



Petrik Lajos Két Tanítási Nyelvű
Vegyipari Környezetvédelmi és Informatikai
Szakközépiskola



A mennyiségi analízis klasszikus analitikai módszerei

Összeállította: Fogarasi József

2012.11.30.

Tartalom

Bevezetés.....	4
Titrimetria.....	5
Acidi-alkalimetria	6
A sósav mérőoldat készítése.....	8
A sósav mérőoldat pontos koncentrációjának megállapítása	9
NaOH-tartalom meghatározása sósav mérőoldattal.....	10
Szilárd minta NaOH-tartalmának meghatározása.....	12
Szilárd minta nátrium-karbonát tartalmának meghatározása	13
Savak meghatározása lúg mérőoldattal.....	15
NaOH mérőoldat készítése	15
NaOH mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása (I.)	15
HCl-tartalom meghatározása NaOH mérőoldattal	16
cc. Kénsav meghatározása NaOH mérőoldattal	17
Foszforsav meghatározása.....	19
Gyenge sav titrálása erős bázissal.....	22
NaOH mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása oxálsav titeranyaggal (II.)	23
NaOH mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása oxálsavval.....	23
Ecetsav meghatározása.....	25
Csapadékos titrálás.....	25
NaCl meghatározása Mohr-szerint	27
Kloridion meghatározása Fajans-szerint	28
Komplexometria	29
0,02 mol/dm ³ koncentrációjú EDTA mérőoldat készítése	31
Réz(II)ionok meghatározása.....	31
Kalciumionok meghatározása.....	31
Magnéziumionok meghatározása	32
Nikkelionok meghatározása	32
Kalcium- és magnéziumionok egymás melletti meghatározása	32
Ca ²⁺ és Mg ²⁺ -tartalom meghatározása egymás mellett (1. lehetőség)	33
Ca ²⁺ - és Mg ²⁺ -tartalom meghatározása egymás mellett (2. lehetőség)	33
Alumínium(III)ionok meghatározása.....	34
Ca ²⁺ meghatározása komplexometriás titrálással fluorexon – timolftalein indikátorkeverékkel.....	34
Oxidációs és redukciós mérések	35
Permanganometria	36
0,02 mol/dm ³ KMnO ₄ mérőoldat készítése	37

0,02 mol/dm ³ KMnO ₄ mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása	37
Nátrium-oxalát meghatározása permanganometrián	38
Hidrogén-peroxid meghatározása permanganometrián	39
Vas(II)-tartalom meghatározása KMnO ₄ -tal	40
Nitritionok meghatározása permanganometrián, fordított titrálással.....	40
Nitritionok meghatározása permanganometrián (2) (visszatitrálással).....	42
Jodometria	43
Na ₂ S ₂ O ₃ mérőoldat készítése.....	44
A 0,1 mol/dm ³ koncentrációjú Na ₂ S ₂ O ₃ mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása.....	45
Hidrogén-peroxid meghatározása jodometrián	45
Réz(II)ion meghatározása jodometrián.....	47
Aceton meghatározása jodometrián.....	48
Jodidionok meghatározása Winkler szerint.....	50
Gravimetria	51
Báriumionok meghatározása gravimetrián, BaSO ₄ formában.....	52
Vasionok meghatározása gravimetrián, Fe ₂ O ₃ formában.....	53
Ni ²⁺ meghatározása gravimetrián	55

Bevezetés

Korábbi tanulmányaink során megismerkedtünk a kémiai analitika azon területével (annak egy részével), amikor arra a kérdésre kerestük a választ, hogy milyen összetevők vannak egy adott mintában. Ez volt a minőségi analitika (**kvalitatív analízis**).

Ha már tudjuk a minta anyagi minőségét, sor kerülhet annak eldöntésére, hogy az egyes összetevőkből **mennyi** van a mintában.

Az alkotórészek mennyiségének, vagy mennyiségi arányainak meghatározásával a **mennyiségi elemzés, a kvantitatív analitika** foglalkozik.

Az mennyiségi analitika módszereit két nagy csoportra oszthatjuk:

ANALITIKA	
Klasszikus analitika	Műszeres analitika
Jellemzően az érzékszerveinket, elsősorban a látásunkat használjuk. Ritkábban a tapintásunkat, pl. a hőmérséklet közelítő megállapítására. Jellemző mérőeszközök a tömegmérés és a térfogatmérés eszközei.	Az érzékszerveinktől független jelenségek vizsgálatával állapítja meg a minták minőségét, az összetevők arányát. Ilyen pl. a minták elektrokémiai, fényelnyelési és egyéb tulajdonságai.

A klasszikus kvantitatív kémiai analízis módszerei közvetlenül, vagy közvetve, de mindig tömegmérésre vezethetők vissza. Tömegméréssel készülnek az analitikai minták. Végül soron tömegmérést használunk annak megállapítására, hogy a mérőadatainknak milyen a pontos koncentrációja. A tömeg pontos mérésén kívül nagy súlyt fektetünk a térfogat pontos mérésére is. A térfogatmérésre az analitikai kémiában speciális eszközöket: mérőlombikot, pipettát, bürettát használunk.

A klasszikus analitika minden esetben a mérendő anyag és a reagens között lejátszódó ismert reakciót használ, és ez a reakció adja az további számítás alapját. FONTOS tehát a reakciók pontos ismerete.

A klasszikus mennyiségi analitika két nagy területe a közvetlenül mért mennyiség alapján kerül meghatározásra:

Titrimetria (térfogatos analízis):

A meghatározás jellemző eszköze egy térfogatmérő (büretta), amely egy ismert összetételű oldatot, a mérőoldatot tartalmazza.

Gravimetria (Tömeg szerinti elemzés):

A meghatározás jellemző eszköze a tömeg nagy pontosságú mérését lehetővé tevő analitikai mérleg.

Mivel a kvantitatív analízis során az összetevők tömegét, térfogatát nagy pontossággal kell meghatározni, fontos a műveletek precíz, „analitikai pontosságú” végrehajtása. A bemérések, szűrések, egyéb műveletek során egyetlen milligramm sem vesztethető el! Munkánk során nagy hangsúlyt kell fektetni a tisztaságra, az adatok mérési füzetben történő folyamatos rögzítésére.

Titrimetria

Fogalmak:

Mérőoldat: ismert koncentrációjú oldat, amellyel az ismeretlen koncentrációjú oldat meghatározandó komponense reagál. A reakció teljes lejátszódásához tartozó térfogatból számoljuk ki a meghatározandó anyag mennyiségét.

Titralás: Térfogatos elemzés végrehajtása

Titralás eszközei: büretta (pontos, kifolyásra kalibrált, 10-25-50 cm³ 0,1 cm³ pontosság)
bürettaállvány és fogó
fehér csempe, (szükség szerint)
titraló lombik (Erlenmeyer-lombik)
hasas pipetta (pontos, egy vagy kétjelű)

Titrimetria:

A titralási folyamat egy ismert koncentrációjú mérőoldat lassan történő adagolását jelenti a meghatározandó/mérendő anyag oldatához mindaddig, amíg egy indikátornak nevezett jelzőfolyadék, vagy egy mérőberendezés azt nem mutatja, hogy a mért anyagot a mérőoldat kémiaiilag teljesen fel nem használta. Ezt a titralási pontot a titralás végpontjának nevezzük, a felhasznált mérőoldat mennyiséget pedig fogyásnak.

Egyenértékpont: A titralás végpontja. Sem a mérőoldat, sem a meghatározandó anyag nincs feleslegben. Az egyenértékpontban a rendszer valamely fizikai vagy kémiai tulajdonsága ugrásszerűen megváltozik. Pl. a pH, szín, stb.

Indikátor: Olyan anyag, amely az egyenértékpontot jelzi, pl. színváltozással

Ismerni kell:

1. A mérőoldat és a meghatározandó anyag között lejátszódó reakció legyen:
 - pillanatszerű
 - ismert
 - sztöchiometrikus
 - jelezhető a végpont
2. A mérőoldat koncentrációját
 - névleges koncentráció pl. $c_n = 0,1 \text{ mol/dm}^3$
 - pontos koncentráció pl. $c_p = 0,1015 \text{ mol/dm}^3$

Leggyakoribb titrimetriás módszerek:

- 1.1 Semlegesítés (sav-bázis titralás, acidi-alkalimetria)
- 1.2 Redoxi titralás
- 1.3 Komplexometriás titralás
- 1.4 Csapadékos titralás

Acidi-alkalimetria

Savak meghatározása lúgokkal, lúgok meghatározása savakkal.

A reakció lényege minden esetben a H^+ és az OH^- ionok között lejátszódó folyamat:



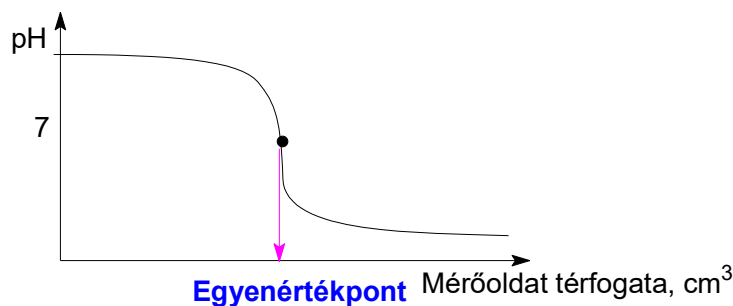
Acidimetria: A mérőoldat valamilyen sav. Jellemzően erős savakat használunk:
HCl, H_2SO_4

Alkalimetria: A mérőoldat valamilyen lúg. Jellemzően erős lúgokat használunk:
NaOH, KOH

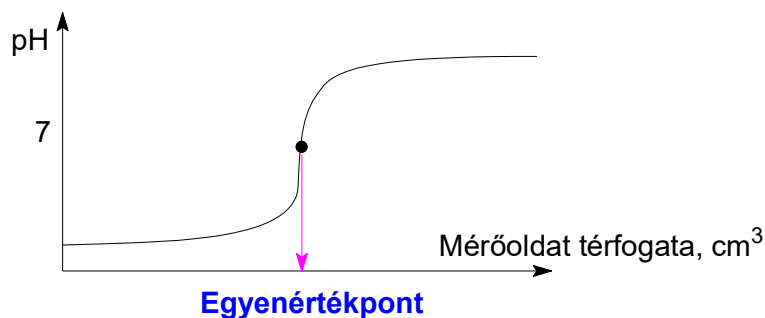
A reakció lejátszódásakor az oldat pH-ja folyamatosan változik, az egyenértékponthoz ez a változás hirtelen nagymértékű, ugrásszerű.

A folyamatot a titrálási görbével jellemezhetjük:

Titrálási görbe, ha a mérőoldat erős sav, a meghatározandó anyag erős bázis:

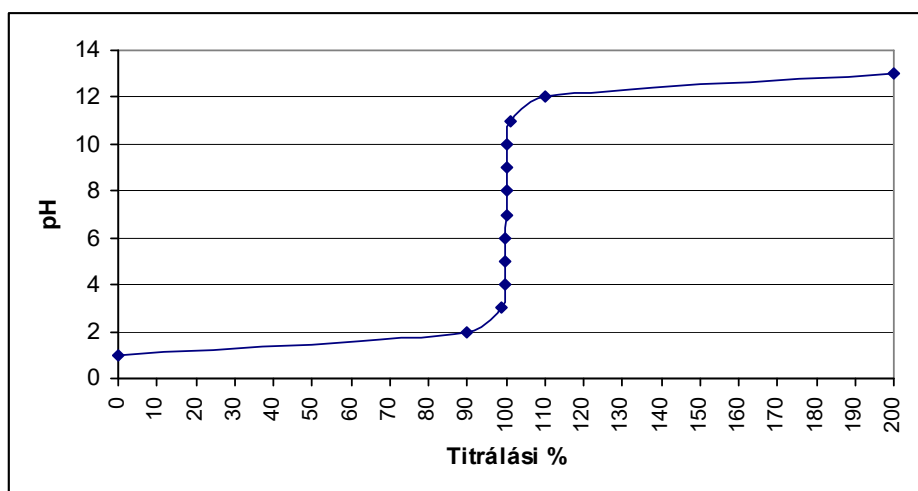


Titrálási görbe, ha a mérőoldat erős bázis, a meghatározandó anyag erős sav:



A fenti diagramokat számszerűen is alátámaszthatjuk. Induljunk ki egy $0,1 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú egyértékű savból, pl. sósavból. Ennek pH-ja 1. Ha 90%-os mértékű a titráltság, azaz az eredeti sav 10%-a nincs megtitrálva, akkor az eredeti sav koncentrációja tizedére csökken, pH-ja pedig egy egységet nő. Továbbiakban lásd a táblázatot:

Titrálási %	$c(H_3O^+)$	pH	Titrálási %	$c(H_3O^+)$	pH
0	10^{-1}	1	100,001	10^{-8}	8
90	10^{-2}	2	100,01	10^{-9}	9
99	10^{-3}	3	100,1	10^{-10}	10
99,9	10^{-4}	4	101	10^{-11}	11
99,99	10^{-5}	5	110	10^{-12}	12
99,999	10^{-6}	6	200	10^{-13}	13
100	10^{-7}	7			



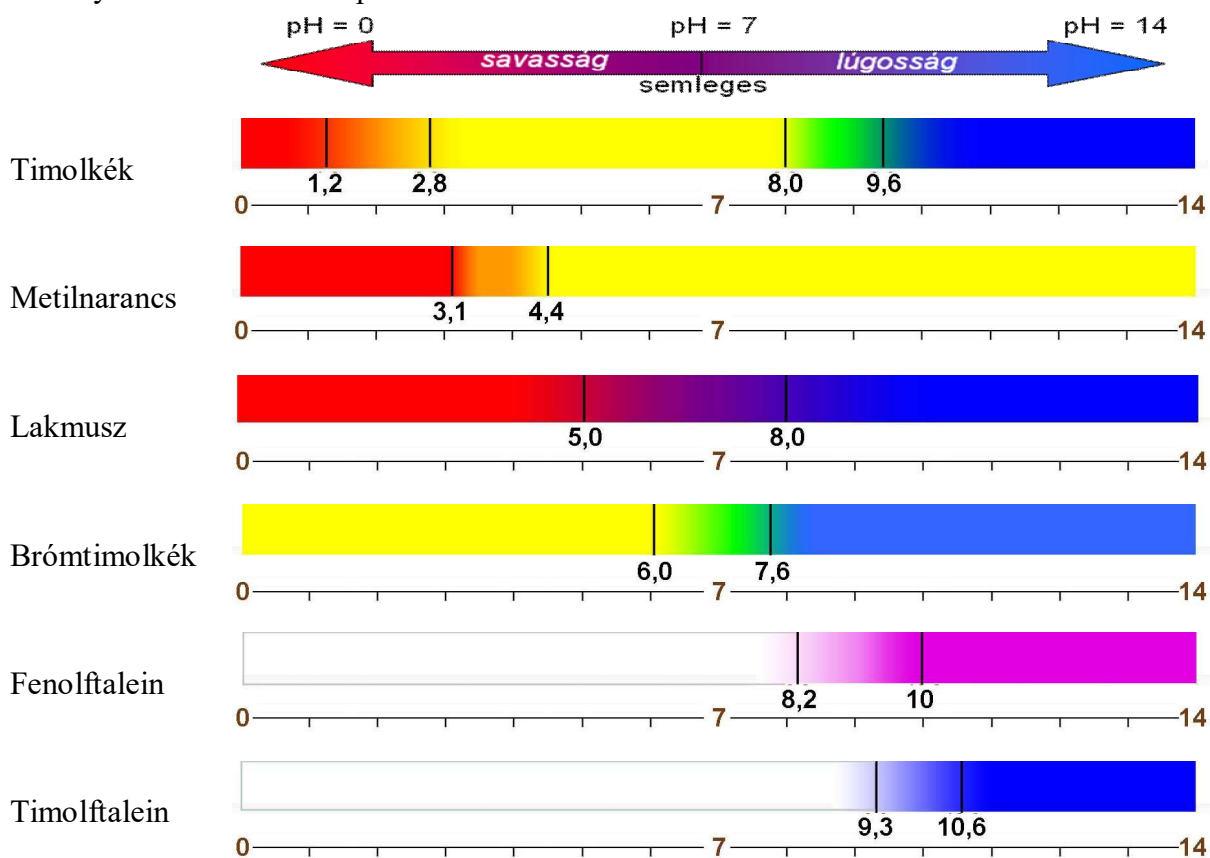
Látható, hogy az egyenértékponban a pH hirtelen, ugrásszerűen változik.

Az egyenértékponatot **indikátorral** jelezzük. Az sav-bázis indikátorok színe a pH-tól függ.

Gyakori indikátorok:

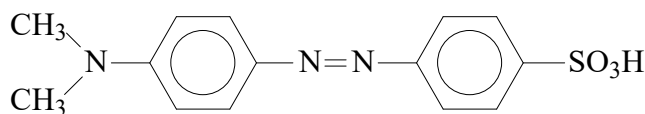
	savas közegben	lúgos közegben	átcsapási tartomány
metilnarancs	piros	sárga	3,1 – 4,4
metilvörös	piros	sárga	4,4 – 6,2
fenolftalein	színtelen	lila	8,1 – 9,5
timolftalein	színtelen	kék	9,5 – 10,5

Néhány indikátor színátcsapása:

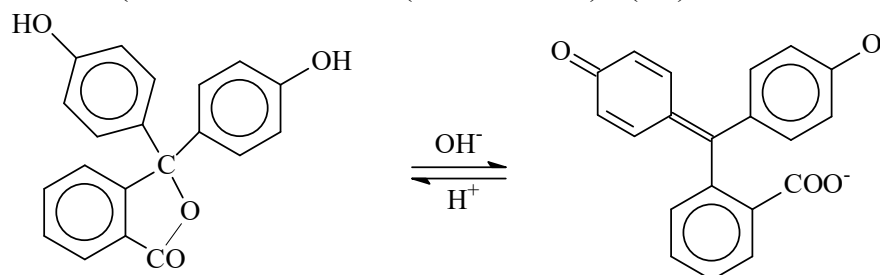


Mindig olyan indikátort kell választani, amelynek az átcsapási tartománya a titrálási görbe ugrás-szerű változáshoz tartozó szakaszába esik.

