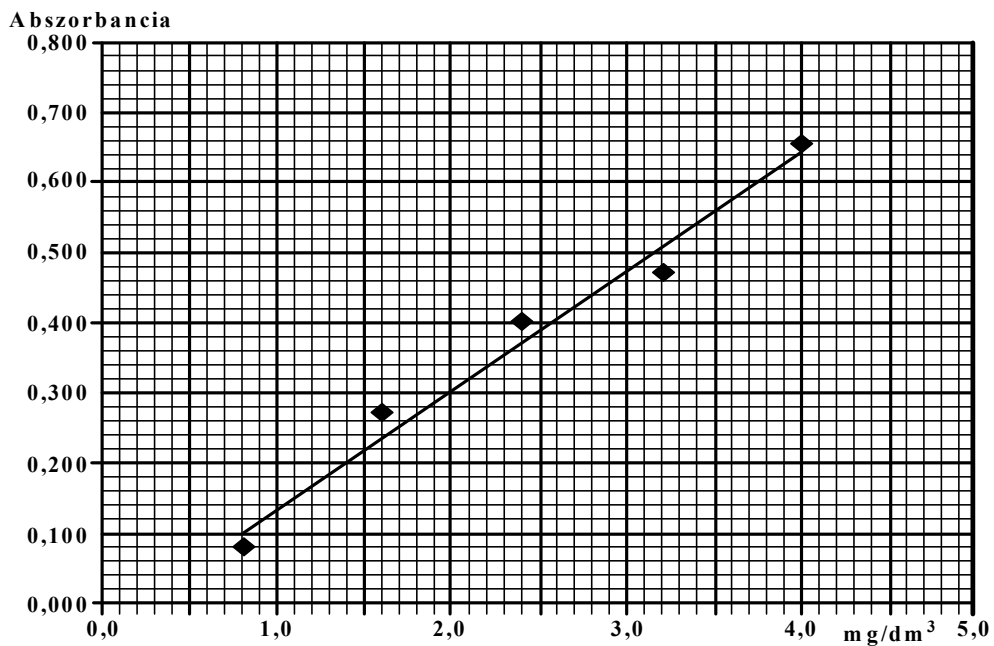
Tekintettel arra, hogy minden mérésnek lehet mérési hibája (és ez egy határon belül a mérés természetes velejárója), a mérési pontok nem fognak egy egyenesbe esni. A cél az, hogy megkeressük a mérési pontokhoz legjobban illeszkedő egyenest. Ez történhet hagyományosan, kézzel történő ábrázolással, az egyenes szabad szemmel történő illesztésével, vagy táblázatkezelő program segítségével.

Kalibrációs egyenes készítése milliméterpapíron

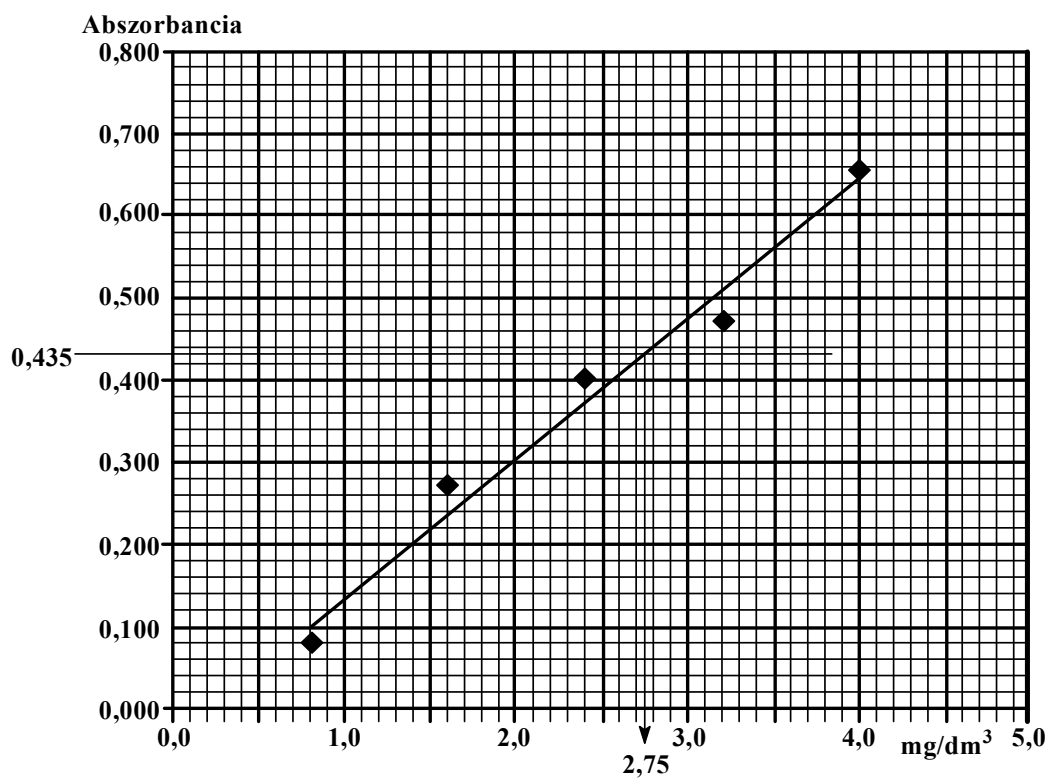
Ábrázolja a mérési adatokat egy milliméterpapíron. Az ábrázolás során a következő szempontokat tartsa szem előtt:

- Olyan egységeket válasszon, amit könnyű követni! Egy egység legyen pl. 1, 5, 10 mm, de ne válasszon pl. 3, 7, 5,5 stb. mm-t! Utóbbiaknak nehéz követni a törtrészeit, vagy a többszöröseit.
- Használja ki a milliméterpapír lehető legnagyobb felületét! Az előző szempontot is figyelembe véve a kész diagram a lehető legnagyobb legyen!
- Használjon vékony ceruzát a szerkesztéshez! Ez megkönnyíti és pontosabbá teszi a leolvasásokat a diagramon.
- A kalibrációs egyenes illesztését úgy kell elvégezni, hogy az a lehető legnagyobb mértékben illeszkedjen a mérési pontokhoz. Célszerű ehhez átlátszó vonalzót használni, mert így minden mérési pont látható.
- Ha egy pont szemmel láthatóan „kilóg” a sorból ott valami durva mérési hibára kell gyanakodni. Ilyenkor ezt a pontot inkább hagyja ki, és a maradék pontokhoz kell az egyenest illeszteni.


Egy lehetséges mérési adatsor ábrázolását mutatja a következő ábra:



Tegyük fel, hogy a minta abszorbanciáját 0,435-nek mérte. Ezt az abszorbancia tengelyén bejelöljük, és a kalibrációs egyenes metszéspontját az abszcisszára vetítve leolvassuk a minta koncentrációját:



Kalibrációs egyenes készítése Excel táblázatkezelő program használatával

1. Írja a mérési adatokat az A és B oszlopokba. Ügyeljen arra, hogy az első oszlopba a független, a második oszlopba a függő változó kerüljön!
2. Ábrázolja a függvényt a diagramvarázslóval: jelölje ki a mérési adatok cellatartományát (mindkét oszlopot), majd kattintson az eszközsoron a diagramvarázslóra .

Diagramvarázsló 1. lépés:

Diagramtípus választása: kizárólag a „Pont(XY)” választható!

Altípusok: bal felső, ahol csak a függvény pontjai láthatók és semmilyen vonallal nincsenek összekötve.

Diagramvarázsló 2. lépés: nincs teendő, lépjen tovább!

Diagramvarázsló 3. lépés: kitöltendő a diagramcím, értéktengely (x), értéktengely (y)

Jelmagyarázat: ha csak egy függvényünk van, akkor a „Jelmagyarázat látszik” előtti kockából vegye ki a pipát!

Diagramvarázsló 4. lépés: nincs teendő, lépjen tovább!

1. Az elkészült diagramot a szükséges mértékben formázza meg! Célszerűen vegye ki a szürke hátteret (dupla kattintás a diagramterületre), a feliratokon az indexeket tegyük a helyére, valamint a tengelyeken állítsa be a számok pontosságát!
2. Jobb egérgombbal kattintson egyet valamelyik mérési pontra! Válassza a „Trendvonal felvétele” menüpontot!