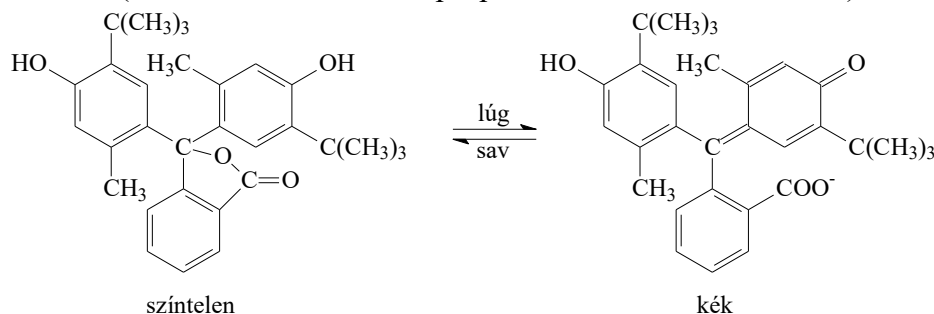
A sav-bázis indikátorok működése azon alapszik, hogy a szerkezete megváltozik egy adott pH-nál. Pl. a metilnarancs szerkezete:



A fenolftalein szerkezete (IUPAC név: 3,3-Bisz(4-hidroxifenil)-1(3H)-izobenzofuranon)



A timolftalein szerkezete (IUPAC név: 5',5''-diizopropil-2',2''-dimetil-fenolftalein)



A sósav mérőoldat készítése

A cc. sósavból pontos koncentrációjú mérőoldat hígítással nem készíthető mert a cc.HCl összetétele változó, a HCl illékony. Névleges koncentrációjú oldat azonban készíthető.

Feladat: Hány cm^3 cc. sósavat kell kimérni 1 dm^3 $0,1 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú sósav készítéséhez? A tömény sósav $w = 37\%$ -os, melynek sűrűsége $1,185 \text{ g/cm}^3$.

$$V(\text{HCl}) = 1 \text{ dm}^3$$

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

$$n(\text{HCl}) = c \cdot V = 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 1 \text{ dm}^3 = 0,1 \text{ mol}$$

$$m(\text{HCl}) = n \cdot M = 0,1 \text{ mol} \cdot 36,5 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 3,65 \text{ g HCl}$$

$$100 \text{ g sósavban van } 37 \text{ g HCl}$$

$$x \text{ g sósavban van } 3,65 \text{ g HCl}$$

$$x = \frac{3,65}{37} \cdot 100 = 9,86 \text{ g}$$

$$V(\text{ccHCl}) = \frac{m}{\rho} = \frac{9,86}{1,185} = 8,3 \text{ cm}^3.$$

A gyakorlatban ennél kicsit többet kell kimérni, mert a cc. sósav koncentrációja a ráírt adathoz képest kisebb. Célszerű kimérés: $\approx 8,8 \text{ cm}^3$.

A sósav mérőoldat pontos koncentrációjának megállapítása

Szükség van olyan anyagra, amely segítségével megállapítható a sósav pontos koncentrációja.

Követelmények: – pillanatszerűen reagáljon a mérőoldattal
– egyirányú és sztöchiometrikus legyen a reakció
– reakció ismert legyen
– végpont jelezhető legyen
– tisztán álljon rendelkezésre,
– levegőn állandó legyen, azaz ne reagáljon a levegő oxigénjével, ne legyen nedvszívó, stb.

Az ilyen anyagot **titeranyag**nak nevezzük.

Sósav mérőoldat titeranyaga a KHCO_3 .

Reakció: $\text{KHCO}_3 + \text{HCl} = \text{KCl} + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2$
1 mol KHCO_3 1 mol sósavval egyenértékű.

Számítsuk ki, hogy hány gramm KHCO_3 -ot kell bemérni ahhoz, hogy a névlegesen $0,1 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú sósavból a várható fogyás 20 cm^3 legyen!

$$V(\text{HCl}) = 20 \text{ cm}^3 = 0,02 \text{ dm}^3$$
$$c_n(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$$

$$n(\text{HCl}) = c \cdot V = 0,1 \text{ mol/dm}^3 \cdot 0,02 \text{ dm}^3 = 0,002 \text{ mol}$$

$$n(\text{KHCO}_3) = n(\text{HCl}) = 0,002 \text{ mol}$$

$$m(\text{KHCO}_3) = n \cdot M = 0,002 \text{ mol} \cdot 100,12 \text{ g/mol} = 0,2 \text{ g}$$

Számítsuk ki, hogy mennyi a sósav mérőoldat pontos koncentrációja, ha $0,1986 \text{ g}$ KHCO_3 bemérésre $19,2 \text{ cm}^3$ mérőoldat fogyott!

$$n(\text{KHCO}_3) = \frac{m}{M} = \frac{0,1986}{100,12} = 0,001984 \text{ mol}$$

$$n(\text{KHCO}_3) = n(\text{HCl}) = 0,001984 \text{ mol}$$

$$c_p(\text{HCl}) = \frac{n}{V} = \frac{0,001984}{0,0192} = 0,1033 \text{ mol/dm}^3$$

0,1 mol/dm³ sósav mérőoldat készítése

Egy tisztára mosott és ioncserélt vízzel kiöblített 1 dm^3 -es mérőlombikba kevés ioncserélt vizet töltünk, és fülke alatt belemérünk $8,8 \text{ cm}^3$ cc.HCl-at.

Ioncserélt vízzel feltöltjük a mérőlombikot, jelre állítjuk és homogenizáljuk.

Egy előzetesen tisztára mosott folyadéküvegbe áttöltjük.

Felíratozzuk az üveget. $0,1 \text{ mol/dm}^3$ HCl; Név, osztály, laborszám, készítés dátuma.

Sósav mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása

- Analitikai mérlegen visszaméréssel kimérünk 3 Erlenmeyer-lombikba $0,2 \text{ g}$ körüli KHCO_3 -ot.
- Az Erlenmeyer-lombikba $50\text{-}80 \text{ cm}^3$ ioncserélt vizet töltünk.

- A bürettát vízzel, majd ioncserélt vízzel kimossuk, háromszor kevés (10-10 cm³) mérőoldattal átöblítjük, majd feltöltjük.
- A KHCO₃-ot tartalmazó Erlenmeyer-lombikokba 3–3 csepp metilnarancs indikátort teszünk. Ekkor az oldat színe sárga lesz. Átmeneti színre (hagymahéj szín) titráljuk. Túltitrálás esetén az oldat vörös lesz.
- A legkisebb beméréssel érdemes kezdeni a titrálást.
- Feljegyezzük a fogyásokat, majd kiszámítjuk a három fogyásból és a hozzájuk tartozó bemérésekből a koncentrációkat.
- A mérési adatokat és a számításokat táblázatba rendezzük:

	$m(\text{KHCO}_3)$ [g]	Fogyás [cm ³]	$n(\text{KHCO}_3)$ [mol]	$c(\text{HCl})$ [mol/dm ³]
1.				
2.				
3.				

- Ha mindhárom koncentráció közel azonos, a három adat átlaga lesz a pontos koncentráció.
- Ha a három koncentráció közül az egyik nagyon eltér, de a másik kettő közel van, akkor a két közeli adat átlaga lesz a pontos koncentráció.
- Ha mindhárom koncentráció között túl nagy az eltérés, akkor kezdjük előlről a munkát!

Készítsük el a jegyzőkönyvet!

Megjegyzés: Ez a feladat nem kerül értékelésre, csak a sósav mérőoldattal készült első meghatározás.

Példa a $c_p(\text{HCl})$ meghatározásra:

	$m(\text{KHCO}_3)$ [g]	Fogyás [cm ³]	$n(\text{KHCO}_3)$ [mol]	$c(\text{HCl})$ [mol/dm ³]
1.	0,2022	20,8	0,002020	0,09710
2.	0,1989	19,6	0,001987	0,10136
3.	0,2102	21,5	0,002099	0,09765

Látható, hogy a 2. mérésből számított koncentráció jelentősen eltér a többitől. Az 1. és 3. mérésből számított koncentrációk közel azonosak, ezért a pontos koncentráció ezek átlaga lesz:

$$c_p(\text{HCl}) = \frac{0,09710 + 0,09765}{2} = 0,09738 \text{ mol/dm}^3.$$

Megjegyzés: Kérdés, hogy mi számít „jelentős” eltérésnek? Erre pontos statisztikai szabályok, számítások vonatkoznak. Általában elmondható, hogy a pontos koncentráció meghatározásakor a párhuzamos mérések során a 3. értékes jegyben lehet még eltérés.

NaOH-tartalom meghatározása sósav mérőoldattal

- Beadunk 1 db tiszta és ioncserélt vízzel átöblített, 200–250 cm³-es felcímkézett mérőlombikot. (laborszám, NaOH)
- A lombikot ioncserélt vízzel jelre töltjük és homogenizáljuk.
- Előkészítünk 3 db Erlenmeyer-lombikot, melyekbe 20-25 cm³ mintát pipettázunk.
- Pipettázás után ioncserélt vízzel körbemossuk a lombikot.
- Hozzáadunk 3 csepp metilnarancs indikátort. Ekkor az oldat színe sárga lesz.
- Ismert koncentrációjú sósav mérőoldattal átmeneti színig titráljuk. (Hagymahéj szín)
- Kiszámítjuk a törzsoldatban lévő NaOH tömegét grammban.

Megjegyzés: A lúgot tartalmazó mérőlombikot munka után azonnal gondosan mossuk el, mert a csiszolatos eszközöket a lúg megtámadja, a csiszolatos dugó beragad, és nem lehet a dugót a lombikból kivenni! Ez természetesen minden csiszolatos eszközre érvényes!

Ha a három titrálás fogyása jelentősen eltér, (nagyobb, mint $0,2 \text{ cm}^3$), akkor további titrálásokat végzünk. Három egyező titrálási eredményünk legyen! Ez azt jelenti, hogy a fogyások a megengedhető hibahatáron belül egyeznek.

Mintafeladat

Mérőlombik térfogata: $250,0 \text{ cm}^3$

Pipetta térfogata: $20,0 \text{ cm}^3$

$c_p(\text{HCl}) = 0,09784 \text{ mol/dm}^3$

Fogyások: $V_1 = 18,5 \text{ cm}^3$

$V_2 = 18,4 \text{ cm}^3$

$V_3 = 18,4 \text{ cm}^3$

$M(\text{NaOH}) = 40,00 \text{ g/mol}$

Az átlagfogyás: $\bar{V} = \frac{18,5 + 18,4 + 18,4}{3} = 18,43 \text{ cm}^3 = 0,01843 \text{ dm}^3$

Reakcióegyenlet: $\text{HCl} + \text{NaOH} = \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$

1 mol HCl 1 mol NaOH-ot mér.

1. lépés: Kiszámítjuk a mérőoldatban a HCl anyagmennyiségét:

$$n(\text{HCl}) = c_p(\text{HCl}) \cdot \bar{V} = 0,09784 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 0,01843 \text{ dm}^3 = 0,0018032 \text{ mol}$$

2. lépés: Meghatározzuk a NaOH anyagmennyiségét:

A reakcióegyenlet alapján 1 mol HCl 1 mol NaOH-ot mér.

$$n(\text{NaOH}) = n(\text{HCl}) = 0,0018032 \text{ mol}$$

Ennyi NaOH van az Erlenmeyer-lombikba kipipettázott és sósavval megtitrált mintában.

3. lépés: Kiszámítjuk, hogy mennyi NaOH van a törzsoldatban:

$$n(\text{összes NaOH}) = \frac{V(\text{mérőlombik})}{V(\text{pipetta})} \cdot n(\text{NaOH}) =$$

$$n(\text{összes NaOH}) = \frac{250 \text{ cm}^3}{20 \text{ cm}^3} \cdot 0,0018032 \text{ mol} = 0,02254 \text{ mol}$$

4. lépés: Kiszámítjuk, hogy a törzsoldat hány gramm NaOH-ot tartalmaz:

$$m(\text{NaOH}) = n(\text{összes NaOH}) \cdot M(\text{NaOH}) = 0,02254 \text{ mol} \cdot 40,00 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = \mathbf{0,9016 \text{ g}}$$

Szilárd minta NaOH-tartalmának meghatározása

A meghatározás alapja azonos az előző feladattal. Az eltérés csak abban van, hogy a mintát szilárd állapotban kell bemérni, és törzsoldatot kell belőle készíteni. Az eredményt tömegszázalékban adjuk meg.

- Lefedett bemérő edényben, analitikai mérlegen kimérünk kb. 0,9 – 1,1 gramm NaOH mintát.
- A mintát egy 200-250 cm³-es mérőlombikba mossuk (analitikai pontossággal!)
- A mérőlombikot ioncserélt vízzel jelig töltjük és homogenizáljuk.
- A mérőlombikot feliratozzuk, (laborszám, NaOH), majd beadjuk kivételre.
- A visszakapott mérőlombikot ismét jelig töltjük, homogenizáljuk.

Ettől a ponttól kezdve az előző feladatban leírtak szerint járunk el.

- Előkészítünk 3 db Erlenmeyer-lombikot, melyekbe 20-25 cm³ törzsoldatot pipetázunk.
- Pipetázás után ioncserélt vízzel körbemossuk a lombikot.
- Hozzáadunk 3 csepp metilnarancs indikátort. Ekkor az oldat színe sárga lesz.
- Ismert koncentrációjú sósav mérőoldattal átmeneti színig titráljuk. (Hagymahéj szín)
- Kiszámítjuk a törzsoldatban lévő NaOH tömegét grammban, majd a bemérést is figyelembe véve az eredményt tömegszázalékban adjuk meg.

Mintafeladat

Bemért NaOH minta tömege: 1,2022 g

Fogyások: $V_1 = 20,5 \text{ cm}^3$ $V_2 = 20,4 \text{ cm}^3$ $V_3 = 20,3 \text{ cm}^3$ $c_p = 0,1097 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3}$

$M(\text{NaOH}) = 40,00 \text{ g/mol}$

Az átlagfogyás: $\bar{V} = \frac{20,5 + 20,4 + 20,3}{3} = 20,40 \text{ cm}^3 = 0,0204 \text{ dm}^3$

Reakcióegyenlet: $\text{HCl} + \text{NaOH} = \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$

1 mol HCl 1 mol NaOH-ot mér.

1. lépés: Kiszámítjuk a mérőoldatban a HCl anyagmennyiségét:

$$n(\text{HCl}) = c_p(\text{HCl}) \cdot \bar{V} = 0,1097 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 0,0204 \text{ dm}^3 = 0,002238 \text{ mol}$$

2. lépés: Meghatározzuk a NaOH anyagmennyiségét:

A reakcióegyenlet alapján 1 mol HCl 1 mol NaOH-ot mér.

$$n(\text{NaOH}) = n(\text{HCl}) = 0,002238 \text{ mol}$$

Ennyi NaOH van az Erlenmeyer-lombikba kipipetázott és sósavval megtitrált mintában.

3. lépés: Kiszámítjuk, hogy mennyi NaOH van a törzsoldatban:

$$n(\text{összes NaOH}) = \frac{V(\text{mérőlombik})}{V(\text{pipetta})} \cdot n(\text{NaOH}) =$$

$$n(\text{összes NaOH}) = \frac{200 \text{ cm}^3}{20 \text{ cm}^3} \cdot 0,002238 \text{ mol} = 0,02238 \text{ mol}$$

4. lépés: Kiszámítjuk, hogy a törzsoldat hány gramm NaOH-ot tartalmaz:

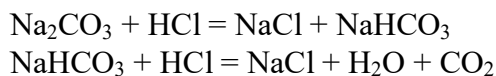
$$m(\text{NaOH}) = n(\text{összes NaOH}) \cdot M(\text{NaOH}) = 0,02238 \text{ mol} \cdot 40,00 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 0,8951 \text{ g}$$

5. lépés: Kiszámítjuk, hogy a bemért mintának a hány százalék a NaOH-tartalma:

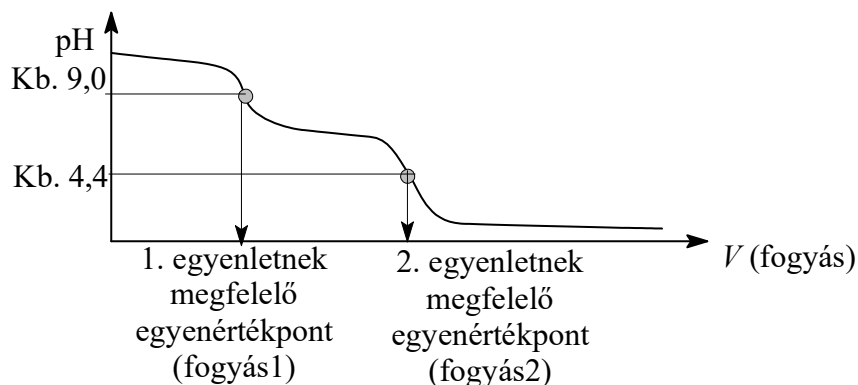
$$w(\text{NaOH}) = \frac{0,8951}{1,2022} \cdot 100 = \mathbf{74,46\%}$$

Szilárd minta nátrium-karbonát tartalmának meghatározása

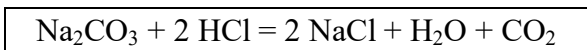
A nátrium-karbonát lúgosan hidrolizáló só, amely a sósavval két lépésben reagál:



Ennek megfelelően a titrálási görbe is két lépcsőt tartalmaz:



Az összesített reakcióegyenlet:



Határozzuk meg, hogy hány gramm vízmentes Na-karbonátot kell bemérni a meghatározáshoz!

Mérőlombik térfogata: 200 cm^3

Pipetta térfogata: $25,0 \text{ cm}^3$

Ez a legszélsőségesebb mérőlombik/pipetta arány ahhoz, hogy a fogyás 20 cm^3 -en belül legyen.

$c_p(\text{HCl}) = 0,100 \text{ mol/dm}^3$

A várható fogyás 20 cm^3 legyen!

Megoldás:

$$n(\text{HCl}) = c_p(\text{HCl}) \cdot \bar{V} = 0,100 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 0,02 \text{ dm}^3 = 0,002 \text{ mol}$$

$$n(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,5 \cdot n(\text{HCl}) = 0,5 \cdot 0,002 = 0,001 \text{ mol}$$

$$m(\text{Na}_2\text{CO}_3) = n \cdot M = 0,001 \text{ mol} \cdot 106 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 0,106 \text{ g}$$

$$m(\text{összes Na}_2\text{CO}_3) = 0,106 \text{ g} \cdot \frac{200}{25} = 0,8480 \text{ g}$$

Megjegyzés:

Kristályvizes só esetén a maximálisan bemérhető tömeg: $0,8480 \cdot \frac{286}{106} = 2,288 \text{ g Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}$

Meghatározás menete:

- Bemérő edényben, analitikai mérlegen kimérünk kb. 0,9 – 1,1 gramm vízmentes Na_2CO_3 mintát.
- A mintát egy $200\text{-}250 \text{ cm}^3$ -es mérőlombikba mossuk (analitikai pontossággal!)
- A mérőlombikot ioncserélt vízzel jelig töltjük és homogenizáljuk.
- A mérőlombikot feliratozzuk, (laborszám, Na_2CO_3), majd beadjuk kivételre.

- A visszapakott mérőlombikot ismét jelig töltjük, homogenizáljuk.
- Előkészítünk 3 db Erlenmeyer-lombikot, melyekbe 20-25 cm³ mintát pipettázunk.
- Pipettázás után ioncserélt vízzel körbemoszuk a lombikot.
- Hozzáadunk 3 csepp metilnarancs indikátort.
- Ismert koncentrációjú sósav mérőoldattal átmeneti színig titráljuk. (Hagymahéj szín)
- Kiszámítjuk a törzsoldatban lévő Na₂CO₃ tömegét grammban, majd a bemérést is figyelembe véve az eredményt tömegszázalékban adjuk meg.

Mintafeladat

Bemért Na₂CO₃ minta tömege: 1,3955 g

Mérőlombik térfogata: 250 cm³

Pipetta térfogata: 25,0 cm³

$c_p(\text{HCl}) = 0,1044 \text{ mol/dm}^3$

Fogyások: $V_1 = 21,5 \text{ cm}^3$

$V_2 = 21,4 \text{ cm}^3$

$V_3 = 21,3 \text{ cm}^3$

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

Az átlagfogyás: $\bar{V} = \frac{21,5 + 21,4 + 21,3}{3} = 21,40 \text{ cm}^3 = 0,0214 \text{ dm}^3$

Reakcióegyenlet: $\text{Na}_2\text{CO}_3 + 2 \text{HCl} = 2 \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2$

1 mol HCl 0,5 mol Na₂CO₃-ot mér.

1. lépés: Kiszámítjuk a mérőoldatban a HCl anyagmennyiségét:

$$n(\text{HCl}) = c_p(\text{HCl}) \cdot \bar{V} = 0,1044 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 0,0214 \text{ dm}^3 = 0,002234 \text{ mol}$$

2. lépés: Meghatározzuk a Na₂CO₃ anyagmennyiségét:

A reakcióegyenlet alapján 1 mol HCl 0,5 mol Na₂CO₃-ot mér.

$$n(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,5 \cdot n(\text{HCl}) = 0,001117 \text{ mol}$$

Ennyi Na₂CO₃ van az Erlenmeyer-lombikba kipipettázott és sósavval megtitrált mintában.

3. lépés: Kiszámítjuk, hogy mennyi Na₂CO₃ van a törzsoldatban:

$$n(\text{összes Na}_2\text{CO}_3) = \frac{V(\text{mérőlombik})}{V(\text{pipetta})} \cdot n(\text{Na}_2\text{CO}_3) =$$

$$n(\text{összes Na}_2\text{CO}_3) = \frac{250 \text{ cm}^3}{25 \text{ cm}^3} \cdot 0,001117 \text{ mol} = 0,01117 \text{ mol}$$

4. lépés: Kiszámítjuk, hogy a törzsoldat hány gramm Na₂CO₃-ot tartalmaz:

$$m(\text{Na}_2\text{CO}_3) = n(\text{összes Na}_2\text{CO}_3) \cdot M(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,01117 \text{ mol} \cdot 106,0 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 1,1841 \text{ g}$$

5. lépés: Kiszámítjuk, hogy a bemért mintának a hány százalék a Na₂CO₃-tartalom:

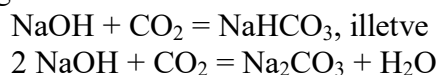
$$w(\text{Na}_2\text{CO}_3) = \frac{1,1841}{1,3955} \cdot 100 = \mathbf{84,85\%}$$

Savak meghatározása lúg mérőoldattal

Savak titrimetriás meghatározásához lúg mérőoldatot használunk. Leggyakoribb mérőoldat a NaOH, de pl. a KOH-ból is készíthetünk mérőoldatot.

NaOH mérőoldat készítése

A szilárd NaOH-ból pontos koncentrációjú mérőoldat beméréssel nem készíthető mert a szilárd NaOH összetétele nem állandó. A NaOH ugyanis nedvszívó, azaz a levegő nedvességtartalmát megköti. Az ilyen anyagot szakkifejezéssel higroszkóposnak nevezzük. Ezen kívül a NaOH a levegőből a CO₂-t megköti és karbonátosodik:



Névleges koncentrációjú oldat azonban készíthető.

Feladat: Hány gramm NaOH-ot kell kimérni 1 dm³ 0,1 mol/dm³ koncentrációjú NaOH-oldat készítéséhez? A NaOH moláris tömege 40,00 g/mol.

$$n(\text{NaOH}) = c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) = 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 1 \text{ dm}^3 = 0,1 \text{ mol}$$

$$m(\text{NaOH}) = n(\text{NaOH}) \cdot M(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol} \cdot 40 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 4,0 \text{ g}$$

A gyakorlatban – számítva arra, hogy a bemért NaOH nem tiszta, pl. nedvességet tartalmaz – mindig kb. 5%-kal többet kell bemérni. Jelen esetben tehát kb. 4,2 gramm legyen a bemérés!

A mérőoldat készítése:

- Bemérünk gyorsmérlegben egy lezárt bemérő edényben 4,1–4,2 g NaOH-ot.
- A szilárd NaOH-ot kis főzőpohárba tesszük, és ioncserélt vízben feloldjuk.
- 1 literes mérőlombikba bemosó tölcserrel átmoszuk.
- Jelig töltjük, és homogenizáljuk az oldatot.
- Egy tiszta, fehér felcímkézett folyadéküvegbe öntjük.

Mivel az így elkészített oldat koncentrációja nem pontos, szükséges annak meghatározása.

NaOH mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása (I.)

A pontos koncentráció meghatározása történhet ismert koncentrációjú sósavval.

- A bürettát feltöltjük a NaOH mérőoldattal.
- A sósav mérőoldatból kipipettázunk 3 Erlenmeyer-lombikba 20-25 cm³-t.
- Körbemoszuk ioncserélt vízzel és hozzáadunk 3 csepp metilnarancs indikátort. Az oldat ekkor piros színű lesz.
- A NaOH mérőoldattal átmeneti színig (hagymahéj szín) titráljuk.
- Három egyező titrálást végzünk. Feljegyezzük a fogyásokat, és kiszámítjuk a NaOH oldat koncentrációját.

Mintafeladat

$$V(\text{pipetta}) = 25 \text{ cm}^3$$

$$c(\text{HCl}) = 0,1042 \text{ mol/dm}^3$$

$$\text{Fogyások: } V_1 = 24,5 \text{ cm}^3$$

$$V_2 = 24,4 \text{ cm}^3$$

$$V_3 = 24,4 \text{ cm}^3$$

$$\text{Átlagfogyás: } \bar{V} = 24,43 \text{ cm}^3$$

$$n(\text{HCl}) = c_p(\text{HCl}) \cdot \bar{V} = 0,1042 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 0,02443 \text{ dm}^3 = 0,002546 \text{ mol}$$

$$n(\text{NaOH}) = n(\text{HCl}) = 0,002546 \text{ mol}$$

$$c(\text{NaOH}) = \frac{n(\text{NaOH})}{V(\text{NaOH})} = \frac{0,002546 \text{ mol}}{0,025 \text{ dm}^3} = 0,1018 \text{ mol/dm}^3$$

Sósav meghatározása erős bázissal

A titrálási görbe egyenértékpontja $\text{pH} = 7$, $[\text{H}_3\text{O}^+] = [\text{OH}^-]$

Mérőoldat: NaOH

Indikátor: metilnarancs, metilvörös,

HCl-tartalom meghatározása NaOH mérőoldattal

- Beadunk 1 db tiszta és ioncserélt vízzel átöblített, 200-250 cm³-es felcímkézett mérőlombikot. (laborszám, HCl)
- A lombikot ioncserélt vízzel jelre töltjük és homogenizáljuk.
- Előkészítünk 3 db Erlenmeyer-lombikot, melyekbe 20-25 cm³ mintát pipettázunk.
- Pipettázás után ioncserélt vízzel körbemossuk a lombikot.
- Hozzáadunk 3 csepp metilnarancs indikátort. Ekkor az oldat színe piros lesz.
- Ismert koncentrációjú NaOH mérőoldattal átmeneti színig titráljuk. (Hagymahéj szín)
- Kiszámítjuk a törzsoldatban lévő HCl tömegét grammban.

Mintafeladat

Mérőlombik térfogata: 250 cm³

Pipetta térfogata: 20,0 cm³

$$c_p(\text{NaOH}) = 0,1098 \text{ mol/dm}^3$$

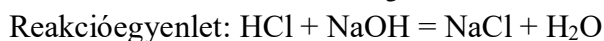
$$\text{Fogyások: } V_1 = 19,5 \text{ cm}^3$$

$$V_2 = 19,4 \text{ cm}^3$$

$$V_3 = 19,4 \text{ cm}^3$$

$$M(\text{HCl}) = 36,48 \text{ g/mol}$$

$$\text{Az átlagfogyás: } \bar{V} = \frac{19,5 + 19,4 + 19,4}{3} = 19,43 \text{ cm}^3 = 0,01943 \text{ dm}^3$$



1 mol NaOH 1 mol HCl-ot mér.

1. lépés: Kiszámítjuk a mérőoldatban a NaOH anyagmennyiségét:

$$n(\text{NaOH}) = c_p(\text{NaOH}) \cdot \bar{V} = 0,1098 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 0,01943 \text{ dm}^3 = 0,002133 \text{ mol}$$

2. lépés: Meghatározzuk a HCl anyagmennyiségét:

A reakcióegyenlet alapján 1 mol HCl 1 mol NaOH-ot mér.

$$n(\text{NaOH}) = n(\text{HCl}) = 0,002133 \text{ mol}$$

Ennyi HCl van az Erlenmeyer-lombikba kipipettázott és sósavval megtitrált mintában.

3. lépés: Kiszámítjuk, hogy mennyi HCl van a törzsoldatban:

$$n(\text{összes HCl}) = \frac{V(\text{mérőlombik})}{V(\text{pipetta})} \cdot n(\text{HCl})$$

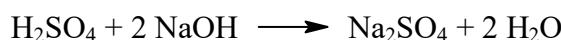
$$n(\text{összes HCl}) = \frac{250 \text{ cm}^3}{20 \text{ cm}^3} \cdot 0,002133 \text{ mol} = 0,02667 \text{ mol}$$

4. lépés: Kiszámítjuk, hogy a törzsoldat hány gramm NaOH-ot tartalmaz:

$$m(\text{HCl}) = n(\text{összes HCl}) \cdot M(\text{HCl}) = 0,02667 \text{ mol} \cdot 36,45 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = \mathbf{0,9720 \text{ g}}$$

cc. Kénsav meghatározása NaOH mérőoldattal

A kénsav kétértékű, erős sav, amely erős bázissal egy lépésben meghatározható.



Használandó indikátor: metilvörös

cc. Kénsav maximális bemérésének számítása

Számítsuk ki, hogy maximum hány gramm $w = 96\%$ -os kénsavat szabad bemérni egy 200 cm^3 -es mérőlombikba ahhoz, hogy a törzsoldat 20 cm^3 -es részleteit titrálva a fogyás 20 cm^3 legyen. A NaOH mérőoldat koncentrációja $0,1000 \text{ mol/dm}^3$.

Reakcióegyenlet: $\text{H}_2\text{SO}_4 + 2 \text{NaOH} = \text{Na}_2\text{SO}_4 + 2 \text{H}_2\text{O}$

1. lépés: Kiszámítjuk a fogyásnak megfelelő térfogatú mérőoldatban a NaOH anyagmennyiségét:

$$n(\text{NaOH}) = c_p(\text{NaOH}) \cdot \bar{V} = 0,100 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 0,02 \text{ dm}^3 = 0,002 \text{ mol}$$

2. lépés: Meghatározzuk a H_2SO_4 anyagmennyiségét:

A reakcióegyenlet alapján 1 mol NaOH 0,5 mol H_2SO_4 -at mér.

$$n(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \cdot n(\text{NaOH}) = 0,5 \cdot 0,002 = 0,001 \text{ mol}$$

Ennyi H_2SO_4 legyen az Erlenmeyer-lombikba kipipettázott és NaOH-dal megtitrált mintában!

3. lépés: Kiszámítjuk, hogy mennyi H_2SO_4 van a törzsoldatban:

$$n(\text{összes H}_2\text{SO}_4) = \frac{V(\text{mérőlombik})}{V(\text{pipetta})} \cdot n(\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{200 \text{ cm}^3}{20 \text{ cm}^3} \cdot 0,001 \text{ mol} = 0,01 \text{ mol}$$

4. lépés: Kiszámítjuk, hogy a törzsoldat hány gramm H_2SO_4 -ot tartalmaz:

$$m(\text{H}_2\text{SO}_4) = n(\text{összes H}_2\text{SO}_4) \cdot M(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,01 \text{ mol} \cdot 98,10 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 0,981 \text{ g}$$

5. lépés: Kiszámítjuk, hogy ez hány gramm 96% -os kénsavnak felel meg:

$$m(w = 96\% \text{-os H}_2\text{SO}_4) = \frac{0,981}{0,96} = 1,022 \text{ g}$$

Meghatározás menete

- Az analitikai mérlegre egy Petri-csészét teszünk. Erre rátesszük a tiszta, száraz(!) bemérő edényt. Az analitikai mérleg tárazása után belecseppentjük a kb. 1–1,2 gramm cc. kénsavat.
- Egy 200-250 cm³-es mérőlombikba kevés ioncserélt vizet töltünk, és a bemért kénsavat át-mossuk a mérőlombikba.
- A lombikot ioncserélt vízzel jelre töltjük és homogenizáljuk.
- A lombikot beadjuk kivételre, majd újra jelig töltjük, homogenizáljuk.
- Előkészítünk 3 db Erlenmeyer-lombikot, melyekbe 20-25 cm³ mintát pipetázunk.
- Pipetázás után ioncserélt vízzel körbemossuk a lombikot.
- Hozzáadunk 3 csepp metilvörös indikátort. Ekkor az oldat színe piros lesz.
- Ismert koncentrációjú NaOH mérőoldattal átmeneti színig titráljuk.
- Kiszámítjuk a minta kénsavtartalmát tömegszázalékban.

cc. Kénsav meghatározásának számítása

Bemért kénsav tömege: 1,6011 g

$V(\text{mérőlombik}) = 250 \text{ cm}^3$

$V(\text{pipetta}) = 20,0 \text{ cm}^3$

Fogyások: $V_1 = 22,5 \text{ cm}^3$

$V_2 = 22,4 \text{ cm}^3$

$V_3 = 22,3 \text{ cm}^3$

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

$M(\text{H}_2\text{SO}_4) = 98,10 \text{ g/mol}$

Az átlagfogyás: $\bar{V} = \frac{22,5 + 22,4 + 22,3}{3} = 22,40 \text{ cm}^3 = 0,0224 \text{ dm}^3$

Reakcióegyenlet: $\text{H}_2\text{SO}_4 + 2 \text{ NaOH} = \text{Na}_2\text{SO}_4 + 2 \text{ H}_2\text{O}$

1 mol NaOH 0,5 mol H₂SO₄-at mér.

1. lépés: Kiszámítjuk a mérőoldatban a NaOH anyagmennyiségét:

$$n(\text{NaOH}) = c_p(\text{NaOH}) \cdot \bar{V} = 0,1025 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 0,0224 \text{ dm}^3 = 0,002296 \text{ mol}$$

2. lépés: Meghatározzuk a H₂SO₄ anyagmennyiségét:

A reakcióegyenlet alapján 1 mol NaOH 0,5 mol H₂SO₄-at mér.

$$n(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \cdot n(\text{NaOH}) = 0,5 \cdot 0,002296 = 0,001148 \text{ mol}$$

Ennyi H₂SO₄ van az Erlenmeyer-lombikba kipipetázott és NaOH-dal megtrált min-tában.

3. lépés: Kiszámítjuk, hogy mennyi H₂SO₄ van a törzsoldatban:

$$n(\text{összes H}_2\text{SO}_4) = \frac{V(\text{mérőlombik})}{V(\text{pipetta})} \cdot n(\text{H}_2\text{SO}_4) =$$

$$n(\text{összes H}_2\text{SO}_4) = \frac{250 \text{ cm}^3}{20 \text{ cm}^3} \cdot 0,001148 \text{ mol} = 0,01435 \text{ mol}$$

4. lépés: Kiszámítjuk, hogy a törzsoldat hány gramm H₂SO₄-ot tartalmaz:

$$m(\text{H}_2\text{SO}_4) = n(\text{összes H}_2\text{SO}_4) \cdot M(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,01435 \text{ mol} \cdot 98,10 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 1,4077 \text{ g}$$

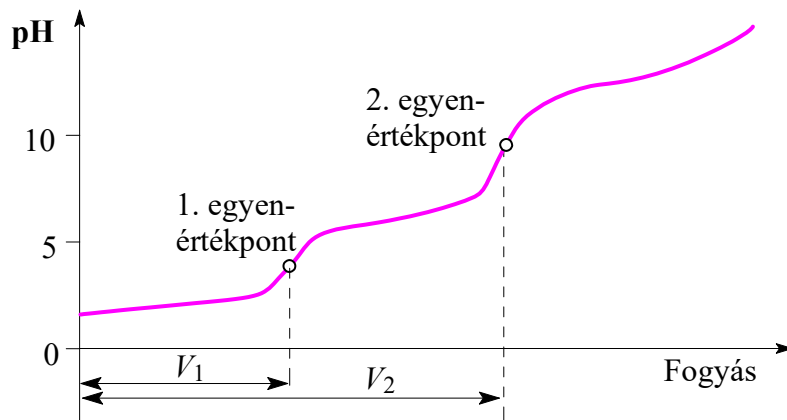
5. lépés: Kiszámítjuk, hogy a bemért mintának a hány százalék a H₂SO₄-tartalma:

$$w(\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{1,4077}{1,6011} \cdot 100 = \mathbf{87,92\%}$$

Foszforsav meghatározása

A foszforsav háromértékű, középerős sav. Ezért titrálási görbéjén is több inflexiós pont (egyenértékpont) figyelhető meg. A disszociációs lépcsők olyan savak esetén különböztethetők meg, ahol az egymást követő lépcsők disszociációs állandóinak aránya nagyobb, mint 10^3 . Foszforsav esetén ez teljesül. ($pK_{s1} = 2,23$; $pK_{s2} = 7,21$; $pK_{s3} = 12,32$)

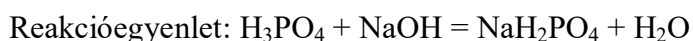
A titrálás első egyenértékpontja 4–5 közötti pH-nál, a második 9–10 közötti pH-nál van. A harmadik egyenértékpont pH = 11-nél kezdődik, de pH = 13-nál még nem fejeződik be. Ezért a titrálási görbén a harmadik egyenértékpont nem figyelhető meg:



Az első és második egyenértékponthoz tartozó fogyások azonban jól mérhetők. Ideális esetben fennáll, hogy $V_2 = 2 \cdot V_1$. Az első egyenértékponthoz számított eredmény pontosabb, mert nagyobb a változás, meredekebb a pH-ugrás.