Típus beállítása: lineáris

Egyebek beállítása: Egyenlet látszik a diagramon, R -négyzet értéke látszik a diagramon.

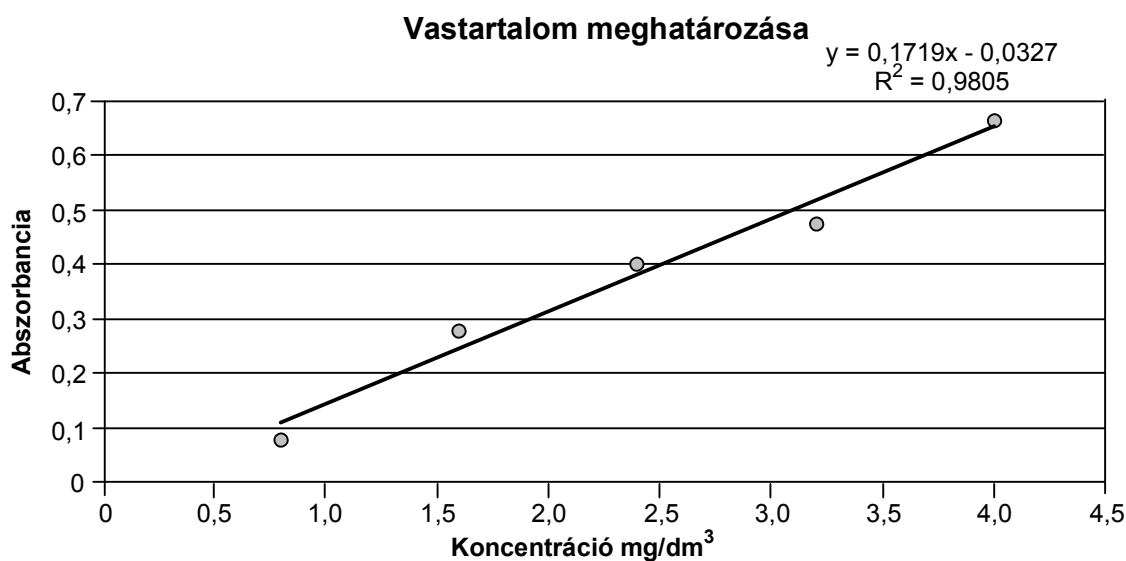
Szükség esetén a megjelenő feliratokat húzza arrébb, hogy a vezetőrács ne zavarjon!

3. Töltse ki a mérési adatok melletti cellákat (C és D oszlopok)! A cellatartományok megnevezése a konkrét feladatnak megfelelően változhat!
4. Töltse ki a mérési adatok melletti cellákat! A cellatartományok megnevezése a konkrét feladatnak megfelelően változhat!*

	A	B	C	D
1	Koncentráció	Abszorbancia	Tengelymetszet:	=METSZ(B3:B7;A3:A7)
2	mg/dm ³	–	Meredekség:	=MEREDKSÉG(B3:B7;A3:A7)
3	0,8	0,080	Korreláció (R):	=KORREL(B3:B7;A3:A7)
4	1,6	0,275	R^2	=D3*D3
5	2,4	0,400		
6	3,2	0,478	Ismeretlen oldat abszorbanciája:	Ide kell írni az „ismeretlen” koncentrációjú oldat mért abszorbanciáját.
7	4,0	0,666	Számított koncentráció:	=(D6-D1)/D2

* Régebbi Excel verziók nem ismerik a METSZ és MEREDKSÉG függvényeket. Helyette az INDEX(LIN.ILL(B3:B7;A3:A7);2) és az INDEX(LIN.ILL(B3:B7;A3:A7);1) használandó.

Ha jól dolgoztunk, akkor a hitelesítő diagram a következőképpen néz ki:



Ha pl. az ismeretlen koncentrációjú oldat abszorbanciája 0,234 (ezt kellett a D6 cellába írni), akkora az eredményt a D7 cellában láthatjuk: 1,551709091. Természetesen ez az adat a sorozat koncentrációjával azonos mértékegységben értendő. Az eredmény pontosságát már a táblázatkezelőben adja meg azzal, hogy a tizedes jegyek számát csökkentse le 2-re! (Legegyszerűbben ezt a formázás eszköztáron a következő ikonra való kattintással megtenni: .)

Amennyiben az oldatsorozat valamelyik tagja szemmel láthatóan nem illeszkedik az egyenesre, akkor ott feltételezhetően valami durva hiba történt. Ilyenkor ezt az adatot törölni kell. A törlés az adatpár kijelölése után a jobb egérgombbal történjen, „A cellák felfelé tolása” opció választásával.

A munkalap fejlécébe írja be nevét, a mérési feladat címét és a dátumot!
(Fájl/oldalbeállítás/Élőfej és élőláb/Egyéni élőfej...)

5. Nyomtatás előtt nézze meg a nyomtatási képet! A nyomtatás ne legyen *egy oldalnál több*. Szükség esetén állítson a margón, és lehet fektetett formátumot használni.

ELLENŐRZŐ FELADATOK AZ IVÓVÍZ VASTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSÁHOZ

1. Milyen színe van a Fe^{2+} - és a Fe^{3+} -ionoknak vizes oldatukban?

Fe^{2+} -ionok színe vizes oldatukban:

Fe^{3+} -ionok színe vizes oldatukban:

2. Írja fel a Mohr-só kálium-permanganáttal történő oxidációjának egyenletét! Használja az oxidációs számokat!

3. Mi a feladata a hidrogén-peroxidnak az oldatsorozat és a minta előkészítése során? Reakcióegyenlettel válaszoljon! Használja az oxidációs számokat!

4. Határozza meg, hogy mekkora az abszorbancia minimális és maximális értéke!

5. Mekkora egy oldat abszorbanciája, ha a kilépő fény intenzitása fele a belépő fény intenzitásának?

6. 1999. augusztus 11-én Magyarországon teljes napfogyatkozás volt. Ennek szabad szemmel történő megfigyelésétől óvva intettek mindenkit. A megfigyeléshez speciális szemüveget árusítottak, amelynek abszorbanciája > 5 volt. A Napból érkező fény legfeljebb hányadrésze jutott a szemünkbe, ha ezen keresztül figyeltük a jelenséget?

7. A mérés leírása szerint a reagensek adagolása és a jelre állítás után a fotometrálist 60 percen belül el kell végezni. Miért? Jelölje meg az egyetlen helyes választ!

- A) „Az idő pénz”, ne húzzuk az időt feleslegesen.
- B) A keletkezett színes vegyület idővel elbomlik.
- C) Mérőtársunk is hozzáférjen a fotométerhez.
- D) 60 perc üzemidő után a fotométer túlmelegszik, ki kell kapcsolni, hogy lehűljön.

8. A fotometráálás során mi a helyes eljárás? Jelölje meg az egyetlen helyes választ!

- A) Az oldatsorozat tagjait tetszőleges sorrendben mérhetjük, csak arra kell figyelni, hogy a küvettát mindig alaposan öblítsük át a mérendő oldattal!
- B) Az oldatsorozat tagjait növekvő koncentráció sorrendjében mérjük. Minden mérés között ioncserélt vízzel öblítsük el a küvettát!
- C) Az oldatsorozat tagjait növekvő koncentráció sorrendjében mérjük. Minden mérés között az oldatsorozat soron következő tagjával öblítsük el a küvettát!
- D) Az oldatsorozat tagjait növekvő koncentráció sorrendjében mérjük. Minden mérés között a vakminta oldatával öblítsük el a küvettát!

9. A hitelesítő diagramon azt látjuk, hogy az oldatsorozat 4. tagjának kisebb az abszorbanciája, mint az oldatsorozat 3. tagjának. Mi lehet ennek az oka?

10. A minta abszorbanciáját kisebbnek mértük, mint az oldatsorozat első tagjának abszorbanciája. Lehetséges-e ez, és értékelhető-e a mérés?

11. Az Excel táblázatkezelővel való munka során #ÉRTÉK hibajelzést kaptunk. Mi lehet ennek az oka? Jelölje meg a helyes válaszokat!