Megfigyelhető a harmadik disszociációs lépcső kezdete is, ez azonban nem teszi lehetővé a foszforsav háromértékű savként való meghatározását.

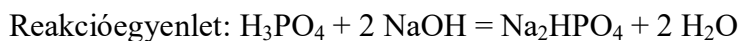
Meghatározás egyértékű savként



E szerint: 1 mol NaOH 1 mol foszforsavat mér.

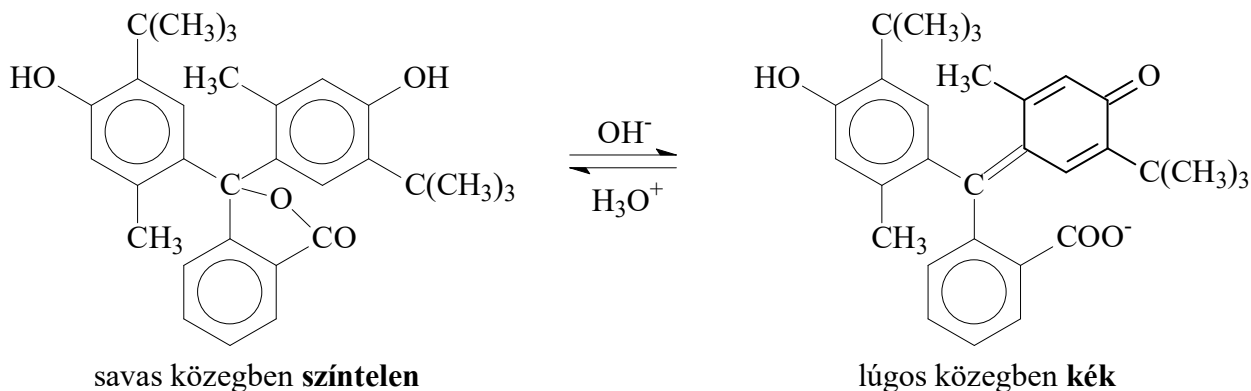
Mivel a pH ugrás 4-5 között van, indikátornak a metilnarancs alkalmas.

Meghatározás kétértékű savként



E szerint: 1 mol NaOH 0,5 mol foszforsavat mér.

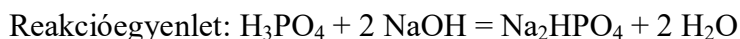
Mivel a pH ugrás 9-10 között van, olyan indikátort kell választani, amely ebben a pH-tartományban vált színt. Erre a timolftalein alkalmas.



$w = 85\%$ -os foszforsav maximális bemérésének számítása

Számítsuk ki, hogy maximum hány gramm $w = 85\%$ -os foszforsavat szabad bemérni egy $250,0 \text{ cm}^3$ -es mérőlombikba ahhoz, hogy a törzsoldat $20,0 \text{ cm}^3$ -es részleteit titrálva a fogyás 20 cm^3 legyen. A NaOH mérőoldat koncentrációja $0,1055 \text{ mol/dm}^3$.

A számítást kétértékű savra kell elvégezni, mert ennek nagyobb a fogyása.



1. lépés: Kiszámítjuk a fogyásnak megfelelő térfogatú mérőoldatban a NaOH anyagmennyiségét:

$$n(\text{NaOH}) = c_p(\text{NaOH}) \cdot \bar{V} = 0,1055 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 0,02 \text{ dm}^3 = 0,002110 \text{ mol}$$

2. lépés: Meghatározzuk a H_3PO_4 anyagmennyiségét:

A reakcióegyenlet alapján 1 mol NaOH 0,5 mol H_3PO_4 -at mér.

$$n(\text{H}_3\text{PO}_4) = 0,5 \cdot n(\text{NaOH}) = 0,5 \cdot 0,00211 = 0,001055 \text{ mol}$$

Ennyi H_3PO_4 legyen az Erlenmeyer-lombikba kipipettázott és NaOH-dal megtitrált mintában!

3. lépés: Kiszámítjuk, hogy mennyi H_3PO_4 van a törzsoldatban:

$$n(\text{összes H}_3\text{PO}_4) = \frac{V(\text{mérőlombik})}{V(\text{pipetta})} \cdot n(\text{H}_3\text{PO}_4) = \frac{250 \text{ cm}^3}{20 \text{ cm}^3} \cdot 0,001055 \text{ mol}$$

$$n(\text{összes H}_3\text{PO}_4) = 0,013188 \text{ mol}$$

4. lépés: Kiszámítjuk, hogy a törzsoldat hány gramm H_3PO_4 -ot tartalmaz:

$$m(\text{H}_3\text{PO}_4) = n(\text{összes H}_3\text{PO}_4) \cdot M(\text{H}_3\text{PO}_4) = 0,013188 \text{ mol} \cdot 98,00 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 1,2924 \text{ g}$$

5. lépés: Kiszámítjuk, hogy ez hány gramm 85% -os kénsavnak felel meg:

$$m(w = 96\% \text{-os H}_3\text{PO}_4) = \frac{1,2924 \text{ g}}{0,85} = 1,520 \text{ g}$$

Meghatározás menete

- Egy üveggömböt ráteszünk az analitikai mérlegre és azt nullázzuk.
- A gömböt az asztalon előkészített égővel kissé megmelegítjük, és gömb kapillárisát a kikészített foszforsavba mártjuk. Ekkor a gömbbe szívódik a foszforsav.
- A gömböt visszatesszük az analitikai mérlegre és feljegyezzük a bemért foszforsav tömegét.
- Egy $100\text{-}200 \text{ cm}^3$ -es főzőpohárba kevés ioncserélt vizet teszünk és beletesszük a gömböt, majd kilapított végű üvegbottal óvatosan összetörjük.
- A főzőpohár tartalmát kvantitatívan(!) átmossuk egy $200\text{-}250 \text{ cm}^3$ -es mérőlombikba, ügyelve arra, hogy az üvegszilánkok lehetőleg ne kerüljenek a mérőlombikba.

- A lombikot beadjuk kivételre, majd újra jelig töltjük, homogenizáljuk. **Írjuk fel a mérőlombikra a bemért foszforsav tömegét is!**
- Előkészítünk 3 db Erlenmeyer-lombikot, melyekbe 20-25 cm³ mintát pipettázunk.
- Pipettázás után ioncserélt vízzel körbemossuk a lombikot.
- Hozzáadunk 3 csepp metilnarancs indikátort, és ismert koncentrációjú NaOH mérőoldattal egyértékű savként átmeneti színig titráljuk. (Hagymahéj szín)
- **Újra** előkészítünk 3 db Erlenmeyer-lombikot, melyekbe 20-25 cm³ mintát pipettázunk.
- Hozzáadunk 3 csepp timolftalein indikátort, és ismert koncentrációjú NaOH mérőoldattal kétértékű savként halványkék színig titráljuk.
- Beadandó a foszforsavtartalom egyértékű és kétértékű savként is kiszámított tömegszázalékos összetétele.

Foszforsav meghatározásának számítása

Bemért foszforsav tömege: 1,9022 g

$V(\text{mérőlombik}) = 250 \text{ cm}^3$

$V(\text{pipetta}) = 20,0 \text{ cm}^3$

Fogyások: Metilnarancs indikátorral $V_1 = 11,5 \text{ cm}^3$

$V_2 = 11,4 \text{ cm}^3$

$V_3 = 11,3 \text{ cm}^3$

Timolftalein indikátorral $V_1 = 22,4 \text{ cm}^3$

$V_1 = 22,5 \text{ cm}^3$

$V_1 = 22,5 \text{ cm}^3$

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

$M(\text{H}_3\text{PO}_4) = 98,00 \text{ g/mol}$

Számítás egyértékű savként

Az átlagfogyás: $\bar{V} = \frac{11,5 + 11,4 + 11,3}{3} = 11,40 \text{ cm}^3 = 0,0114 \text{ dm}^3$

Reakcióegyenlet: $\text{H}_3\text{PO}_4 + \text{NaOH} = \text{NaH}_2\text{PO}_4 + \text{H}_2\text{O}$

1 mol NaOH 1 mol H₃PO₄-at mér.

1. lépés: Kiszámítjuk a fogyásnak megfelelő térfogatú mérőoldatban a NaOH anyagmennyiségét:

$$n(\text{NaOH}) = c_p(\text{NaOH}) \cdot \bar{V} = 0,1025 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 0,0114 \text{ dm}^3 = 0,001169 \text{ mol}$$

2. lépés: Meghatározzuk a H₃PO₄ anyagmennyiségét:

A reakcióegyenlet alapján 1 mol NaOH 1 mol H₃PO₄-at mér.

$$n(\text{H}_3\text{PO}_4) = n(\text{NaOH}) = 0,001169 \text{ mol}$$

Ennyi H₃PO₄ van az Erlenmeyer-lombikba kipipettázott és NaOH-dal megtitrált mintában.

3. lépés: Kiszámítjuk, hogy mennyi H₃PO₄ van a törzsoldatban:

$$n(\text{összes H}_3\text{PO}_4) = \frac{V(\text{mérőlombik})}{V(\text{pipetta})} \cdot n(\text{H}_3\text{PO}_4) =$$

$$n(\text{összes H}_3\text{PO}_4) = \frac{250 \text{ cm}^3}{20 \text{ cm}^3} \cdot 0,001169 \text{ mol} = 0,01461 \text{ mol}$$

4. lépés: Kiszámítjuk, hogy a törzsoldat hány gramm H₃PO₄-ot tartalmaz:

$$m(\text{H}_3\text{PO}_4) = n(\text{összes H}_3\text{PO}_4) \cdot M(\text{H}_3\text{PO}_4) = 0,01461 \text{ mol} \cdot 98,00 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 1,4314 \text{ g}$$

5. lépés: Kiszámítjuk, hogy a bemért mintának a hány százalék a H_3PO_4 -tartalma:

$$w(\text{H}_3\text{PO}_4) = \frac{1,4314 \text{ g}}{1,9022} \cdot 100 = 75,25\%$$

Számítás kétértékű savként

Reakcióegyenlet: $\text{H}_3\text{PO}_4 + 2 \text{ NaOH} = \text{Na}_2\text{HPO}_4 + 2 \text{ H}_2\text{O}$

Az átlagfogyás: $\bar{V} = \frac{22,4 + 22,5 + 22,5}{3} = 22,47 \text{ cm}^3 = 0,02247 \text{ dm}^3$

1. lépés: Kiszámítjuk a fogyásnak megfelelő térfogatú mérőoldatban a NaOH anyagmennyiségét: $n(\text{NaOH}) = c_p(\text{NaOH}) \cdot \bar{V} = 0,1025 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 0,02247 \text{ dm}^3 = 0,002303 \text{ mol}$

2. lépés: Meghatározzuk a H_3PO_4 anyagmennyiségét:
A reakcióegyenlet alapján 1 mol NaOH 0,5 mol H_3PO_4 -at mér.
 $n(\text{H}_3\text{PO}_4) = 0,5 \cdot n(\text{NaOH}) = 0,001151 \text{ mol}$
Ennyi H_3PO_4 van az Erlenmeyer-lombikba kipipettázott és NaOH-dal megtitrált mintában.

3. lépés: Kiszámítjuk, hogy mennyi H_3PO_4 van a törzsoldatban:

$$n(\text{összes } \text{H}_3\text{PO}_4) = \frac{V(\text{mérőlombik})}{V(\text{pipetta})} \cdot n(\text{H}_3\text{PO}_4) =$$
$$n(\text{összes } \text{H}_3\text{PO}_4) = \frac{250 \text{ cm}^3}{20 \text{ cm}^3} \cdot 0,001151 \text{ mol} = 0,01439 \text{ mol}$$

4. lépés: Kiszámítjuk, hogy a törzsoldat hány gramm H_3PO_4 -ot tartalmaz:

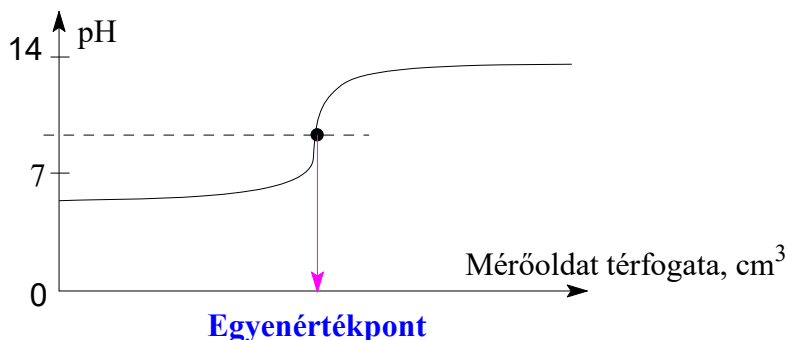
$$m(\text{H}_3\text{PO}_4) = n(\text{összes } \text{H}_3\text{PO}_4) \cdot M(\text{H}_3\text{PO}_4) = 0,01439 \text{ mol} \cdot 98,00 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 1,4102 \text{ g}$$

5. lépés: Kiszámítjuk, hogy a bemért mintának a hány százalék a H_3PO_4 -tartalma:

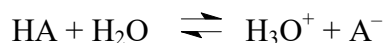
$$w(\text{H}_3\text{PO}_4) = \frac{1,4102 \text{ g}}{1,9022 \text{ g}} \cdot 100 = 74,14\%$$

Gyenge sav titrálása erős bázissal

Alapvető különbség az erős sav – erős bázissal történő titrálásához képest, hogy a keletkezett só a vizes oldatban lúgosan hidrolizál, ezért az egyenértékpont pH-ja is eltér a semlegestől. A titrálási görbe egyenértékpontja is a lúgos tartományba esik:



Az egyenértékpont pH-ja annál nagyobb, minél gyengébb a sav, amit az erős bázissal titrálunk.



A gyenge savra felírt disszociációs állandó: $K_s = \frac{[\text{H}_3\text{O}^+][\text{A}^-]}{[\text{HA}]}$ A sav annál gyengébb, minél kisebb

a disszociációs (K_s) állandója. Pl. $K_s(\text{ecetsav}) = 1,85 \cdot 10^{-5} \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3}$. A titráláshoz olyan indikátort kell választani, ami az egyenértékpontra várható pH-jának megfelel. Ecetsav NaOH mérőoldattal való meghatározása során a várható lúgos pH jelzésére a fenolftalein felel meg, melynek átcsapási tartománya 8,1 – 9,5. A fenolftalein pH = 8,1 alatt színtelen, felette lila színű.

Az erős bázis (NaOH) mérőoldat pontos koncentrációját arra a pH-ra kell megállapítani, ami a gyenge sav – erős bázis hidrolizáló sójának felel meg. Ezért a pontos koncentrációt egy gyenge savra állapítjuk meg. A NaOH mérőoldat titeranyaga ilyen esetben az oxálsav: $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Az oxálsav színtelen kristályos anyag, amely analitikai tisztaságban áll rendelkezésünkre. A titeranyagként használatos oxálsav mindig két mól kristályvizet tartalmaz, amit a moláris tömegnél figyelembe kell venni!

NaOH mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása oxálsav titeranyaggal (II.)

Számítsuk ki, hogy hány gramm oxálsavat kell bemérni ahhoz, hogy a névlegesen 0,1 mol/dm³ koncentrációjú NaOH mérőoldatból a várható fogyás 20 cm³ legyen!

Reakcióegyenlet: $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + 2\text{NaOH} = \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 4\text{H}_2\text{O}$

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

$$c_n(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$$

$$n(\text{NaOH}) = c \cdot V = 0,1 \text{ mol/dm}^3 \cdot 0,02 \text{ dm}^3 = 0,002 \text{ mol}$$

$$n(\text{oxálsav}) = 0,5 \cdot n(\text{NaOH}) = 0,001 \text{ mol}$$

$$m(\text{oxálsav}) = n \cdot M = 0,001 \text{ mol} \cdot 126,0 \text{ g/mol} = 0,1260 \text{ g}$$

Számítsuk ki, hogy mennyi a nátrium-hidroxid mérőoldat pontos koncentrációja, ha 0,1286 g oxálsav bemérésre 18,9 cm³ mérőoldat fogyott!

$$n(\text{oxálsav}) = \frac{m}{M} = \frac{0,1286}{126,0} = 0,001021 \text{ mol}$$

$$n(\text{NaOH}) = 2 \cdot n(\text{oxálsav}) = 2 \cdot 0,001021 = 0,002041 \text{ mol}$$

$$c_p(\text{NaOH}) = \frac{n}{V} = \frac{0,002041}{0,0189} = 0,1080 \text{ mol/dm}^3$$

A pontos koncentrációt három bemérésből határozzuk meg. A meghatározás akkor elfogadható, ha a pontos koncentrációk között a harmadik értékes jegyben legfeljebb 2 az eltérés.

NaOH mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása oxálsavval

- Analitikai mérlegen visszaméréssel kimérünk 3 Erlenmeyer-lombikba 0,12 g körüli oxálsavat.
- Az Erlenmeyer-lombikba 50-80 cm³ ioncserélt vizet töltünk.
- A bürettát vízzel, majd ioncserélt vízzel kimossuk, háromszor kevés (10–10 cm³) mérőoldattal átöblítjük, majd feltöltjük.

- Az oxálsavat tartalmazó Erlenmeyer-lombikokba 3–3 csepp fenolftalein indikátort teszünk. A titrálás végpontját a megjelenő halványlila (rózsaszín) szín jelzi. A titrálást addig végezzük, amíg a halvány rózsaszín legalább fél percig megmarad.
- A legkisebb beméréssel érdemes kezdeni a titrálást.
- Feljegyezzük a fogyásokat, majd kiszámítjuk a három fogyásból és a hozzájuk tartozó bemérésekből a koncentrációkat.
- A mérési adatokat és a számításokat táblázatba rendezzük:

	$m(\text{oxálsav})$ [g]	Fogyás [cm ³]	$n(\text{oxálsav})$ [mol]	$n(\text{NaOH})$ [mol]	$c(\text{NaOH})$ [mol/dm ³]
1.					
2.					
3.					

- Ha mindhárom koncentráció közel azonos, a három adat átlaga lesz a pontos koncentráció.
- Ha a három koncentráció közül az egyik nagyon eltér, de a másik kettő közel van, akkor a két közeli adat átlaga lesz a pontos koncentráció.
- Ha mindhárom koncentráció között túl nagy az eltérés, akkor új oxálsav bemérésekkel megismételjük a meghatározást.
- Készítsük el a jegyzőkönyvet!

Megjegyzés: Ez a feladat nem kerül értékelésre, csak a NaOH mérőoldattal készült meghatározás.

Példa a $c_p(\text{NaOH})$ meghatározásra oxálsavval:

	$m(\text{oxálsav})$ [g]	Fogyás [cm ³]	$n(\text{oxálsav})$ [mol]	$n(\text{NaOH})$ [mol]	$c(\text{NaOH})$ [mol/dm ³]
1.	0,1222	19,3	0,000970	0,001940	0,1005
2.	0,1305	19,8	0,001036	0,002071	0,1046
3.	0,1156	21,5	0,000917	0,001835	0,0853

Látható, hogy a 3. mérésből számított koncentráció jelentősen eltér a többitől. Az 1. és 2. mérésből számított koncentrációk közel azonosak, ezért a pontos koncentráció ezek átlaga lesz:

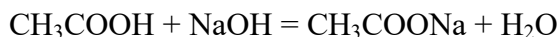
$$c_p(\text{NaOH}) = \frac{0,1005 + 0,1046}{2} = 0,1026 \text{ mol/dm}^3.$$

Általában elmondható, hogy a pontos koncentráció meghatározásakor a párhuzamos mérések során a 3. értékes jegyben ± 1 még megengedhető.

Ecetsav meghatározása

Az ecetsav gyenge, illékony sav. A CO_2 zavaró hatása, mert a fenolftalein érzékeny a karbonát ionokra. Ezért a meghatározáshoz kiforralt ioncserélt vizet használunk. Illékonyága miatt a titrálást zárt térben kell végezni.

A lejátszódó reakció:

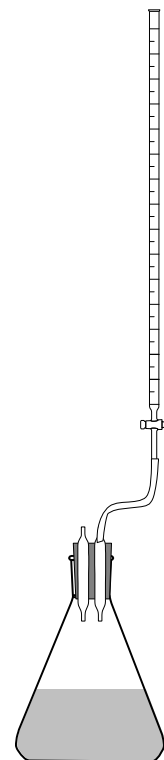


A meghatározás menete

- Beadunk 1 db tiszta és ioncserélt vízzel átöblített, 200-250 cm^3 -es felcímkézett mérőlombikot. (laborszám, CH_3COOH)
- A lombikot **kiforralt, lehűtött** ioncserélt vízzel jelre töltjük és homogénizáljuk.
- Előkészítünk 3 db Erlenmeyer-lombikot, melyekbe 20-25 cm^3 mintát pipetázunk.
- Pipetázás után ioncserélt vízzel körbemossuk a lombikot.
- Hozzáadunk 3 csepp fenolftalein indikátort, és kiforralt ioncserélt vízzel kiegészítjük kb. 100 cm^3 -re.
- Ráhelyezzük a titráló lombikra a feltétet és ismert oxálsavra beállított NaOH mérőoldattal halványlila színig titráljuk.
- Kiszámítjuk a törzsoldatban lévő ecetsav tömegét grammban.

Megjegyzés: A lúgot tartalmazó mérőlombikot, bürettát munka után azonnal gondosan mossuk el, mert a csiszolatos eszközöket a lúg megtámadja, a csiszolatos dugó, csap beragad! Ez természetesen minden csiszolatos eszközre érvényes!

Ha a három titrálás fogyása jelentősen eltér, (nagyobb, mint 0,2 cm^3), akkor további titrálásokat végzünk. Három egyező titrálási eredményünk legyen! Ez azt jelenti, hogy a fogyások a megengedhető hibahatáron belül egyeznek.



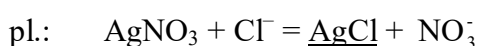
Csapadékos titrálás

A csapadékos titrálás olyan cserebomláson alapuló térfogatós elemzési mód, ahol a meghatározandó anyagot a mérőoldattal csapadék formájában választjuk le. A titrálás során a csapadék teljes leválasztásához fogyott mérőoldat térfogatából (a fogyásból), koncentrációjából és a meghatározandó anyag ismert térfogatából (bemért mennyiség) a keresett anyag mennyisége meghatározható.

A csapadékképződés akkor használható fel térfogatós elemzésre, ha

- a csapadék leválása gyors,
- a csapadék oldhatósága kicsi, tehát stabilitása nagy,
- a csapadék összetétele egyértelműen megadható,
- a titrálás végpontja megfelelően indikálható.

A fenti feltételek elsősorban a halogenidionok (Cl^- , Br^- , I^-) ezüst-nitrát (AgNO_3) mérőoldattal történő meghatározása során teljesülnek.

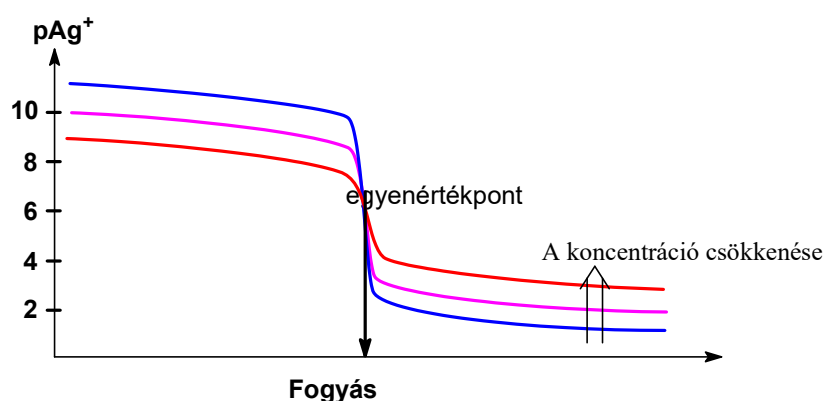


Az egyenértékpontot a csapadék oldhatósági szorzata szabja meg. $L(\text{AgCl}) = [\text{Ag}^+][\text{Cl}^-]$
 Az oldhatósági szorzat a csapadékkal érintkező telített oldatban az ionkoncentrációk megfelelő hatványon vett szorzata. (lsd. bővebben a gravimetriánál) Az oldhatósági szorzat az anyagi minőségtől függ, és adott hőmérsékleten állandó érték.

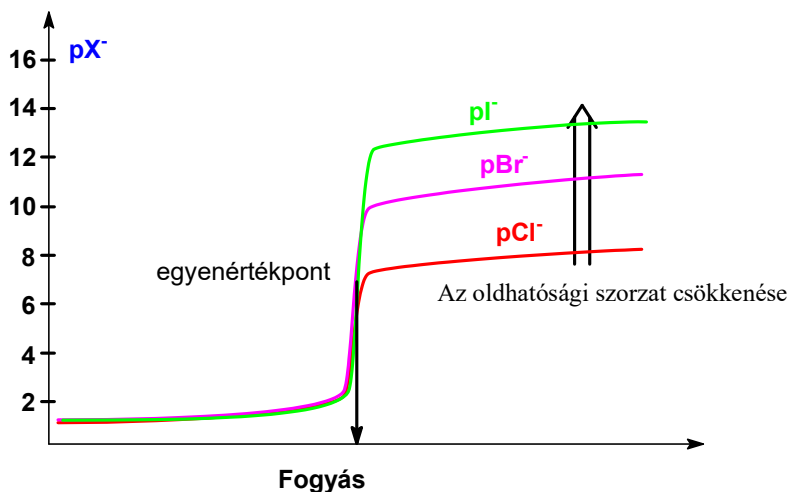
Az egyenértékpontban az ionkoncentráció logaritmus a változik ugrásszerűen.
 $\text{pAg} = -\lg [\text{Ag}^+]$: az ún. ionexponens, amit a pH-hoz hasonlóan definiálunk. A titrálási görbén az ionexponensnek van ugrásszerű változása az egyenértékpontban.

A csapadékos titrálások során mindig semleges kémhatást kell biztosítani, mert savas közegben a keletkezett csapadékok oldékonysága megnő, lúgos közegben viszont más komponensek is kicsapódhatnak.

A titrálási görbe a koncentráció csökkenésével egyre laposabb, azaz egyre kisebb az egyenértékpontban a változás.



Az oldhatósági szorzat csökkenésével az ugrás egyre nagyobb.



A gyakorlatban a kloridionok meghatározásának van nagyobb jelentősége AgNO_3 mérőoldattal.

Mérőoldat: AgNO_3

Az argentometria **mérőoldata az AgNO_3** pontos beméréssel készíthető. A pontos koncentráció a bemérésből és az oldat térfogatából számítható.

Az $\text{AgNO}_3(\text{s})$ fényérzékeny, szükség esetén a pontos koncentrációjának (hatóértéke) megállapításához titeranyagként a KCl, vagy NaCl használható.

A mérőoldatot sötét üvegben kell tárolni!

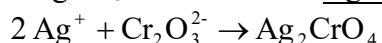
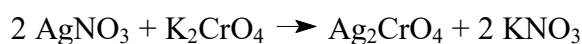
Végpontjelzés

A csapadékos **titrálás végpontjelzésére** olyan csapadékképző indikátort használunk, amely a mérőoldattal rosszul oldódó, színes csapadékot képez, de ennek a csapadéknak az oldékonysága nagyobb, mint a meghatározandó anyag által képzett csapadéknak.

Így addig, amíg van meghatározandó anyag, addig az képez csapadékot a mérőoldattal. Az indikátor szintén csapadékot képez a mérőoldattal, de csak az egyenértékpont után válik le, színe így csak a végpont után válik észlelhetővé.

Ilyen indikátor az ezüst-nitrát mérőoldattal való kloridion meghatározáshoz a kálium-kromát (K_2CrO_4).

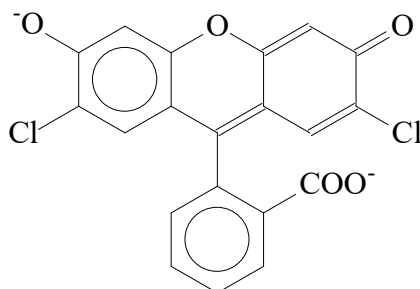
A kromátionok az AgNO_3 mérőoldat Ag^+ -ionjaival rosszul oldódó, vörösbarna csapadékot képeznek:



vörösbarna csapadék

Lehetséges **színezékek alkalmazásával** csapadékos titrálások végpontját is detektálni. Erre példa a **Fajans módszer**, amely egy adszorpciós indikációs módszer.

A módszer alapelve az, hogy az ekvivalencia pontban az ezüst csapadék felületi töltése a megváltozik (negatívból pozitívba). A mintához olyan színezéket adunk, amely ezüst ionokkal színes csapadékot hoz létre. Az egyenértékponttól kezdve a csapadék felülete pozitív töltésű lesz az ezüst ionoktól, és az adszorbeálódni képes indikátor anion színes csapadékot tud létrehozni. (Példák: *fluoreszcein* és *eozin*, amelyek rózsaszínnel jeleznek).



diklórfluoreszcein

0,05 mol/dm³ koncentrációjú ezüst-nitrát mérőoldat készítése

Készítendő 0,5 dm³ oldat. Analitikai mérlegen bemérünk számított tömegű ezüst-nitrátot.

$$n(\text{AgNO}_3) = c \cdot V = 0,05 \cdot 0,5 = 0,025 \text{ mol}$$

$$m(\text{AgNO}_3) = n \cdot M = 0,025 \cdot 169,9 = 4,2475 \text{ g}$$

Ha egy 500 cm³-es mérőlombikba a ténylegesen bemérés: $m(\text{AgNO}_3) = 4,2388 \text{ g}$, akkor

$$c_p = \frac{4,2388}{169,9 \cdot 0,5} = 0,04990 \text{ mol/dm}^3.$$

NaCl meghatározása Mohr-szerint

A mérés elve: A NaCl kloridionjai argentometriásan mérhetők. A kloridionok az ezüst-nitrát mérőoldattal rosszul oldódó csapadékot képeznek. A végpont jelzése K_2CrO_4 -tal történik.

- Beadunk 1 db tiszta és ioncserélt vízzel átöblített, 200-250 cm³-es felcímkézett mérőlombikot. (laborszám, NaCl)
- A lombikot ioncserélt vízzel jelre töltjük és homogenizáljuk.

- Előkészítünk 3 db Erlenmeyer-lombikot, melyekbe 20-25 cm³ mintát pipettázunk.
- Pipettázás után ioncserélt vízzel körbemossuk a lombikot.
- Hozzáadunk 0,5-1 cm³ K₂CrO₄ indikátort.
- AgNO₃ mérőoldattal a vöröses barna szín megjelenéséig titrálunk.
- Kiszámítjuk a törzsoldatban lévő NaCl tömegét grammban.

Számítás:

Mérőlombik térfogata: 250 cm³

Pipetta térfogata: 20,0 cm³

$c_p(\text{AgNO}_3) = 0,04990 \text{ mol/dm}^3$

Fogyások: $V_1 = 18,5 \text{ cm}^3$ $V_2 = 18,4 \text{ cm}^3$ $V_3 = 18,4 \text{ cm}^3$

$M(\text{NaCl}) = 58,45 \text{ g/mol}$

Az átlagfogyás: $\bar{V} = \frac{18,5 + 18,4 + 18,4}{3} = 18,43 \text{ cm}^3 = 0,01843 \text{ dm}^3$

Reakcióegyenlet: $\text{AgNO}_3 + \text{NaCl} = \underline{\text{AgCl}} + \text{NaNO}_3$

1. lépés: Kiszámítjuk a mérőoldatban a AgNO₃ anyagmennyiségét:

$$n(\text{AgNO}_3) = c_p(\text{AgNO}_3) \cdot \bar{V} = 0,0499 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 0,01843 \text{ dm}^3 = 0,0009197 \text{ mol}$$

2. lépés: Meghatározzuk a NaCl anyagmennyiségét:

A reakcióegyenlet alapján 1 mol AgNO₃ 1 mol NaCl-ot mér.

$$n(\text{NaCl}) = n(\text{AgNO}_3) = 0,0009197 \text{ mol}$$

Ennyi NaCl van az Erlenmeyer-lombikba kipipettázott és megtitrált mintában.

3. lépés: Kiszámítjuk, hogy mennyi NaCl van a törzsoldatban:

$$n(\text{összes NaCl}) = \frac{V(\text{mérőlombik})}{V(\text{pipetta})} \cdot n(\text{NaCl}) =$$

$$n(\text{összes NaCl}) = \frac{250 \text{ cm}^3}{20 \text{ cm}^3} \cdot 0,0009197 \text{ mol} = 0,01150 \text{ mol}$$

4. lépés: Kiszámítjuk, hogy a törzsoldat hány gramm NaCl-ot tartalmaz:

$$m(\text{NaCl}) = n(\text{összes NaCl}) \cdot M(\text{NaCl}) = 0,01150 \text{ mol} \cdot 58,45 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = \mathbf{0,6719 \text{ g}}$$

Kloridion meghatározása Fajans-szerint

- Beadunk 1 db tiszta és ioncserélt vízzel átöblített, 200-250 cm³-es felcímkézett mérőlombikot. (laborszám, NaCl)
- A lombikot ioncserélt vízzel jelre töltjük és homogenizáljuk.
- Előkészítünk 3 db Erlenmeyer-lombikot, melyekbe 20-25 cm³ mintát pipettázunk.
- Pipettázás után ioncserélt vízzel körbemossuk a lombikot.
- Hozzáadunk 5-6 csepp fluoreszein indikátort.
- AgNO₃ mérőoldattal a rózsaszínig titrálunk.
- Kiszámítjuk a törzsoldatban lévő Cl⁻ tömegét grammban.

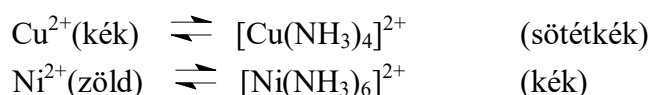
Komplexometria

Komplex vegyületeken, ionokon olyan, gyakran bonyolult összetételű szerkezetet értünk, amelyek egyszerű ionok vagy molekulák – sokszor a klasszikus vegyértékszabályt meghaladó számban való – kapcsolódásával jönnek létre, alkotóik tulajdonságait nem mutatva.

A komplexometria olyan térfogatos analitikai módszer, amikor a mérőoldat hatóanyaga és a meghatározandó anyag között komplex kötés jön létre.

Ekkor a *központi ion* és a *ligandumok* között ún. *datív kötés* jön létre (a kötő elektrópárt csak a donor adja).

Mivel az egyes ionok színe attól is függ, hogy komplex vegyületben van-e vagy sem, ezért ez a tulajdonsága felhasználható az analitikában. Pl.:

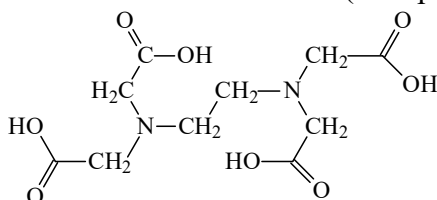


A komplexometria elsősorban **fémionok meghatározására alkalmas**.

Fémionok mennyiségi meghatározására olyan többfunkciós ligandumokat (ún. kelátképző anyagokat) használunk, amelyek egy molekulája a fémion összes koordinációs helyének betöltésére elegendő számú és alkalmas donoratomot tartalmaz. E ligandumok nagy stabilitású, sztöchiometrikus összetételű fémkomplexei **egy lépésben is általában nagy sebességgel alakulnak ki**. Komplexometriás meghatározásokhoz az **amino-polikarbonsavakat**, közülük is az etilén-diamin-tetraecetsavat (EDTE), illetve dinátriumsóját (EDTA) használják leggyakrabban.

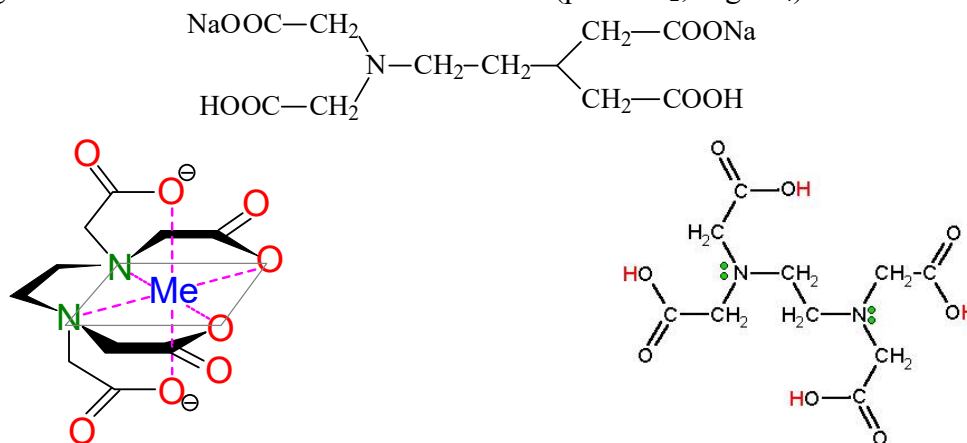
A térfogatos analitikában használatos leggyakoribb komplexképzők:

- etilén-diamin-tetraecetsav (Komplexon II., SelectonA, EDTE)



- etilén-diamin-tetraecetsav dinátrium sója (Komplexon III., Selecton B, EDTA) (leggyakrabban használt)

Az EDTA mérőoldat analitikai tisztaságú EDTA **pontos bemérésével készül**, hatóértéke szükség esetén fém sókból készült mérőoldatokkal (pl. CaCl_2 , MgSO_4) állítható be.