- A) A tizedesvesszőt nem a beállításnak megfelelően használtuk. Pontot írtunk vessző helyett.
- B) Szövegkaraktert (pl. „O” betűt nulla helyett, vagy helyközt) is írtunk olyan cellába, amibe csak számot lett volna szabad.
- C) Az oldatsorozat tagjait nem növekvő sorrendjében írtuk be.
- D) Az oldatsorozat koncentrációit növekvő, de az abszorbanciákat csökkenő sorrendben írtuk be.

FIZIKAI ÉS KÉMIAI TULAJDONSÁG MÉRÉSE MŰSZERES VIZSGÁLATOKKAL

VIZES OLDATOK KÉMHATÁSÁNAK MÉRÉSE

Feladat

Ön egy kémiaoktatással foglalkozó intézményben demonstrátori állásra pályázott. A felvételi pályázatának elolvasása után interjúra hívták be, ahol a gyakorlati tudását is tesztelik. A teszt során feladatul kapta, hogy mérje meg az előkészített anyagok kémhatását, és értelmezze a mérési adatokat.

Bevezetés



Ennek a témakörnek az a célja, hogy a mindennapi laboratóriumi gyakorlatból vett példán keresztül

- megismerjük az elektrokémiai pH-mérést,
- megismerkedjünk a direkt potenciometria alapjaival,
- egy pH-mérő műszer kezelésével.

Az elektroanalitikai módszerek gyűjtőnéven azokat az analitikai eljárásokat foglaljuk össze, amelyekben az anyag minőségi vagy mennyiségi meghatározása az elektrolitokban való áramvezetés jelenségein, valamint a fémes vezetők és az elektrolitok fázishatárán lejátszódó jelenségeken alapulnak.

Ilyen elektroanalitikai eljárás a potenciometria, ami az elsőrendű vezetők és az elektrolitok határfelületén kialakuló potenciál mérésén alapszik. Szintén gyakran alkalmazott elektroanalitikai módszer a konduktometria, ami az elektrolitok vezetésével, annak mérésével foglalkozik. A konduktometriáról bővebben az „Elektrolitok fajlagos vezetésének meghatározása” című mérésnél van szó.

A kémiailag tiszta vízben a víz kis mértékben disszociál, ezért a vízben disszociációs egyensúly áll fenn:



Az egyensúlyt a disszociációs állandó jellemzi:

$$K_d = \frac{[\text{H}_2\text{O}^+][\text{OH}^-]}{[\text{H}_2\text{O}]^2}$$

Mivel a nevező állandó, ezért azt „beolvaszthatjuk” a bal oldali disszociációs állandóba. Így a bal oldalon a $K_d \cdot [\text{H}_2\text{O}]^2$ kifejezés kapjuk, ami szintén állandó, hiszen két állandó szorzatából kaptuk. Ezt az állandót a víz ionszorzatának nevezzük:

$$K_v = [\text{H}_3\text{O}^+] \cdot [\text{OH}^-]$$

A víz ionszorzata 22 °C hőmérsékleten éppen $10^{-14} \left(\frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \right)^2$. A tiszta vízben az oxóniumionok és a hidroxidionok száma, ebből adódóan a koncentrációja megegyezik: $[\text{H}_3\text{O}^+] = 10^{-7} \text{ mol/dm}^3$. Ez nagyon kis szám, ezért célszerűbb egy könnyebben kezelhető adat-

tá alakítani. *Søren Peter Lauritz Sørensen** (1868–1939) dán biokémikus javaslatára az oxóniumion koncentrációja helyett, annak tízes alapú logaritmusának –1-szeresét használjuk, és ezt pH-nak nevezzük.

$$\text{pH} = -\lg [\text{H}_3\text{O}^+]$$

Miért pont pH? A „H” a hidrogénionra utal, hiszen az oxóniumion (H_3O^+) helyett régebben mindig az egyszerűbb H^+ , azaz hidrogénion jelölést használták. A teljes kifejezés a „pondus Hydrogenii” latin „hidrogénsúly” kifejezésből származik.

A pH meghatározásának alapjai

A pH közelítő meghatározását minden savbázis titrálásnál elvégezzük. Hiszen minden titráláshoz olyan indikátort kell választani, ami az adott reakció egyenértékpontjának megfelelő pH-nál vált szint. Pl. ecetsavat nátrium-hidroxiddal titrálunk, lúgos közegben szint váltó fenolftaleint kell használni, mert az egyenértékpontban keletkező nátrium-acetát lúgosan hidrolizál. Hasonlóan közelítő pH-mérésre adnak lehetőséget a pH-papírok, amelyek különböző indikátorokkal vannak átitatva, és a mellékelt színskála segíti a pH megállapítását. Azonban sok esetben ennél pontosabb mérésre van szükség. Talán nem véletlen, hogy magát a pH fogalmát is egy biokémikus vezette be. A biokémiai folyamatok tanulmányozása során rájött arra, hogy a biokémiai folyamatok lejátszódása erősen függ az oldatok hidrogénion-koncentrációjától, és ezért azt pontosan kellett meghatározni.

Az elektrokémiai pH-mérés

M. Cremer biológus vette észre először, hogy az üvegmembránnal érintkező oldat savasságának változása módosítja a membránon jelentkező potenciálkülönbséget. Cremer 1906-ban nátrium-hidroxidot adott egy 0,6%-os vizes NaCl-oldathoz, amely az üveggel érintkezett, és nagy meglepetéssel tapasztalta, hogy a membrán két oldalán mért potenciálkülönbség 360 mV-tal nőtt.

A pH pontos mérését elektrokémiai módszerrel tudjuk elvégezni. A mérendő oldatba két elektródot merítünk, és mérjük a köztük kialakuló feszültséget.

A két elektród közül az egyik stabil, állandó feszültséggel (elektródpotenciállal) kell, hogy rendelkezzen. Ez lesz az a fix pont, amihez viszonyítjuk a másik elektród feszültségét, ezért ezt *referenciaelektródnak* nevezzük.

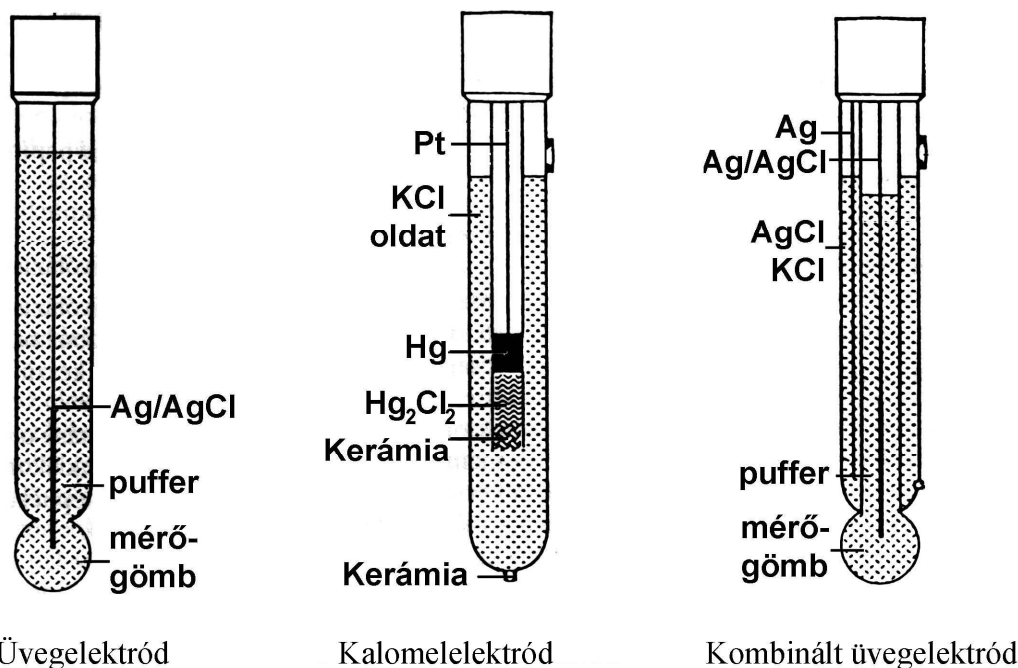
A másik egy olyan elektród, amelynek elektródpotenciálja az oldatban lévő hidrogénion-koncentrációtól függ. Ez a *mérő- vagy indikátorelektród*.

A pH-méréshez használt indikátorelektród lényegét tekintve egy speciális üvegből készült membránelektród, általában gömb alakú, melynek külső felülete a mérendő oldattal, a belső felülete pedig egy pufferoldattal érintkezik. Az elektromos feszültséget egy ezüst-kloriddal bevont ezüstsál vezeti ki. A membrán felületén kialakuló elektródpotenciál a pH-val lineárisan változik:

$$E = \text{konstans} - 0,0591 \text{ pH}$$

*A dán, norvég, svéd nyelvekben a „ø” betű a magyar „ö” hangnak az „s” betű a szó elején „sz”, szó közben általában „z” hangnak felel meg. *Sørensen*: ejtsd szörenzen.

A két elektródot (mérő- és összehasonlító elektród) többnyire összeépítik, és így jön létre az ún. kombinált üvegelektrod.



A mérést a pH-mérő készülékkel végezzük. Ez lényegében egy nagyérzékenységű feszültségmérő, amely a mérő- és összehasonlító (referencia-) elektród közötti feszültséget méri. A készülék kijelzőjén a feszültséggel összefüggésben közvetlenül a pH-t lehet leolvasni.

Kalibráció

A pontos méréshez a készüléket hitelesíteni kell. Ez két (vagy több) ismert pH-jú pufferoldat használatával történik.

Elektródok használata

Az üvegelektrodok helyes működéséhez a membránrésznek duzzadt állapotban kell lenni. Az üvegelektrod (és természetesen a kombinált üvegelektrod) érzékelő gömbjét állandóan, tehát használaton kívül is, ioncserélt vízben kell tartani. Hosszabb szünet esetén ajánlott az elektród érzékelő gömbjét 1 mol/dm³ koncentrációjú KCl-oldatba merítve tárolni. Kerüljük az elektród kiszáradását! Ha ez mégis megtörténne, azaz az elektród hosszabb ideig levegőn, száraz állapotban marad, akkor áztassuk az elektródot 0,1 mol/dm³ koncentrációjú sósavoldatba egy napig, majd még egy napig állítsuk ioncserélt vízbe!

A használat előtt mindig ellenőrizni kell az elektródon belül a folyadékszintet. A referencia-elektrod és a kombinált üvegelektrod felső részén egy kisméretű gumidugóval lezárt nyílás van. Szükség esetén ezen keresztül annyi telített KCl-oldatot töltsünk bele, hogy a folyadékszint a töltőnyílás alatt kb. 0,5 cm-re legyen!

Az üvegelektrodot védeni kell a mechanikai sérülésektől, mert könnyen keletkezik rajta hajszálrepedés, ami a pontos mérést lehetetlenné teszi.

A pH-mérés menete

Bekapcsoljuk a pH-mérő készüléket. Ellenőrizzük az elektródok csatlakozását! Ismert pH-jú pufferoldatok segítségével kalibráljuk az üvegelektrodát savas tartományban $\text{pH} = 4$ és 7 ; lúgos tartományban $\text{pH} = 7$ és 10 puffer oldatok segítségével! Ezt követően az elektródot ioncserélt vízzel öblítjük le, papírvattával itassuk le az érzékelő gömbön maradt egy csepp vizet is! Figyelem: a vízcsepp leitatása nem letörlést jelent!

Kalibrálás után a készülék azonnal mérésre kész állapotban van. Merítsük a vizsgálandó oldatba az elektródot! Várjuk meg, amíg a kijelzőn stabilizálódik a pH, majd olvassuk le a mért értéket!

A mérés befejezése után az elektródot ioncserélt vízzel lemossuk és ioncserélt vízbe merítve (vagy az ioncserélt vízzel töltött védősapkát visszatéve) tároljuk.

Vegyszeroldatok, hétköznapi anyagok oldatainak kémhatása

Készítse el a következő anyagokból a mérésvezető által megadott összetételű oldatokat:

Na_2CO_3 , NaHCO_3 , NaH_2PO_4 , Na_2HPO_4 , Na_3PO_4 , NH_4Cl , $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, citromsav, aszkorbinsav, nátrium-benzoát, szalicilsav, ecetsav, ammóniumoldat, pufferoldatok, csapvíz stb.!

A fentiekén kívül hozzon különböző vízoldható anyagokat, élelmiszereket, melyek pH-ját szintén meg lehet mérni. Javasolt anyagok: szénsavas és szénsavmentes üdítők, ásványvizek, gyümölcslevek, savanyúságok leve, friss és megsavanyodott tej, joghurt, mosó- és mosogatószer stb. Mérés előtt minden esetben beszélje meg a mérésvezető tanárral, milyen anyagot hozott, milyen koncentrációban javasolt a mérést elvégezni, kell-e azt hígítani stb. A mérés után a hozott élelmiszereket már ne fogyassza el!

Jegyzőkönyv

Mérési adatok:

Anyag megnevezése, képlete	Bemért tömeg (g)	Térfogat (cm^3)	Koncentráció	pH indikátorpapírral	pH műszerrel
1.					
2.					
3.					
4.					
5.					
Saját anyagok:					

A jegyzőkönyvnek tartalmaznia kell:

1. A bemért anyagok nevét, képletét vagy leírását.
2. Az oldat eredetét.
3. A mért pH értékeket.

ELLENŐRZŐ FELADATOK A VIZES OLDATOK KÉMHATÁSÁNAK MÉRÉSÉHEZ

1. Gyakran hallható, hogy a pH-t a következő módon definiálják: „A pH a hidrogénion koncentrációjának tízes alapú negatív logaritmusa.” Matematikai szempontból miért hibás ez a definíció?

2. Definiálja képlettel a pOH-t!

3. Írja fel a pH és a pOH közötti összefüggést!

4. Milyen pH-ja van a következő anyagoknak? Tegyen X-et a megfelelő helyre!

	savas	semleges	lúgos
NH ₄ Cl			
NaNO ₃			
CH ₃ COONa			
CH ₃ COONH ₄			
Fenol			
Nátrium-fenolát			
Nyálkahártya			
Gyomornedv			
NH ₄ Cl – NH ₄ OH elegye (puffer)			
CH ₃ COOH – CH ₃ COONa (puffer)			

5. Számítsa ki az alábbi oldatok pH-ját! Az eredményt írja be a táblázat üres cellájába!

Anyag	Koncentráció [mol/dm ³]	pH
HCl	0,001	
H ₂ SO ₄	0,001	
Ca(OH) ₂	0,001	
KOH	0,001	

6. Milyen követelményt kell teljesíteni egy referenciaelektrodnak?

7. Hogyan kell tárolni az üveg- és a kombinált üvegelektrodot?

FOLYADÉKOK TÖRÉSMUTATÓJÁNAK MÉRÉSE

Feladat

A magyarországi előírások szerint a gépjárművek fagyálló folyadékának fagyáspontja leg-
alább -20 °C kell, hogy legyen. A fagyálló folyadékból mintát véve, a törésmutató mérésével
lehet legegyszerűbben megállapítani, hogy a gépkocsi ebből a szempontból megfelel-e a téli
üzemmódra. Ennek érdekében tanulmányozza át a törésmutató mérését!

Bevezetés

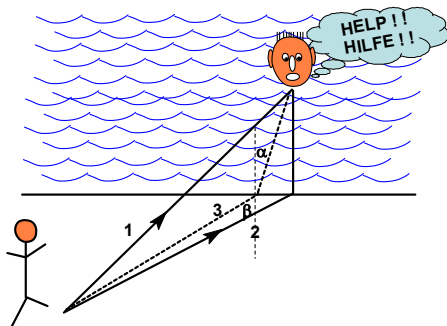


Ennek a témakörnek az a célja, hogy a mindennapi laboratóriumi gyakor-
latból vett példán keresztül

- megismerkedjünk a törésmutató mérésének alapjaival,
- megismerjük a folyadékok tisztaságának ellenőrzésére szolgáló fizikai jellemző mérését,
- megismerjük egy törésmutató mérésére szolgáló készülék kezelését.