Reakció egyszerűsített formában: $\text{Me}^{n+} + \text{H}_2\text{Y}^{2-} \rightleftharpoons [\text{MeY}]^{(4-n)-} + 2 \text{H}^+$
Az EDTA a legtöbb fémionnal 1:1 összetételű komplexet képez.

Az alkálifémionok kivételével, megfelelő körülmények között, EDTA mérőoldattal gyakorlatilag minden fémion meghatározható. A mérési körülmények megválasztása a titrálendő fémion EDTA-komplexének stabilitásától függ. A komplexek stabilitása az oldat pH-jától függ. Ezért a komplexometriás titrálásokat mindig pufferoldatokban végezzük, mert így biztosítható, hogy megfelelő stabilitású fém-EDTA komplex képződjön. A legnagyobb stabilitású a három- és négyértékű fémionok EDTA-komplexe, ezért ezek savanyú közegben (pH~1-3) is titrálhatók. A közepes stabilitású komplexet képező átmeneti fémek általában 5-6 pH-án, míg a kis stabilitású EDTA-komplexeiket képező alkáliföldfémek lúgos (pH ~ 10–12) kémhatású oldatban titrálhatók meg.

Indikátorok

A komplexometriás titrálások végpontjelzésére olyan színes ligandumokat ún. fémindikátorokat alkalmaznak, amelyek a titrálendő fémrel az adott reakciókörülmények között (pH, stb.) más színű komplexet képeznek, mint a saját színük. A titrálás folyamán az indikátor-komplexnek a színe látható, a titrálás végpontjában a mérőoldat a fémionhoz kötött indikátort komplexéből kiszorítja, az oldat az indikátor szabad színét mutatja. Mindebből az is kitűnik, hogy ekkor nem átmeneti színre titrálunk. Az a helyes végpont, amely után a következő csepp mérőoldat már nem okoz színváltozást. Ezért a komplexometriában mindig *színállandóságig titrálunk!*

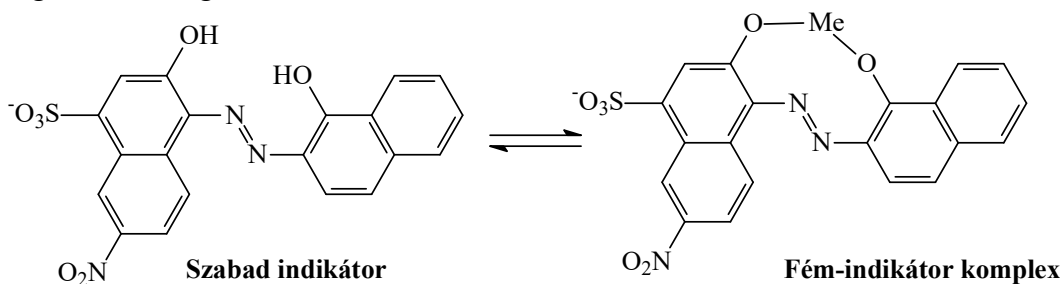
A fémindikátorok többsége vizes oldatban bomlékony, ezért szilárd porkeverékben – pl. káliumnitráttal – hígítva használjuk.

Eriokrómfekete-T

(1,2-dioxi-5-nitro-(1,2) azo-naftalin-4-szulfonsavas Na)

fémmentes közegben:

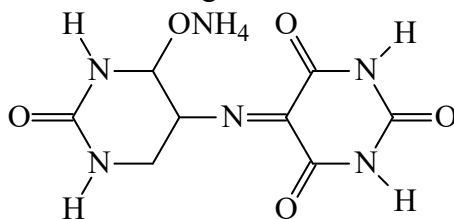
- fémionokat tartalmazó közegben:
- Mivel az Eriokrómfekete-T indikátor lúgos közegben működik, ezért a pH 9–10-es tartományt $\text{NH}_3\text{--NH}_4\text{Cl}$ pufferrel kell beállítani.
- *Eriokrómfekete-T indikátor felhasználása:* víz összes keménységének meghatározásakor, illetve Mg^{2+} ionok meghatározásakor.



Murexid (ammónium-purpureát)

Csak erősen lúgos közegben (pH > 12) működik, ilyenkor ibolyaszínű. Fémekkel lazacszínű komplexet ad.

Murexidindikátor felhasználása: Ca^{2+} ionok meghatározására.



0,02 mol/dm³ koncentrációjú EDTA mérőoldat készítése

Az alt. minőségű vegyszerből pontos beméréssel készíthetünk mérőoldatot. ($M = 372,2$ g/mol)

3,8 g körüli Selecton B₂-t analitikai mérlegen lemérünk. (Az oldódást segíthetjük kevés nátrium-hidroxid adagolásával.) Feloldás után 500 cm³-es mérőlombikba visszük, és jelre töltjük. Alapos homogenizálás után tiszta, a mérőoldattal átöblített folyadéküvegbe töltjük. Gondos tárolás esetén az EDTA mérőoldat hatóértéke sokáig állandó marad.

Számítás

Bemérés: 3,7768 g komplexon III. (Selecton B₂)

Mérőlombik térfogata: 500 cm³

$$n(\text{EDTA}) = \frac{3,7768}{372,2} = 0,010147 \text{ mol}$$

$$c(\text{EDTA}) = \frac{0,010147}{0,5} = 0,02029 \text{ mol/dm}^3$$

A meghatározások során 1 mol EDTA 1 mol fémiont mér.

Réz(II)ionok meghatározása

A réz(II)ion az EDTA-val stabilis komplexet képez, 3-10 pH-tartományban közvetlenül titrálható. A végpont jelzésére számos fémindikátor (pl. murexid, PAR, PAN) használható.

$$A_r(\text{Cu}) = 63,54$$

- A 200–250 cm³-es mérőlombikba kapott mintát töltjük jelig, majd homogenizáljuk!
- Pipetázzunk ki a törzsoldatból Erlenmeyer-lombikokba 20–25 cm³-t!
- Tegyük bele kb. 0,5 g NH₄Cl-ot, hogy a Cu(OH)₂ csapadék feloldódjon, és tegyük hozzá 6–7 csepp cc. NH₃-oldatot! A mélykék színű oldatot hígítsuk fel kb. 50 cm³ desztillált vízzel és adjunk hozzá 0,1-0,2 g (késhegynyi) murexid indikátort!
- A sötétzöld színű mintákat, az ismert koncentrációjú Selecton B₂-mérőoldattal titráljuk meg a stabil ibolyaszín megjelenéséig!
- A mérőoldat fogyásainak átlagából és koncentrációjából számítsuk ki a kapott minta Cu²⁺-tartalmát! Az eredményt grammal kell megadni!

Kalciumionok meghatározása

$$A_r(\text{Ca}) = 40,08$$

- A 200–250 cm³-es mérőlombikba kapott mintát töltjük jelig, majd homogenizáljuk.
- Pipetázzunk ki belőle 20–25 cm³-t egy Erlenmeyer-lombikokba és egészítsük ki ioncserélt vízzel kb. 50 cm³-re!
- Adjunk a mintákhoz 0,1–0,2 g (késhegynyi) murexid indikátort, és 5 cm³ 10%-os NaOH-oldatot!
- A vörös színű mintákat a lúgosítás után, az ismert koncentrációjú Selecton B₂-mérőoldattal azonnal titráljuk meg a stabil ibolyaszín megjelenéséig!
- A mérőoldat fogyásainak átlagából és koncentrációjából számítsuk ki a kapott minta Ca²⁺-tartalmát! Az eredményt grammal kell megadni!

Magnéziumionok meghatározása

$$A_r(\text{Ca}) = 24,31 \quad A_r(\text{MgSO}_4) = 120,36$$

- A 200–250 cm³-es mérőlombikba kapott mintát töltjük jelig, majd homogenizáljuk.
- Az oldatból 20–25 cm³-t titráló lombikba pipetázzuk, desztillált vízzel kb. 100 cm³-re hígítjuk. 5 cm³ ammónium-hidroxid – ammónium-klorid pufferoldatot adunk hozzá és kevés szilárd hígítású eriokrómfekete T indikátort.
- A vörös oldatot 0,02 mol/dm³ EDTA mérőoldattal állandó kék színűre titráljuk.
- Adjuk meg az ismeretlen koncentrációjú oldat Mg²⁺-ion tartalmát mmol/dm³-ben, és számítsuk ki hány gramm MgSO₄-ot tartalmaz a törzsoldatunk!

Nikkelionok meghatározása

$$A_r(\text{Ni}) = 58,71$$

- A 200–250 cm³-es mérőlombikba kapott mintát töltjük jelig, majd homogenizáljuk.
- Pipetázzunk ki a törzsoldatból 20–25 cm³-t egy Erlenmeyer-lombikokba és egészítsük ki ioncserélt vízzel kb. 50 cm³-re!
- Adjunk a mintákhoz 0,1–0,2 g (késhegynyi) murexid indikátort!
- Adjunk hozzá 5 cm³ NH₄OH–NH₄Cl pufferoldatot a pH állandó értéken tartása érdekében!
- A sárga színű mintákat ismert koncentrációjú Selecton B₂-mérőoldattal titráljuk meg a stabil ibolyaszín megjelenéséig!
- A mérőoldat fogyásátlagából és koncentrációjából, számítsuk ki a kapott minta Ni²⁺-tartalmát! Az eredményt grammal kell megadni!

Kalcium- és magnéziumionok egymás melletti meghatározása

A kalcium(II)- és magnézium(II)ionok egymás melletti meghatározása az EDTA komplexeik stabilitása közötti kicsiny eltérés miatt közvetlenül nem végezhető el. A magnézium azonban pH > 12 oldatban (hidrokomplexe képződésével, illetve hidroxidcsapadék kiválásával) maszkírozható, így a kalciumion murexid indikátor mellett zavartalanul titrálható. Kevésbé lúgos (pH~10) közegben a két ion együttes mennyisége a magnéziumionnal színes komplexet adó eriokrómfekete-T indikátor mellett mérhető. (Ez utóbbi módszer a vizek összes keménységének meghatározására is használatos.)

Eljárhatunk úgy is, hogy a kalcium(II)ion lúgos közegben végzett meghatározása után a megtitrált oldatot átsavanyítjuk, és a murexid indikátort forralással elbontjuk. Az oldat pH-ját ezután ammóniás pufferrel 10 körüli értékre állítjuk be, és a magnézium(II)ionokat eriokrómfekete-T indikátor hozzáadása után titráljuk.

Ca²⁺ és Mg²⁺ -tartalom meghatározása egymás mellett (1. lehetőség)

- A mérőlombikban kapott mintát töltsük jelig, majd homogenizáljuk!
- Pipetázzunk ki a törzsoldatból 20–25 cm³-t Erlenmeyer-lombikokba és egészítsük ki ioncserélt vízzel kb. 50 cm³-re!
- Adjunk a mintákhoz 0,1–0,2 g (késhegynyi) murexid indikátort és 5 cm³ 10%-os NaOH-oldatot!
- A mintákat az ismert koncentrációjú Selecton B₂-mérőoldattal titráljuk meg pirosból ibolyaszín megjelenéséig! Ebből a titrálásból a kalciumion számítható.
- Adjunk hozzá 6 cm³ 1:1 HCl-oldatot, hogy a murexid indikátor elroncsolódjon és teljes elszíntelenedésig enyhén melegítsük az oldatot!
- Közömbösítsük a lehűtött oldatot 5 cm³ 25%-os NH₄OH-oldattal!
- Adjunk hozzá Eriokrómfekete T indikátorból 0,1 grammot, majd a mintákat az ismert koncentrációjú Selecton B₂-mérőoldattal titráljuk meg ibolyából kék színűre! A fogyásból a minta magnéziumtartalma közvetlenül számítható.
- A mérőoldat fogyásátlagából és koncentrációjából számítsuk ki a kapott minta Ca²⁺ és Mg²⁺-tartalmát! Az eredményt grammal kell megadni!

$$A_r(\text{Ca}) = 40,08$$

$$A_r(\text{Mg}) = 24,31$$

Ca²⁺- és Mg²⁺-tartalom meghatározása egymás mellett (2. lehetőség)

A meghatározás menete

- A kalcium(II)- és magnézium(II)ionokat tartalmazó törzsoldat 10,0 cm³ részletéhez 20 cm³ ioncserélt vizet és 3 cm³ 1 mol/dm³ koncentrációjú nátrium-hidroxid-oldatot adunk.
- A csapadékos oldathoz 0,1 g szilárd hígítású murexid indikátort teszünk, és 0,02 mol/dm³ EDTA mérőoldattal addig titráljuk, amíg az oldat színe vörösből lilába vált. A meghatározás pontosságát növeljük, ha a következő párhuzamos titrálásoknál az első, ún. tájékoztató mérésnél fogyott mérőoldat mintegy 95%-ának hozzáadása után lúgosítjuk csak az oldatot (a leváló magnézium-hidroxid csapadék így kalciumionokat alig ragad magával.) A fogyásból a kalciumtartalom közvetlenül számítható.
- A törzsoldat újabb 10,0 cm³ részletéhez 20 cm³ vizet, 5 cm³ ammóniás puffert és 0,05 g eriokrómfekete-T indikátort adunk.
- A kezdetben borvörös színű oldatot EDTA mérőoldattal állandó kék színre titráljuk. A végpont közelében a mérőoldatot lassan, cseppenként adagoljuk, mert az indikátor fémkomplexének elbomlása nem pillanatszerű. A magnéziumtartalom a két fogyás különbségéből kiszámítható.

Alumínium(III)ionok meghatározása

Az alumínium(III)ionok EDTA-val igen stabilis komplexet képeznek, de a komplexképződési reakció lassan játszódik le, ezért az alumínium(III)ion közvetlen titrálással nem határozható meg. Az alumínium(III)–EDTA komplex kialakulását meggyorsíthatjuk, ha az EDTA-t feleslegben adjuk a fémion 2-3-as pH-jú oldatához, és az oldatot néhány percig forraljuk. A savas közegre az alumínium(III)ion hidrolízisének visszaszorítása miatt van szükség (az alumínium(III) igen stabilis hidroxokomplexeket képez, illetve $\text{Al}(\text{OH})_3$ -csapadék formájában leválik). A komplex teljes kialakulása érdekében az oldatot átlúgosítjuk ($\text{pH} > 9$), még néhány percig forraljuk, majd a lehűtött oldatban az EDTA-felesleget $\text{pH} = 6$ -on cink(II) mérőoldattal visszamérjük.

$$A_r(\text{Al}) = 26,98$$

Szükséges anyagok

0,02 mol/dm ³ EDTA mérőoldat	metiltimolkék indikátor
0,02 mol/dm ³ cink-szulfát segédmérőoldat	fenolftalein indikátor
5 g/dm ³ sósavoldat	50 g/dm ³ ammóniaoldat
szilárd hexametiléntetramin	

A meghatározás menete:

- A kiadott savas alumínium(III)-oldatból 100,0 cm³-es mérőlombikban törzsoldatot készítünk.
- A törzsoldat 10,0 cm³-es részleteit 5 g/dm³-es sósavoldattal pH 2-3 értékre állítjuk be. A pH-t indikátorpapírral ellenőrizzük.
- A reakcióelegyhez hozzáadunk 20,0 cm³ 0,020 mol/dm³ koncentrációjú EDTA mérőoldatot, és néhány percig forraljuk.
- A még forró oldathoz 2-3 csepp fenolftalein jelenlétében annyi 5 g/dm³ ammóniaoldatot adunk, míg az rózsaszínű lesz.
- Az elegyet 1-2 percig ismét forraljuk, lehűtjük, majd néhány csepp 5 g/dm³ sósavval átsavanyítjuk. Ezután 1,5 g szilárd hexametilén-tetramint adunk hozzá.
- Az oldatot desztillált vízzel 50-60 cm³-re egészítjük ki, hozzáadunk 0,1-0,3 g szilárd hígítási metiltimolkék indikátort, és az EDTA-felesleget pontosan ismert 0,020 mol/dm³ koncentrációjú cink(II) mérőoldattal visszatitráljuk. A titrálás során az oldat színe sárgából kezdődő kékbe változik. (Vigyázzunk, itt nem állandó színig titrálunk!)

Meghatározandó a törzsoldat alumíniumion-tartalma mg-ban.

Ca²⁺ meghatározása komplexometriás titrálással fluorexon – timolftalein indikátorkeverékkel

Fluorexon

Fluorescein di-(methylimino diacetic acid);

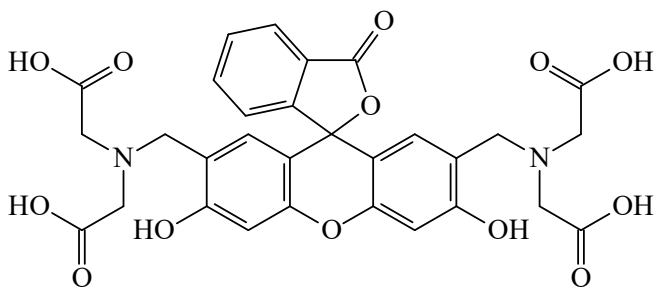
Bis[N,N-bis(carboxymethyl)aminomethyl]fluorescein; Calcein; Fluorescein Complexon

C₃₀H₂₆N₂O₁₃

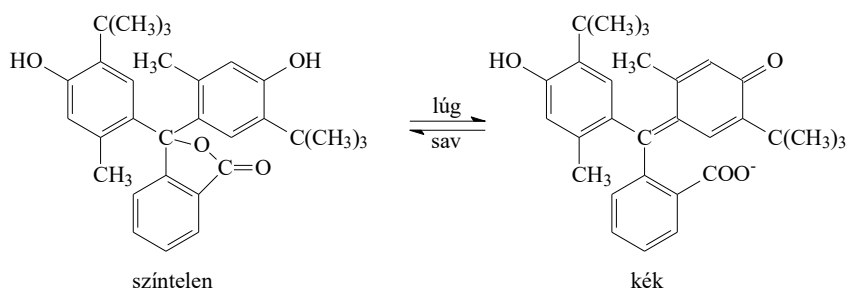
622,53 g/mol

CAS Registry Number 1461-15-0

EINECS 215-957-1



Timolftalein



- A kivett minta részlethez (alíkvothoz) a várható Komplexon III fogyás kb. felét adjuk.
- 1-2 csepp 1%-os auramin indikátort adagolunk [ennek segítségével állítjuk be a közelítő pH-t. pH ~ 11 alatt az indikátor színecitromsárga, felette színtelen] (Ez közel *semleges minta esetén kimaradhat.*)
- Adjunk annyi 20%-os KOH-oldatot, míg az auramin indikátor elszíntelenedik, majd még kb. 5-10 ml-t feleslegben (Közel *semleges minta esetén: 5-10 ml 20%-os KOH-oldatot adunk a mintához*)
- 0,2 g fluorexon indikátort és 0,12 g timolftalein indikátort eldörzsölünk 20 g indifferens sóval (pl. KCl, KNO₃, NaCl stb.)
- Az indikátorkeverékből kb. 0,1-02 g-nyi mennyiséget adunk a lúgos oldathoz
- Ekkor fekete alapon nézve zölde fluoreszcenciát és liláskék alapszín látunk. Fekete alapon titráljuk meg az oldatot adott koncentrációjú komplexon III mérőoldattal, a végpontban **eltűnik a zölde fluoreszcencia** és ezzel egy időben az, alapszín **lilás rózsaszínbe** vált át.