A fény, ha optikailag ritkább közegből optikailag sűrűbb közegbe lép, az irányát megváltoz-
tatja, azaz a fény megtörik. De mit is jelent, az „optikailag ritkább”, és az „optikailag sűrűbb”
kifejezés? Természetesen semmi köze a térfogategységben lévő anyag tömegéhez, a g/cm^3 -
ben kifejezett sűrűséghez. A fény sebessége különböző közegekben eltérő. Legnagyobb a vá-
kuumban mért fénysebesség. Vízen, levegőben, üvegben vagy bármilyen más, a fény számá-
ra átlátszó közegben ettől kisebb. A fény két pont között nem a legrövidebb úton halad, ha-
nem olyan utat fut be, amelyhez a legrövidebb idő szükséges. (Ez a Fermat-elv.) Ez csak úgy
lehetséges, ha olyan közeghez ér, amelyben lassabban halad, a beesési merőleges felé törik.

Ezt egy szemléletes példán érthetjük meg. Tegyük fel, hogy valaki eszeveszett kapálódzás
közepette segítségért kiált a tó vízében. Egy, a szárazföldön álló, úszni jól tudó ember a segít-
ségére siet, szeretné kimenteni a fuldoklót. Nagyon valószínű, hogy akármilyen gyorsan tud
úszni, futni mégiscsak gyorsabban fut. Az is nyilvánvaló, hogy nem az a cél, hogy minél rö-
videbb útvonalon, hanem az, hogy minél rövidebb idő alatt érjen a fuldoklóhoz! Milyen úton
haladjon?



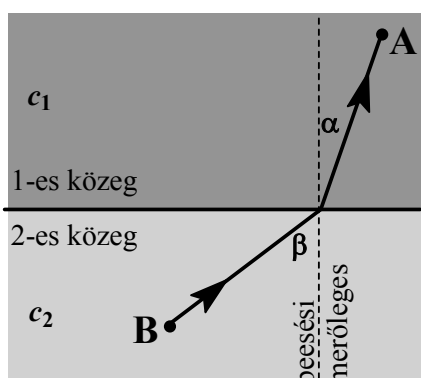
Az 1. számú lehetőség a legrövidebb utat jelöli. De az is nyilvánvaló, hogy ezen az úton kell a legtöbbet úszni, ami sokkal lassabb, mint a futás.

A 2. számú út választása esetén a partra merőlege-
sen kell úszni. Ez a legkevesebb úszást jelenti, de
egyben a legtöbbet kell futva megtenni.

A segítség a legrövidebb idő alatt két szélső eset
közti választás esetén érkezik meg.

Tegyük fel, hogy a hős megmentő v_1 sebességgel úszik, és v_2 sebességgel szalad. Akkor érke-
zik leghamarabb a fuldoklóhoz, ha úgy veti magát a vízbe, hogy a rajzon jelölt szö-
szainak aránya az úszás és a futás sebességeinek arányával legyen azonos:

$$\frac{v_2}{v_1} = \frac{\sin \beta}{\sin \alpha}$$



A példához hasonlóan viselkedik a fény is.

$$\frac{c_2}{c_1} = \frac{\sin \beta}{\sin \alpha}$$

Az „optikailag sűrűbb” 1-es közegben a fény lassabban halad, mint az „optikailag ritkább” 2-es közegben ($c_1 < c_2$), a B pontból kiinduló fénysugár a közeg határához érve a beesési merőleges irányába törik. A beesési merőlegeshez viszonyított szögek szinuszainak arányát törésmutatónak nevezzük:

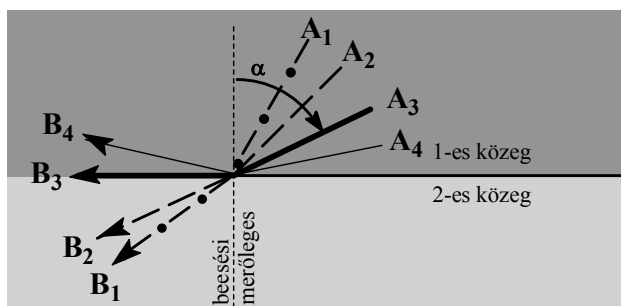
$$n_{21} = \frac{\sin \beta}{\sin \alpha}$$

A törésmutatónak ez a meghatározása egészen pontosan az 1-es közeg 2-es közegre vonatkoztatott relatív törésmutatóját jelenti. Ha a számlálóban szereplő közeg a vákuum, akkor abszolút törésmutatóról beszélünk.

A törésmutató függ az anyagi minőségtől, a fény hullámhosszától és a hőmérséklettől, oldatok esetén az oldat koncentrációjától.

A törésmutató mérésének alapjai

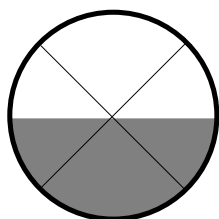
Az alábbi ábrán négy fénysugarat látunk. Az A_1 pontból kiinduló pontvonallal jelzett fénysugár az optikai közeg határán megtörik, és a B_1 pontba jut. A beesési merőlegeshez képest nagyobb szögből, az A_2 pontból kiinduló szaggatott vonallal jelzett fénysugár az optikai közeg határán megtörik, és a B_2 pontba jut.



Az A_3 pontból kiinduló vastag vonallal jelzett fénysugár az optikai közeg határán megtörik, és a B_3 pontba jut. Vegyük észre, hogy a fénysugár éppen a két közeg határán halad, azaz irány a beesési szögre éppen merőleges! Ez azért fontos, mert az ennél nagyobb szögben érkező fénysugarak az optikai közeg határán nem lépnek át, hanem teljes mértékben visszaverődnek. Ez történik az A_4 pontból induló fénysugárral, ami a visszaverődés után a B_4 pontba érkezik.

Az A_3 pontból kiinduló fénysugárra a törésmutatót felírva a következő összefüggést kapjuk:

$$n_{21} = \frac{\sin 90^\circ}{\sin \alpha} = \frac{1}{\sin \alpha}$$



Ez egyben azt is jelenti, hogy a törésmutató meghatározásához elegendő egyetlen szöget mérni.

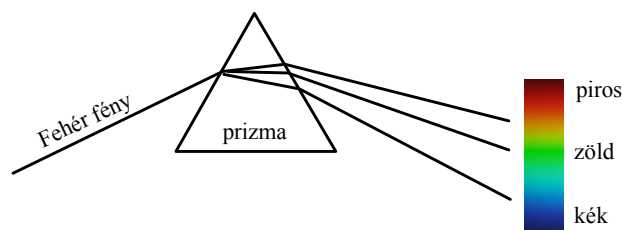
A helyesen beállított refraktométeren egy világos és egy sötétszürke mező látható. Ezt kell a hajszálkereszthez, vagy más formájú jelhez igazítani.

A skálán már nem szöget kell leolvasni, hanem a hozzá tartozó kiszámított törésmutató értékét.

Már volt arról szó, hogy a törésmutató függ a fény hullámhosszától. Ezért van az, hogy a fehér fényt a prizma színekre bontja. A fehér fény ugyanis összetett, mindenféle hullámhosszú fény keveréke. A különféle színű fénysugarakat a prizma eltérő mértékben töri meg. A legkisebb mértékben a vörös színű sugarak, a legnagyobb mértékben az ibolyaszínű sugarak törnek meg.

A törésmutató méréséhez napfényt, vagy bármilyen szokásos lámpát használunk. Az ilyen fényforrás fénye összetett, sokszínű hullámhosszú fény sugarból áll.

Az ebből adódó fénytöréset egy prizma rendszer egyenlíti ki. A rosszul beállított törésmutató műszer látómezejében szivárványszínű fényt látunk. Addig kell a prizma rendszert állítani, míg fehér-szürke árnyalatban látjuk a képet.

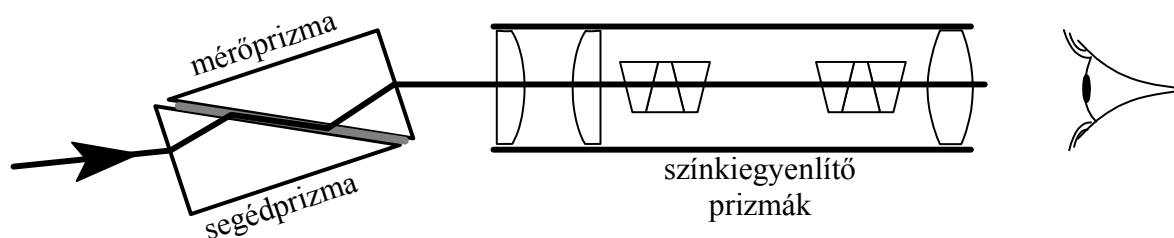


A törésmutató műszereket általában úgy állítják be, hogy a mért adatok az 589,3 nm hullámhosszú fénynek feleljenek meg. Ez a gerjesztett nátriumatom által kibocsátott egyik jellegzetes fénysugár hullámhossza, amit a spektroszkópiában „D”-vel jelölnek. Ezért az így megadott törésmutatót n_D^{20} -nak jelöljük. A jobb felső index a mérés hőmérsékletét mutatja °C-ban.

Mivel a törésmutató függ az anyagi minőségtől, ezért anyagok azonosítására, tisztaságának ellenőrzésére használható.

A meghatározás menete

A refraktor vázlatos felépítése:



A törésmutató mérésekor a vizsgálandó folyadék egy vékony rétege a mérő- és a segédprizma között helyezkedik el. A segédprizma mattított felülete egyenletes diffúz megvilágítást biztosít a mérendő folyadékban, így a fény egy része érintőlegesen képes haladni. A két prizma együttes elfordításával elérhető, hogy a teljes visszaverődés határvonala a látómezőbe kerüljön és így a törésmutató érték leolvasása lehetővé válik.

A prizma használata

A prizmát mérés előtt és után megfelelően le kell tisztítani. Ez mindössze abból áll, hogy mérés előtt vattával felitatott absz. alkohollal mossuk át, mérés után – vízdoldható anyag mérése esetén – először kevés ioncserélt vízzel öblítsük le, majd vattával felitatott absz. alkohollal mossuk át. Teljes száradás előtt ne csukjuk össze a prizmát!

Ügyeljünk arra, hogy a két prizma mérőfelületeit kemény, éles tárgyval még véletlenül se érintsük!

A méréskor a mérendő folyadékot a két prizma közé rétegezzük. Irányítsuk a fényt a prizmára, és állítsuk a látómezőt szintelenre. Az okulárnál lévő lencsével állítsuk a szemünkhöz az élességet és a megfelelő skálán olvassuk le a törésmutatót.

A mérés

A mérés során vizsgáljuk meg egy oldat törésmutatójának és koncentrációjának összefüggését! Az elkészített törzsoldatból oldatsorozatot készítünk, és a mért értékek alapján kalibrációs diagramot készítünk.

A kalibrációs diagram készítésének leírását megtalálhatja az „Ivóvíz vastartalmának meghatározása fotometriásan” című mérésnél.

Az oldatsorozat elkészítésén és mérésén kívül hozzon különböző vízdoldható anyagokat, élelmiszereket, melyek törésmutatóját szintén meg lehet mérni! Lehetőleg vizes oldatokat, vagy vízben oldódó anyagokat válasszunk! Ajánlott oldatok: citromlé, gépjármű fagyálló folyadék, különböző alkoholtartalmú italok, parfüm, mosogatószer, egyéb vízdoldható és átlátszó anyagok.

Jegyzőkönyv

Mérési adatok:

A vizsgált anyag megnevezése, képlete	
A vizsgált anyag tömege:	
Mérőlombik térfogata:	
Törésmutató mérések	
Víz:	
2 cm ³ törzsoldat + 8 cm ³ víz	
4 cm ³ törzsoldat + 6 cm ³ víz	
6 cm ³ törzsoldat + 4 cm ³ víz	
8 cm ³ törzsoldat + 2 cm ³ víz	
Törzsoldat:	
Saját anyagok megnevezése, törésmutatója	
1.	
2.	
3.	

A jegyzőkönyvnek tartalmaznia kell:

1. Beméréseket
2. A mérési adatokat
3. Kalibrációs diagramot

ELLENŐRZŐ FELADATOK A FOLYADÉKOK TÖRÉSMUTATÓJÁNAK MÉRÉSÉHEZ

1. Keresse meg a fény vákuumban mért sebességének pontos értékét!

2. A fénysebességet általában c -vel jelöljük, eltérően az egyéb sebességektől, melyek jele általában v . Honnan ered a fénysebesség c jele?

3. Mekkora iránytörést szenved a fény, ha merőlegesen lép a 2-es közegből az 1-es közegbe? Rajzolja meg a kilépő fény útját!



4. Ha az ablaküvegre ferde szögben nézünk, nem látunk át rajta, hanem tükörként viselkedik az üveg. Mi ennek a magyarázata?

5. A víz törésmutatója 1,3333. Számítsa ki, hogy mekkora a vízben a teljes visszaverődés határszöge!

6. Keresse meg a következő anyagok törésmutatóját! A megadottakon kívül keresse ki további tetszőlegesen választott anyagok törésmutatóit!

Benzol:	Etanol:
Gyémánt:	Kőszó:
.....
.....

ELEKTROLITOK FAJLAGOS VEZETÉSÉNEK MEGHATÁROZÁSA

Feladat

Ön egy ioncserélő oszlopokat gyártó és regeneráló cégnél dolgozik. Feladata, hogy ellenőrizze a felhasználásra kerülő ioncserélő gyanta működését. Ennek érdekében hitelesíteni kell a mérőműszert, és ellenőrzésképpen meg kell mérni a különböző eredetű vízminták vezetését.

Bevezetés



Ennek a témakörnek az a célja, hogy a mindennapi laboratóriumi gyakorlatból vett példán keresztül

- megismerjük egy műszeres analitikai mérés kivitelezését,
- megismerkedjünk a konduktometria alapjaival,
- egy konduktométer kezelésével.

Az elektroanalitikai módszerek gyűjtőnéven azokat az analitikai eljárásokat foglaljuk össze, amelyekben az anyag minőségi vagy mennyiségi meghatározása az elektrolitokban való áramvezetés jelenségein, valamint a fémes vezetők és az elektrolitok fázishatárán lejátszódó jelenségeken alapulnak.

Ilyen elektroanalitikai eljárás a konduktometria, ami az elektrolitok vezetésével, annak mérésével foglalkozik. Szintén gyakran alkalmazott elektroanalitikai módszer a potenciometria, ami az elsőrendű vezetők és az elektrolitok határfelületén kialakuló potenciál mérésén alapszik. A potenciometriáról bővebben a „Vizes oldatok kémhatásának mérése,” című mérésnél van szó.

Elektromos alapfogalmak, elektromos alapmennyiségek

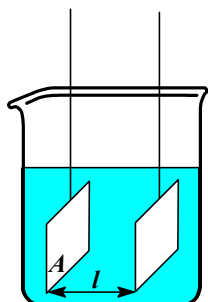
Elektromos áramnak nevezzük a szabad mozgásra képes, töltéssel rendelkező részecskék elektromos erőter hatására bekövetkező rendezett mozgását. Az elektromosan vezető anyagokat alapvetően két nagy csoportba foglaljuk, attól függően, hogy mi az a részecske, ami a töltést hordozza.

	Elsőfajú vezetők	Másodfajú vezetők
Potenciálkülönbség hatására elmozduló részecske:	Szabad mozgásra képes elektronok.	Szabad mozgásra képes pozitív és negatív ionok.
Az elektromos áram okoz-e kémiai változást a vezetőben, vagy annak felületén?	Az elektromos áram kémiai változást nem okoz sem a vezető belsejében, sem a felületén.	Az elektromos áram a vezető belsejében kémiai változást nem okoz. A határfelületen, ahol érintkezik az elsőfajú vezetővel, kémiai változás jön létre.
Legfontosabb jellemző neve: jele: mértékegysége:	Ellenállás R ohm, Ω	Vezetés G siemens, S

A elektromos vezetést (szakkifejezéssel konduktancia) a régebbi szakirodalomban vezetőképességnek nevezték. De ha az elektromos ellenállást nem mondjuk „ellenálló-képességnek”, akkor a vele összefüggésben lévő, reciproknak fogalmat miért mondjuk „képességnek”? Miért vezetőképesség, és nem egyszerűen az „ellenállás” mintájára csak „vezetés”? A mai helyes szóhasználat az elektromos vezetés, de tudjunk róla, hogy a szakirodalomban gyakran olvasható vezetőképesség ugyanazt jelenti.