Oxidációs és redukációs mérések

Olyan térfogatós analitikai eljárások, ahol a mérőoldat és a meghatározandó alkotó között redoxi reakciók játszódnak le.

Oxidimetria: a mérőoldat hatóanyaga oxidálószer a meghatározandó komponensnek. Ezen belül a mérőoldat hatóanyaga alapján történhet a csoportosítás:

permanganometria	mérőoldata: KMnO ₄
kromatometria	mérőoldata: K ₂ Cr ₂ O ₇
bromatometria	mérőoldata: KBrO ₃

Reduktometria: a mérőoldat hatóanyaga oxidálódik a meghatározás során.
(Pl. aszkorbinometria, titanometriai... stb.)

A fenti csoportosítás nem egyértelmű, mert arra is van példa, hogy egy anyag egyik reakciópartnerrel szemben oxidálószerként, más reakciópartnerrel szemben redukáló szerként viselkedik.

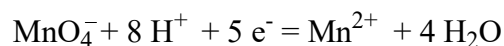
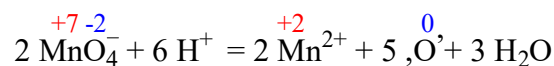
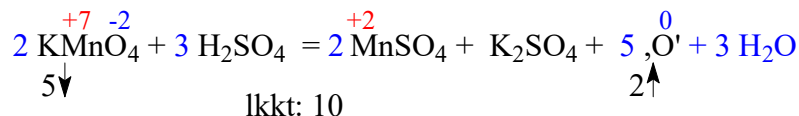
Mindkét csoportba tartozó meghatározásra is példa a jodometria, mivel a jódot redukáló, valamint a jodidot oxidáló anyagok mérése egyaránt történhet egy meghatározásban. Így tehát a jodometria – reakciópartnertől függően – az oxidimetria, illetve a reduktometria csoportjába is sorolható.

A redoxi reakciókon alapuló térfogatós meghatározások két kiemelt jelentőségű területe a permanganometria és a jodometria.

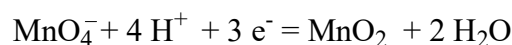
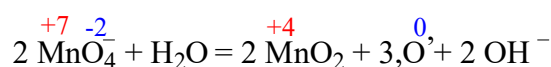
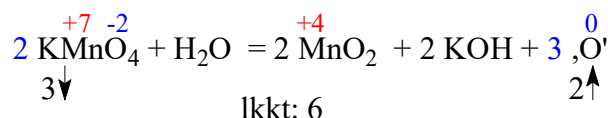
Permanganometria

A permanganometria mérőoldata a KMnO_4 -oldat. A KMnO_4 erélyes oxidálószer, oxidáló képessége a közeg pH-jától függ:

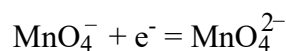
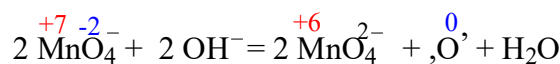
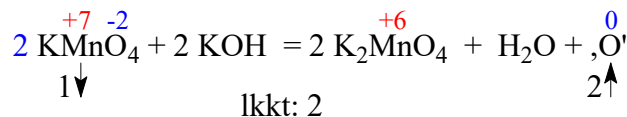
Savas közegben:



Közel semleges közegben:

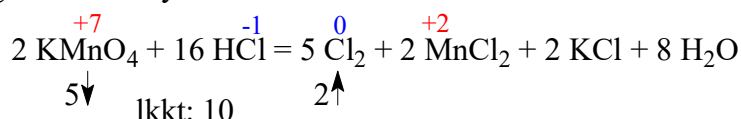


Lúgos közegben:



A KMnO_4 vizes oldatában stabil, a fenti oxidációs reakciók az oxidálható reakciópartner és a megfelelő körülmények között játszódhatnak le.

A KMnO_4 leggyakoribb alkalmazása erősen savas közegben történik, mert oxidáló képessége itt a legerélyesebb. A savanyításhoz kénsavat kell használni. Sósav nem használható, mert az a káliumpermanganáttal klórgázt eredményez:



Salétromsav sem alkalmas, mert szintén erélyes oxidálószer.

A káliumpermanganáttal való reakciókat általában melegen (40–80 °C) kell végezni. A reakció kezdetben lassú, mert az oxidációs folyamatot a Mn^{2+} katalizálja, amely kezdetben nincs jelen, hanem a redoxi folyamat eredményeként keletkezik. Kellő mennyiségű Mn^{2+} jelenléte esetén a reakció már kellően gyors.

Indikálás

A permanganátos titrálásokhoz külön indikátorra nincs szükség. A titrálás végpontját a permanganátió intenzív ibolya színének megjelenése, vagy eltűnése jelzi.

Mérőoldat

A KMnO_4 -ból közvetlen beméréssel pontos koncentrációjú mérőoldatot készíteni nem lehet. Ennek oka, hogy az oldószerként használt ioncserélt víz mindig tartalmaz kis mennyiségben oxidálható anyagokat. (Levegőből belekerült por, mikroorganizmusok, ioncserélő gyantareszecskek.) Az oldás

során ezek oxidálódnak, bizonytalan módon csökkentik a mérőoldat hatóértékét, és eközben MnO_2 (barnakőpor) keletkezik. (Lásd a KMnO_4 semleges közegben történő oxidációs egyenletét.)
A fentiekből következik, hogy a frissen készült mérőoldatot felhasználás előtt állni kell hagyni, másrészt felhasználás előtt a mérőoldatból a keletkezett MnO_2 -ot el kell távolítani. Az eltávolítás üvegyapoton való szűréssel történhet. Szűrőpapír nem használható.

Az így előkészített mérőoldat pontos koncentrációját titeranyag alkalmazásával kell megállapítani.

0,02 mol/dm³ KMnO_4 mérőoldat készítése

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

$$n(\text{KMnO}_4) = 0,02 \cdot 158 = 3,16 \text{ g. Ehhez képest kicsit többet kell bemérni.}$$

- Gyorsmérlegben bemérünk 3,5 g KMnO_4 -ot.
- Ioncserélt vízben feloldjuk, és 1 dm³-re egészítjük ki.
- A teljes oldódás után sötét üvegben tároljuk egy hétig.
- Használat előtt üvegyapoton átszűrjük.

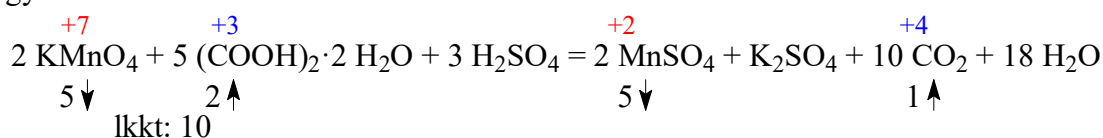
0,02 mol/dm³ KMnO_4 mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása

A titeranyag oxálsav vagy nátrium-oxalát lehet.

Számítsuk ki, hogy hány gramm oxálsavat vagy nátrium-oxalátot kell bemérni ahhoz, hogy a várható fogyás 20 cm³ legyen!

Számítás oxálsavra:

Reakcióegyenlet:



1 mol permanganát 2,5 mol oxálsavval reagál.

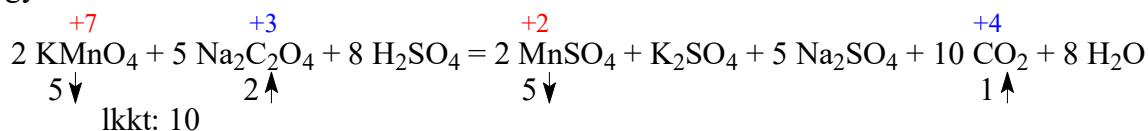
$$n(\text{KMnO}_4) = 0,02 \cdot 0,02 = 0,0004 \text{ mol}$$

$$n(\text{oxálsav}) = 2,5 \cdot n(\text{KMnO}_4) = 2,5 \cdot 0,0004 = 0,001 \text{ mol}$$

$$m(\text{oxálsav}) = 0,001 \cdot 126 = \mathbf{0,126 \text{ g}}$$

Számítás nátrium-oxalátra:

Reakcióegyenlet:



1 mol permanganát 2,5 mol Na-oxaláttal reagál.

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

$$n(\text{Na-oxalát}) = 2,5 \cdot n(\text{KMnO}_4) = 2,5 \cdot 0,0004 = 0,001 \text{ mol}$$

$$m(\text{Na-oxalát}) = 0,001 \cdot 134 = \mathbf{0,134 \text{ g}}$$

A pontos koncentráció meghatározásának menete:

- Három Erlenmeyer-lombikba analitikai mérleggel visszaméréssel bemérünk kb. 0,12–0,13 g oxálsavat vagy nátrium-oxalátot.
- Hozzáadunk 10 cm³ 1:4 hígítású kénsavat.
- Az Erlenmeyer-lombikot felmelegítjük 40–60 °C hőmérsékletre.
- A meleg oldatot megtitraljuk a KMnO_4 mérőoldattal. A titrálást halvány rózsaszínig végezzük. A titrálást akkor kell befejezni, ha a halvány rózsaszín legalább ½ percig megmarad.

- Kiszámítjuk a pontos koncentrációt. A három bemérés koncentrációit kell átlagolni, ha azok között nincs kiugró eredmény.

Számítás oxálsavra és nátrium-oxalátra:

Bemérés: $m(\text{oxálsav}) = 0,1224 \text{ g}$
 Fogyás: $V(\text{KMnO}_4) = 20,1 \text{ cm}^3$

$$n(\text{oxálsav}) = \frac{0,1224}{126} = 9,714 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

1 mol oxálsav $\frac{2}{5}$ mol KMnO_4 -tal reagál

$$n(\text{KMnO}_4) = \frac{2}{5} \cdot n(\text{oxálsav})$$

$$n(\text{KMnO}_4) = \frac{2}{5} \cdot 9,714 \cdot 10^{-4} = 3,886 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

$$c(\text{KMnO}_4) = \frac{3,886 \cdot 10^{-4}}{0,0201} = 0,01933 \text{ mol/dm}^3$$

Bemérés: $m(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 0,1328 \text{ g}$
 Fogyás: $V(\text{KMnO}_4) = 20,0 \text{ cm}^3$

$$n(\text{Na-oxalát}) = \frac{0,1328}{134} = 9,910 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

1 mol Na-oxalát KMnO_4 $\frac{2}{5}$ mol KMnO_4 -tal reagál

$$n(\text{KMnO}_4) = \frac{2}{5} \cdot n(\text{Na-oxalát})$$

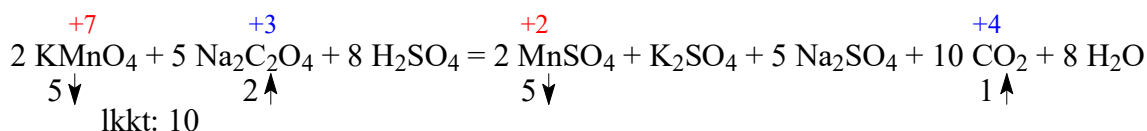
$$n(\text{KMnO}_4) = \frac{2}{5} \cdot 9,910 \cdot 10^{-4} = 3,964 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

$$c(\text{KMnO}_4) = \frac{3,964 \cdot 10^{-4}}{0,02} = 0,01982 \text{ mol/dm}^3$$

Nátrium-oxalát meghatározása permanganometrián

- Beadunk egy 200-250 cm^3 -es mérőlombikot. A kapott mintát jelig töltjük, homogenizáljuk.
- A törzsoldatból Erlenmeyer-lombikba kipipettázunk 20-25 cm^3 -t. Hozzáadunk 10 cm^3 1:4 hígítású kénsavat.
- Az Erlenmeyer-lombikot felmelegítjük 40-60 °C hőmérsékletre.
- A meleg oldatot megtitráljuk a KMnO_4 mérőoldattal. A titrálást halvány rózsaszínig végezzük. A titrálást akkor kell befejezni, ha a halvány rózsaszín legalább $\frac{1}{2}$ percig megmarad.
- Kiszámítjuk az oldat nátrium-oxalát tartalmát grammban.

Számítás:



Mérőlombik: $V(\text{mérőlombik}) = 250 \text{ cm}^3$

Fogyásátlag: $\bar{V} = 18,5 \text{ cm}^3$

Pipetta: $V(\text{pipetta}) = 20 \text{ cm}^3$

Konc: $c(\text{KMnO}_4) = 0,0200 \text{ mol/dm}^3$

1. lépés: Kiszámítjuk a mérőoldatban a KMnO_4 anyagmennyiségét:

$$n(\text{KMnO}_4) = c_p(\text{KMnO}_4) \cdot \bar{V} = 0,02 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 0,0185 \text{ dm}^3 = 0,00037 \text{ mol}$$

2. lépés: Meghatározzuk a $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ anyagmennyiségét:

A reakcióegyenlet alapján 1 mol KMnO_4 2,5 mol $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ -ot mér.

$$n(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 2,5 \cdot n(\text{KMnO}_4) = 2,5 \cdot 0,00037 = 0,000925 \text{ mol}$$

Ennyi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ van az Erlenmeyer-lombikba kipipettázott és megtitrált mintában.

3. lépés: Kiszámítjuk, hogy mennyi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ van a törzsoldatban:

$$n(\text{összes Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = \frac{V(\text{mérőlombik})}{V(\text{pipetta})} \cdot n(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) =$$

$$n(\text{összes Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = \frac{250 \text{ cm}^3}{20 \text{ cm}^3} \cdot 0,000925 \text{ mol} = 0,01156 \text{ mol}$$

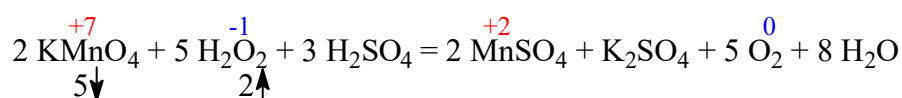
4. lépés: Kiszámítjuk, hogy a törzsoldat hány gramm $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ -ot tartalmaz:

$$m(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = n(\text{összes Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) \cdot M(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 0,01156 \cdot 134,0 = \mathbf{1,5494 \text{ g}}$$

Hidrogén-peroxid meghatározása permanganometrián

- Az analitikai mérleg mellé helyezünk egy 200–250 cm³-es mérőlombikot.
- Az analitikai mérlegre helyezük a hidrogén-peroxidot tartalmazó csiszolt-dugós üveget és megnyomjuk a „Tára” gombot.
- A cseppentővel 20–25 csepp mintát (1,5–2 g) cseppentünk a mérőlombikba, majd a cseppentős üveget visszatesszük a mérlegre. Feljegyezzük a kimért minta tömegét.
- A mérőlombikot jelig töltjük, homogenizáljuk, majd beadjuk kivételre.
- A visszakapott mérőlombikot ismét jelig töltjük és homogenizáljuk.
- Kipipetázunk a mérőlombikból 20–25 cm³ mintát, hozzáadunk 10 cm³ 1:4 hígítású kénsavat. Körbemoszuk ioncserélt vízzel és **hidegen** megtitráljuk a permanganát mérőoldattal. A titrást mindvégig lassan kell végezni, mert csak így akadályozható meg, hogy a hidrogén-peroxid bomlását katalizáló MnO₂ keletkezzen.
- Kiszámítjuk a bemért minta hidrogén-peroxid tartalmát tömegszázalékban.

Reakció:



Számítás:

Bemérés: $m(\text{H}_2\text{O}_2) = 2,5432 \text{ g}$ Mérőlombik: $V(\text{mérőlombik}) = 250 \text{ cm}^3$
Pipetta: $V(\text{pipetta}) = 25,0 \text{ cm}^3$ Fogyásátlag: $\bar{V} = 15,5 \text{ cm}^3$
Konc: $c(\text{KMnO}_4) = 0,0200 \text{ mol/dm}^3$

1. lépés: Kiszámítjuk a mérőoldatban a KMnO₄ anyagmennyiségét:

$$n(\text{KMnO}_4) = c_p(\text{KMnO}_4) \cdot \bar{V} = 0,02 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 0,0155 \text{ dm}^3 = 0,00031 \text{ mol}$$

2. lépés: Meghatározzuk a H₂O₂ anyagmennyiségét:

A reakcióegyenlet alapján 1 mol KMnO₄ 2,5 mol H₂O₂-ot mér.

$$n(\text{H}_2\text{O}_2) = 2,5 \cdot n(\text{KMnO}_4) = 0,000775 \text{ mol}$$

Ennyi H₂O₂ van az Erlenmeyer-lombikba kipipetázott és megtitrált mintában.

3. lépés: Kiszámítjuk, hogy mennyi H₂O₂ van a törzsoldatban:

$$n(\text{összes H}_2\text{O}_2) = \frac{V(\text{mérőlombik})}{V(\text{pipetta})} \cdot n(\text{H}_2\text{O}_2) =$$

$$n(\text{összes H}_2\text{O}_2) = \frac{250 \text{ cm}^3}{25 \text{ cm}^3} \cdot 0,000775 \text{ mol} = 0,00775 \text{ mol}$$

4. lépés: Kiszámítjuk, hogy a törzsoldat hány gramm H₂O₂-ot tartalmaz:

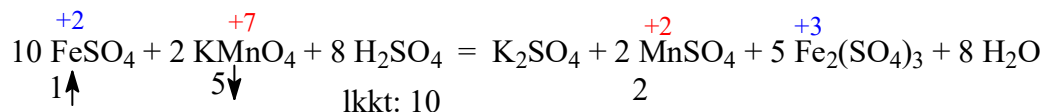
$$m(\text{H}_2\text{O}_2) = n(\text{összes H}_2\text{O}_2) \cdot M(\text{H}_2\text{O}_2) = 0,00775 \text{ mol} \cdot 34,0 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 0,2635 \text{ g}$$

5. lépés: Kiszámítjuk, hogy a törzsoldat hány tömegszázalék H₂O₂-ot tartalmaz:

$$w(\text{H}_2\text{O}_2) = \frac{0,2635}{2,5432} \cdot 100 = \mathbf{10,36\%}$$

Vas(II)-tartalom meghatározása KMnO₄-tal

A titrálás során lejátszódó reakció:



- Beadunk egy 200-250 cm³-es mérőlombikot.
- A mérőlombikot jelig töltjük, homogenizáljuk.
- Kipipettázunk a mérőlombikból 20-25 cm³ mintát, hozzáadunk 10 cm³ 1:4 hígítású kénsavat. Körbemoszuk ioncserélt vízzel és hidegen megtitráljuk a permanganát mérőoldattal.
- Kiszámítjuk a bemért minta vas(II)tartalmát grammban.