A vezetők elektromos jellemzése

Míg az ellenállást elsősorban az elsőfajú vezetők esetén használjuk, addig a másodfajú vezetők elektromos vezetését az ellenállás reciprokéval, az elektromos vezetéssel (G) jellemezzük:



$$G = \frac{1}{R} = \kappa \frac{A}{l}$$

- ahol G : a vezető elektromos vezetése [$S = 1/\Omega$]
 R : a vezető ellenállása [Ω]
 A : a vezető keresztmetszete (elektrod felülete) [m^2]
 l : a vezető hossza (az elektródok távolsága) [m]
 κ : a fajlagos vezetés

Az elektromos vezetés (a továbbiakban vezetés) mértékegysége az ellenállás mértékegységének a reciproka, a siemens, jele: S. $1\text{ S} = 1\ \Omega^{-1}$. A fajlagos ellenállás mértékegysége a vezetés képletének átrendezéséből következik:

$$\kappa = \frac{G \cdot l}{A}, \text{ mértékegysége: } \frac{\text{S} \cdot \text{m}}{\text{m}^2} = \frac{\text{S}}{\text{m}}$$

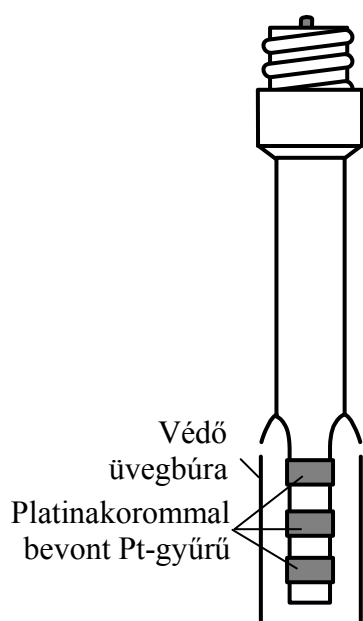
Az elektrolitok fajlagos vezetése az anyagi minőségen kívül a elsősorban a hőmérséklettől és a koncentrációtól függ.

Ha a vezetés $G = \kappa \frac{A}{l}$ képletét tanulmányozzuk, láthatjuk, hogy a vezetés az elektrolitba merülő elektródok geometriai méretétől függ. Az első ábrán az oldatba két szabályos, négyzet alakú elektród merül. Vonjuk össze az elektródtávolság és a felület hányadosát egy közös jellemzőbe! Legyen $C = \frac{l}{A}$. Ekkor $G = \frac{\kappa}{C}$, ahol C a geometriai méretből számolható, és cellaállandónak nevezünk. A cellaállandó mértékegysége m^{-1} .

Így tehát, ha ismerjük a geometriai méreteket, akár ki is tudjuk számítani az adott elektród cellaállandóját.

A gyakorlatban használatos elektródok geometriája és elrendezése azonban nem így néz ki, az elektród nem szabályos alakú, és a cellaállandót nem tudjuk számítással meghatározni. A megoldás az, hogy a mérőelektródot ismert vezetőségű oldattal kalibrálni kell. Nem az a gond, hogy az elektród alakja olyan, hogy nem számolható ki egyszerűen a felülete, hanem az elektród ún. platinázott platina, más kifejezéssel élve platinakorommal bevont platina. Ez azt jelenti, hogy az elektród igen apró szemcséjű, kolloid méretű platínával bevont felületű. Ettől a kolloid eloszlású platínától lesz ez elektród felülete a platina ezüstös csillogása helyett fekete.

Ez jelentősen megnövelni az elektród felületét és teszi érzékenyebbé a mérést. Az így kialakított felületet pedig csak bonyolult módon lehet megmérni, de hiába is mérnénk meg, az elektród felülete az elhasználódása során változhat.



A harangelektrod

Az elektromos vezetés mérése

A gyakorlatban használatos készülékek az oldatba merülő konduktometriás mérőcella elektródjai közti folyadék ellenállását mérik.

Egy erre a célra speciálisan kialakított elektród merül a mérendő oldatba, amit a vezetés kijelzésére alkalmas műszerhez csatlakoztatunk. A műszer neve a konduktométer, ami az elektromos vezetés latin nevéből származik. A leggyakoribb elektród az alakjáról harangelektrodnak nevezett vezetési cella. Az elektród platinakorommal bevont platina, amelyet árnyékolt kábellel kell a konduktométerhez csatlakoztatni.

Az elektród kalibrálása

A kalibrálás annyit jelent, hogy a műszerhez csatlakoztatott elektródot ismert vezetésű elektrolitba mártjuk.

KCl-oldat fajlagos vezetése különböző hőmérsékleteken:

Hőmérséklet (°C)	0,01 mol/dm ³ 0,1 mol/dm ³		Hőmérséklet (°C)	0,01 mol/dm ³ 0,1 mol/dm ³	
	KCl-oldat			KCl-oldat	
	κ (S/m)			κ (S/m)	
17	0,1196	1,094	24	0,1386	1,264
18	0,1225	1,119	25	0,1413	1,288
19	0,1251	1,143	26	0,1441	1,313
20	0,1278	1,167	27	0,1468	1,337
21	0,1305	1,191	28	0,1496	1,362
22	0,1332	1,215	29	0,1524	1,387
23	0,1359	1,239	30	0,1552	1,412

Ha az elektródot az ismert fajlagos vezetésű oldatba merítjük, és megmérjük a vezetést, akkor abból meghatározhatjuk az elektród cellaállandóját. Merítsük pl. az elektródot 0,010 mol/dm³ koncentrációjú KCl-oldatba. Legyen az oldat hőmérséklete a mérés közben 24 °C. A táblázatból kiolvasható a referenciaoldat fajlagos vezetése: 0,1386 S/m.

A $G = \frac{\kappa}{C}$ összefüggés alapján a cellaállandó számítása a $C = \frac{\kappa}{G}$ képlettel történik. A fajlagos vezetést már ismerjük, meg kell mérni az ismert koncentrációjú referenciaoldat vezetését. Ennek ismeretében kiszámítható az elektród cellaállandója.

Egy elektród cellaállandóját érdemes feljegyezni, mert csak lassan változik, értéke hosszú ideig használható.

A további mérés kivitelezése és fajlagos vezetés számítása a cellaállandó ismeretében már egyszerű. Ha egy ismeretlen oldat vezetését a konduktométerrel megmérjük, akkor az oldat fajlagos vezetése a $G = \frac{\kappa}{C}$ képlet átrendezésével nyert $\kappa = G \cdot C$ kifejezéssel számítható.

A meghatározás menete

Az előzőekből látható, hogy a hőmérsékletnek fontos szerepe van. Fontos, hogy az ismeretlen oldat fajlagos vezetését ugyanolyan hőmérsékleten végezzük, mint a cellaállandó meghatározását. A hőmérsékletek azonos értéket legegyszerűbben úgy tudjuk biztosítani, hogy a referenciaoldatot és valamennyi mérendő oldatot egymás mellett a laboratóriumban hagyjuk állni kb. 15 percig. Ennyi idő alatt azonos lesz minden mérendő oldat hőmérséklete. A hőmérséklet 17-30 °C között legyen, mert erre a hőmérsékletintervallumra vannak adataink.

Hitelesítő KCl-oldat készítése

Mérjen be 0,1 mg pontossággal 7,455 g analitikai tisztaságú KCl-ot, majd mossa át egy 1000 cm³-es mérőlombikba!

Cellaállandó meghatározása

Merítsük a lemosott és a referenciaoldattal leöblített harangelektrodát a referenciaoldatba! Figyeljük arra, hogy az elektródban vagy annak felületén ne maradjanak légbuborékok! Néhány másodperc múlva leolvashatjuk a műszerről az oldat vezetését. Jegyezzük fel a mérés hőmérsékletét is!

Különböző elektrolit vezetésének meghatározása

A mérés a cellaállandó mérésénél leírttal azonos módon történik azzal a különbséggel, hogy a referenciaoldat helyett a mérendő oldatot használjuk. Most se feledkezzünk el az elektród a mérendő oldattal történő leöblítéséről! Jegyezzük fel a mérés hőmérsékletét is!

Mérendő oldatok

- Ismeretlen összetételű oldat fajlagos vezetésének meghatározása.
- Ioncserélt víz és csapvíz összehasonlítása.
- A fentiekén kívül hozzon különböző vízoldható anyagokat, élelmiszereket, melyek szintén meg lehet mérni a vezetését! Javasolt anyagok: szénsavas és szénsavmentes üdítők, ásványvizek, gyümölcslevek, savanyúságok leve, friss és megsavanyodott tej, joghurt, mosó- és mosogatószer, utcáról és tiszta hóból származó felolvasztott hó, fagyasztószekrény oldalára ráakódott felolvasztott jég stb. Mérés előtt minden esetben beszélje meg a mérésvezető tanárral, milyen anyagot hozott, milyen koncentrációban javasolt a mérést elvégezni, kell-e azt hígítani stb. A mérés után a hozott élelmiszereket már ne fogyassza el!

A számítás menete

KCl referenciaoldat koncentrációja

Bemért KCl tömege: 7,4560 g
Mérőlombik térfogata: 1000 cm³

$$n_1(\text{KCl}) = \frac{m}{M} = \frac{7,4560}{74,55} = 0,10001 \text{ mol} \approx 0,1000 \text{ mol}$$

$$c(\text{KCl}) = \frac{n(\text{KCl})}{V(\text{KCl})} = \frac{0,1000}{1,000} = 0,100 \text{ mol/dm}^3$$

Megjegyzés: A meghatározás során törekedni kell arra, hogy a KCl referenciaoldat koncentrációja a mérési hibahatáron belül pontosan 0,100 mol/dm³ legyen, mert erre a koncentrációra vannak hitelesítő adataink. Ha a hitelesítéshez 0,010 mol/dm³ koncentrációjú KCl-oldat kell, akkor azt a 0,100 mol/dm³ koncentrációjú oldat pontos hígításával készítjük el.

Hígítás számítása, (ha szükséges):
Pipetta térfogata: 25 cm³
Mérőlombik térfogata: 250 cm³

Hígított KCl referenciaoldat koncentrációja:

$$c(\text{KCl}) = 0,1 \cdot \frac{\text{pipetta térfogata}}{\text{mérőlombik térfogata}} = 0,1 \cdot \frac{25}{250} = 0,010 \text{ mol/dm}^3$$

Megjegyzés: a hígításhoz úgy kell pipettát és mérőlombikot választani, hogy a térfogatuk aránya 10 legyen.

Hőmérséklet a méréskor: 24 °C

Méréshez használt referenciaoldat koncentrációja: 0,010 mol/dm³.

Cellaállandó számítása

Referenciaoldat fajlagos vezetése a táblázatból 24 °C: 0,1386 S/m
Mért vezetés: 2,23 mS

$$C = \frac{\kappa}{G} = \frac{0,1386 \text{ S/m}}{0,00223 \text{ S}} = 62,15 \text{ m}^{-1}$$

Mérendő oldat fajlagos vezetése

Mért vezetés: 5,36 mS
Fajlagos vezetés: $\kappa = G \cdot C = 5,36 \cdot 10^{-3} \cdot 62,15 = 0,333 \frac{\text{S}}{\text{m}}$.

Jegyzőkönyv

Moláris tömeg: $M(\text{KCl}) = 74,55 \text{ g/mol}$

Mérési adatok:

KCl referenciaoldat pontos készítése	
Bemért KCl tömege:	
Mérőlombik térfogata:	
Referenciaoldat hígítása	
Pipetta térfogata:	
Mérőlombik térfogata:	
Cellaállandó meghatározása	
Hőmérséklet:	
Vezetés:	
Ismeretlen oldat vezetése:	
Hőmérséklet:	
Vezetés:	
Ismert folyadékok vezetése	
Ioncserélt víz vezetése:	
Csapvíz vezetése:	
1. Hozott, saját minta neve:	
1. Hozott, saját minta vezetése:	
2. Hozott, saját minta neve:	
2. Hozott, saját minta vezetése:	
3. Hozott, saját minta neve:	
3. Hozott, saját minta vezetése:	

A jegyzőkönyvnek tartalmaznia kell:

1. Beméréseket
2. Mérési adatokat
3. Számításokat

ELLENŐRZŐ FELADATOK AZ ELEKTROLITOK VEZETÉSÉNEK MEGHATÁROZÁSÁHOZ

1. Soroljon fel fémés és nemfémés elsőfajú vezetőket!

Fémés elsőfajú vezetők:

.....

Nemfémés elsőfajú vezetők:

2. Nevezzen meg olyan másodfajú vezetőket, amelyekben van oldószer is és amelyekben nincs oldószer!

Oldószer is van benne:

.....

Nincs benne oldószer:

3. Számítsa ki annak az oldatnak a vezetését, amelynek ellenállása 4 ohm!

4. Azonos koncentrációk esetén az ecetsavoldatnak, vagy a sósavoldatnak nagyobb a fajlagos vezetése azonos hőmérsékleten? Indokolja is válaszát!

5. Előfordulhat-e, hogy annak az oldatnak nagyobb a vezetése, amelynek kisebb a fajlagos vezetése? Indokolja is válaszát!

6. Ha tanulmányozza a harangelektrod ábráját, látható, hogy védő üvegbúra felső részén van két lyuk. Mi lehet ennek a célja?

7. 1 dm^3 $0,1 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú referenciaoldat kell készíteni. Számítsa ki, hogy milyen pontossággal kell bemérni a KCl-ot ahhoz, hogy a bemérésből adódó hiba kisebb legyen, mint $0,001 \text{ mol/dm}^3$!

8. Írja le, arányaiban milyen értéket vár a csapvíz és az ioncserélt víz fajlagos vezetésének összehasonlításakor! Indokolja várakozását!

A VIZSGÁLATOK ÉRTÉKELÉSE

Az jegyzetben leírt feladatok laboratóriumi munkái során számos vizsgálattal ismerkedett meg. Azon túl, hogy elvégezte a vizsgálatokhoz szükséges előkészítő munkákat, méréseket és számításokat, sok új fogalommal találkozott. Mérési eredményeit összevethette a valós értékekkel, hallhatott és olvashatott a vizsgálatok gyakorlati jelentőségéről. Bizonyára volt olyan vizsgálat, ami felkeltette érdeklődését, és túl a kötelezően elvégzendő munkán szeretne róla többet megtudni. Vagy éppen a munkákra való felkészülés során talált olyan érdekes információt, amit az előírt jegyzőkönyvi formába nem lehetett beleírni, de mégis jó lenne megosztani másokkal.

Most itt a lehetőség!

Válasszon magának az elvégzett feladatokból egyet! Készítsen belőle egy rövid, maximum 10 percben előadható tanulmányt, amit a tanítási óra keretében a társainak bemutat!

Néhány ötlet a végtelen számú lehetőségből:

- A mérés során meghatározott anyag bármely fontos, vagy éppen ritka, de érdekes felhasználása, tulajdonsága.
- Meghatározott anyag előállítása.
- A mért fizikai, kémiai jellemző jelentősége konkrét példákon bemutatva.
- A mérések, vizsgálatok során tapasztalt jelenségek bemutatása, a mért adatok értékelése.
- A vizsgált anyagok, mért fizikai és kémiai jellemzők biológiai, környezetvédelmi, élet-tani stb. hatása.
- A feladathoz használt műszer, speciális eszköz története, bemutatása.
- A vizsgálat kifejlesztésének története.
- Vizsgálathoz kapcsolódó híres emberek életrajzi adatai stb.

A felsorolásból is látszik, hogy a feladat teljesen kötetlen, szükség van hozzá sok kreativitásra, önállóságra. Bármilyen saját ötlettel is előállhat, minél egyedibb a téma, annál érdekesebb lehet. Az ötletét beszélje meg a mérésvezető tanárral is! Tanácsok a feladathoz:

- A tanulmány elkészítéséhez válasszon magának társat! Legfeljebb 2–3 fős csapatban dolgozzon, a nagyobb létszám csak hátráltatja az ilyen jellegű munkát!
- Már év közben válasszon ki egy feladatot, amihez kapcsolódóan a kutató, gyűjtő munkát végez! Ne hagyja az utolsó pillanatra!
- Készítsen a bemutatóhoz egy prezentációt, PowerPoint programmal! A prezentációban csak a legszükségesebb szöveges információ legyen, de legyen benne kép, ábra.