Számítás:

Mérőlombik: $V(\text{mérőlombik}) = 200 \text{ cm}^3$

Pipetta: $V(\text{pipetta}) = 20 \text{ cm}^3$

Fogyásátlag: $\bar{V} = 21,8 \text{ cm}^3$

Konc: $c(\text{KMnO}_4) = 0,0200 \text{ mol/dm}^3$

1. lépés: Kiszámítjuk a mérőoldatban a KMnO₄ anyagmennyiségét:

$$n(\text{KMnO}_4) = c_p(\text{KMnO}_4) \cdot \bar{V} = 0,02 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 0,0218 \text{ dm}^3 = 0,000436 \text{ mol}$$

2. lépés: Meghatározzuk a Fe²⁺ anyagmennyiségét:

A reakcióegyenlet alapján 1 mol KMnO₄ 5 mol Fe²⁺-ot mér.

$$n(\text{Fe}^{2+}) = 5 \cdot n(\text{KMnO}_4) = 5 \cdot 0,000436 = 0,00218 \text{ mol}$$

Ennyi Fe²⁺ van az Erlenmeyer-lombikba kipipettázott és megtitrált mintában.

3. lépés: Kiszámítjuk, hogy mennyi Fe²⁺ van a törzsoldatban:

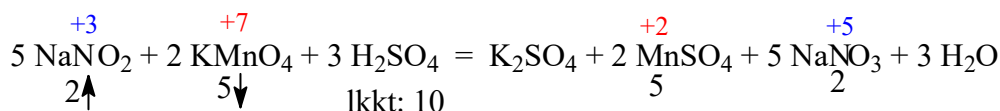
$$n(\text{összes Fe}^{2+}) = \frac{V(\text{mérőlombik})}{V(\text{pipetta})} \cdot n(\text{Fe}^{2+}) =$$

$$n(\text{összes Fe}^{2+}) = \frac{200 \text{ cm}^3}{20 \text{ cm}^3} \cdot 0,00218 \text{ mol} = 0,0218 \text{ mol}$$

4. lépés: Kiszámítjuk, hogy a törzsoldat hány gramm Fe²⁺-ot tartalmaz:

$$m(\text{Fe}^{2+}) = n(\text{összes Fe}^{2+}) \cdot M(\text{Fe}^{2+}) = 0,0218 \cdot 55,85 = \mathbf{1,2175 \text{ g}}$$

Nitritionok meghatározása permanganometrián, fordított titrálással



A permanganát a nitritionokat nitráttá oxidálja. A reakció ezúttal is savas közegben történik. Azonban ha nitritoldatot szeretnénk permanganát mérőoldattal titrálni, és azt kénsavval savanyítanánk, a nitritből salétromosav keletkezne, ami könnyen bomlik.



Ezért ún. fordított titrálást alkalmazunk. A KMnO₄ mérőoldatot tesszük a titráló lombikba, ehhez adunk kénsavat, a bürettába pedig az ismeretlen kerül.

Meghatározás:

- NaNO₂-ből bemérünk annyit, hogy annak tizedrészét titrálva a 0,02 mol/dm³ koncentrációjú KMnO₄ mérőoldatból 20 cm³ legyen a fogyás. (0,8 g)
- Oldás után a mérőlombikot jelig töltjük, homogenizáljuk és beadjuk kivételre.
- A visszakapott mintát ismét jelig töltjük, homogenizáljuk.
- Egy Erlenmeyer-lombikba kipipettázunk a 0,02 mol/dm³ koncentrációjú KMnO₄ mérőoldatból 25 cm³-t.
- Hozzáadunk 10 cm³ 1:4 hígítású kénsavat.
- Ioncserélt vízzel hígítsuk meg kb. duplájára az oldatot.
- Melegítsük fel kb. 40 °C-ra, (kéz melegre) Forralni nem szabad!
- A bürettába töltjük a nitrit törzsoldatot. A büretta csapjára vékony gumicsövet húzunk, melynek vége érjen bele a KMnO₄-oldatba.
- Titráljuk színtelenre a KMnO₄-oldatot a meghatározandó NaNO₂-et tartalmazó törzsoldattal! A végpont előtt erős rázogatós közben, lassan kell titrálni.
- Számítsuk ki a minta nitrition tartalmát grammban!

Számítás:

Bemérés: 0,8845 g NaNO₂

Mérőlombik: $V(\text{mérőlombik}) = 200 \text{ cm}^3$

Pipetta: $V(\text{pipetta}) = 20 \text{ cm}^3$ (Ebben van a KMnO₄ mérőoldat)

Fogyásátlag: $\bar{V} = 21,8 \text{ cm}^3$ (Ebben van a nitrittartamú minta)

Konc: $c(\text{KMnO}_4) = 0,0200 \text{ mol/dm}^3$

1. lépés: Kiszámítjuk a mérőoldatban a KMnO₄ anyagmennyiségét:

$$n(\text{KMnO}_4) = c_p(\text{KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4) = 0,02 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 0,02 \text{ dm}^3 = 0,0004 \text{ mol}$$

2. lépés: Meghatározzuk a NaNO₂ anyagmennyiségét:

A reakcióegyenlet alapján 1 mol KMnO₄ 2,5 mol NaNO₂-et mér.

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

Ennyi NaNO₂ van abban a térfogatban, amennyi a minta fogyása volt.

3. lépés: Kiszámítjuk, hogy mennyi NaNO₂ van a törzsoldatban:

$$n(\text{összes NaNO}_2) = \frac{V(\text{mérőlombik})}{V(\text{fogyás})} \cdot n(\text{NaNO}_2) =$$

$$n(\text{összes NaNO}_2) = \frac{200 \text{ cm}^3}{21,8 \text{ cm}^3} \cdot 0,001 \text{ mol} = 0,009174 \text{ mol}$$

4. lépés: Kiszámítjuk, hogy a törzsoldat hány gramm NaNO₂-et tartalmaz:

$$m(\text{NaNO}_2) = n(\text{összes NaNO}_2) \cdot M(\text{NaNO}_2) = 0,009174 \cdot 69,0 = \mathbf{0,6330 \text{ g}}$$

5. lépés: $w(\text{NaNO}_2) = \frac{0,6330}{0,8845} \cdot 100 = 71,57\%$

Nitritionok meghatározása permanganometrián (2) (visszatitrálással)

Mennyiségi módon úgy végezhető el a meghatározás, hogy a semleges, vagy lúgos kémhatású nitrit-sóoldathoz ismert térfogatú és koncentrációjú kálium-permanganát mérőoldatot adunk, ezután savanyítjuk az oldatot, majd a mérőoldat feleslegét rövid várakozás után ismert térfogatú és koncentrációjú oxálsav-oldattal reagáltatjuk. Az oxálsav segéd-mérőoldat feleslegét kálium-permanganát-mérőoldattal titráljuk.

A meghatározást azért kell így végezni, mert a kálium-permanganát oxálsav-mérőoldattal közvetlenül nem titrálható. A végpont közelében az oxálsav redukáló ereje nem lenne elegendő ahhoz, hogy a permanganát-iont mennyiségileg mangán(II)ionná redukálja, hanem barna színű, rosszul oldódó mangán(IV)-oxid is keletkezne.

A reakció lejátsszódása után feleslegben maradt kálium-permanganát felesleges mennyiségű oxálsavval azonban mennyiségileg redukálható, majd az ekkor feleslegben maradó oxálsav ugyancsak a mennyiségileg titrálható kálium-permanganát-mérőoldattal.

A meghatározás menete

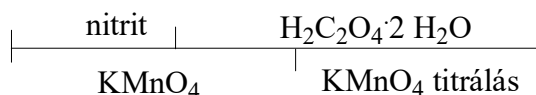
- A meghatározáshoz készíteni kell 200–250 cm³ 0,05 mol/dm³ koncentrációjú H₂C₂O₄·2 H₂O-oldatot. Ehhez a bemérés:
 $n = 0,05 \cdot 0,2 = 0,001 \text{ mol}$, $m(\text{oxálsav}) = 0,01 \cdot 126 = 1,26 \text{ g}$ vagy
 $n = 0,05 \cdot 0,25 = 0,00125 \text{ mol}$, $m(\text{oxálsav}) = 0,0125 \cdot 126 = 1,575 \text{ g}$.

A tényleges bemérésből számítsa ki a valódi pontos koncentrációt!

- NaNO₂-ből bemérünk annyit, hogy annak tizedrészét titrálva a 0,02 mol/dm³ koncentrációjú KMnO₄ mérőoldatból 20 cm³ legyen a fogyás. (0,8 g)
- Oldás után a mérőlombikot jelig töltjük, homogénizáljuk és beadjuk kivételre.
- A visszakapott mintát ismét jelig töltjük, homogénizáljuk.
- Egy Erlenmeyer-lombikba kipipettázunk 25 cm³ KMnO₄ 0,02 mol/dm³ koncentrációjú mérőoldatot, 25 cm³ NaNO₂ mintát, és hozzáadunk 10 cm³ 1:4 hígítású (w = 20%) kénsavat.
- 10 perc várakozás után hozzáadunk 25 cm³ 0,05 mol/dm³ koncentrációjú oxálsavat.
- Melegítsük fel kb. 40 °C-ra, (kéz melegre) Forralni nem szabad!
- Az oxálsav feleslegét a KMnO₄ mérőoldattal megtitráljuk.
- Számítsuk ki a minta nitrition-tartalmát grammban!

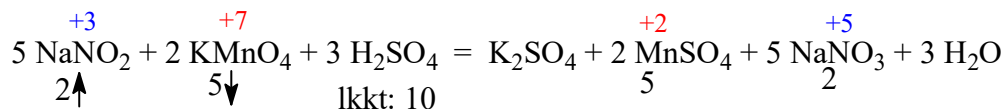
Számítás:

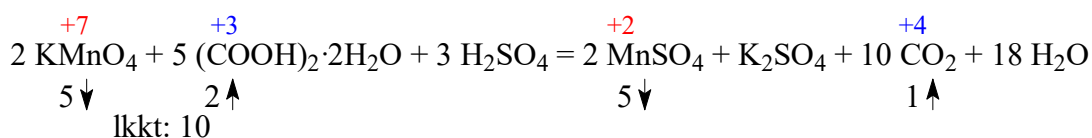
A számolás elvét az ábra mutatja:



Az összes permanganátból levonjuk az oxalátra számított permanganátot, akkor a maradékból a nitrit számítható.

Reakcióegyenletek:





Bemérés: 0,8845 g NaNO₂

Mérőlombik térfogata: 250,0 cm³
 Kipipettázott minta térfogata: 25,0 cm³
 Hozzáadatunk a recept szerint: 25,0 cm³ c_p = 0,020 mol/dm³ KMnO₄-t
 Hozzáadatunk a recept szerint: 25,0 cm³ pontosan 0,050 mol/dm³-es H₂C₂O₄-oldatot
 Fogyott még 15,0 cm³ c_p = 0,020 mol/dm³ KMnO₄

Oxidálószer	Oxidálódott anyag
Pipettával hozzáadott KMnO ₄ : 25,0 cm ³ c _p = 0,020 mol/dm ³ KMnO ₄	Pipettával hozzáadott oxálsav: 25,0 cm ³ c _p = 0,050 mol/dm ³ H ₂ C ₂ O ₄
Titrálás során hozzáadott (fogyott) KMnO ₄ : 15,0 cm ³ c _p = 0,020 mol/dm ³ KMnO ₄	$n(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = c \cdot V = 0,05 \cdot 0,025 = 0,00125 \text{ mol}$
Összes KMnO ₄ : 25 cm ³ + 15,0 cm ³ = 40,0 cm ³ c _p = 0,020 mol/dm ³ KMnO ₄ $n(\text{KMnO}_4) = 0,040 \cdot 0,02 = 0,0008 \text{ mol}$	$1 \text{ mol H}_2\text{C}_2\text{O}_4 = \frac{2}{5} \text{ mol KMnO}_4 =$ $= \frac{2}{5} \cdot 0,00125 = 0,0005 \text{ mol KMnO}_4$

Ha az összes KMnO₄-ból levonjuk az oxálsav által elfogyasztott KMnO₄-ot, a maradékot a NaNO₂ fogyasztotta el:

Nitritre fogyott: $n = 0,0008 - 0,0005 = 0,0003 \text{ mol KMnO}_4$

$$n(\text{NaNO}_2) = \frac{5}{2} \cdot 0,0003 = 0,00075 \text{ mol}$$

$$n(\text{összes NaNO}_2) = 0,00075 \cdot \frac{250}{25} = 0,0075 \text{ mol}$$

$$m(\text{összes NaNO}_2) = 0,0075 \cdot 69,0 = 0,5175 \text{ g}$$

$$w(\text{NaNO}_2) = \frac{0,5175}{0,8845} \cdot 100 = \mathbf{58,51\%}$$

Jodometria

Egyaránt lehet oxidimetria és reduktometria.

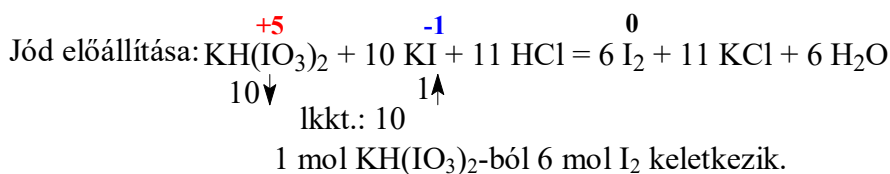
Az alapreakció: $\text{I}_2 + 2 \text{e}^- \rightleftharpoons 2 \text{I}^-$
 Ez megfordítható folyamat, irányát a reakciópartner szabja meg.

Redukáló anyagok meghatározása: ($\varepsilon^\circ < 0,62 \text{ V}$)

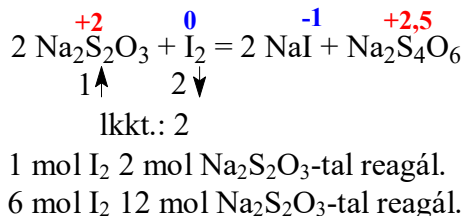
Mérőoldat: jódooldat, amelyhez KI-ot is adunk: $\text{I}_2 + \text{KI} \rightleftharpoons \text{KI}_3$

Oxidáló anyagok meghatározása: ($\varepsilon^\circ > 0,62 \text{ V}$)

Az oldatban ismert mennyiségű jódot állítunk elő. a jód egy része elreagál, és a felesleges jódot Na₂S₂O₃ mérőoldattal mérjük.

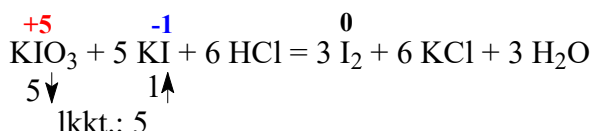


A jódot a $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldattal mérjük:



Összesítve: 1 mol $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ 12 mol $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -tal reagál.

Megjegyzés: A jód előállításához KIO_3 is használható. Ez esetben 1 mol KIO_3 6 mol $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -tal reagál.



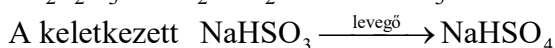
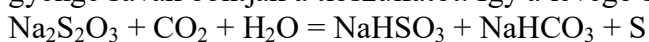
Indikátor: keményítő frissen készült oldata ($\approx 2 \text{ g/dm}^3$)

A keményítő a jóddal kék színreakciót ad, amely a végpontban, ahol elfogy a jód, eltűnik. Mivel a keményítő is fogyasztja a jódot, csak közvetlenül a végpont előtt szabad adagolni. A titrálást halvány szalmasárga színig kell végezni, ekkor kell a keményítő indikátorból $0,5\text{-}1 \text{ cm}^3$ -t adni az oldathoz, majd szüntelenig kell titrálni.

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldat készítése

Annak ellenére, hogy az analitikai célra készült nátrium-tioszulfát nagyon tiszta, közvetlen beméréssel pontos koncentrációjú mérőoldat mégsem készíthető, mert

- gyenge savak bontják a tioszulfátot. Így a levegő szén-dioxidja is:



A feloxidálódott szulfát már nem reagál a jóddal.

Az oldat elsavanyodása az ioncserélt víz kiforrálásával, vagy kevés Na_2CO_3 hozzáadásával kiküszöbölhető.

- A levegőben is megtalálható kénbaktériumok elszaporodnak az oldatban. Ezért az oldatot stabilizálni kell néhány cm^3 izobutil-alkohollal, vagy amil-alkohollal.

1 dm^3 $0,1 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú oldatkészítése:

- Az oldathoz vízmentes $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -ot, vagy kristályvizes $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}$ -ot használunk. Gyorsmérlegesen kimérjük a megfelelő tömeget (a számítottnál kicsit többet).
- A kimért tioszulfátot 1000 cm^3 -es mérőlombikba visszük, hozzáadunk kevés ($0,1\text{-}0,2 \text{ g}$) vízmentes Na_2CO_3 -ot, és $5\text{-}10 \text{ cm}^3$ izobutil- vagy amil-alkoholt.
- Kiforralt ioncserélt vízzel jelíg töltjük.
- A pontos koncentrációt egy hét állás után állapítjuk meg.

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

Titeranyag: KIO₃ vagy KH(IO₃)₂

Kiszámítandó, hogy hány gramm KIO₃-ot vagy KH(IO₃)₂-ot kell bemérni ahhoz, hogy a 0,1 mol/dm³ névleges koncentrációjú nátrium-tioszulfát mérőoldatból a várható fogyás 20 cm³ legyen!

Számítás KIO₃-ra:

$$\begin{aligned} n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) &= 0,1 \cdot 0,02 = 0,002 \text{ mol} \\ n(\text{KIO}_3) &= \frac{1}{6} \cdot n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{1}{6} \cdot 0,002 = \\ &= 3,333 \cdot 10^{-4} \text{ mol} \\ m(\text{KIO}_3) &= 3,333 \cdot 10^{-4} \cdot 214,00 = 0,0713 \text{ g} \end{aligned}$$

KH(IO₃)₂-ra:

$$\begin{aligned} n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) &= 0,1 \cdot 0,02 = 0,002 \text{ mol} \\ n[\text{KH}(\text{IO}_3)_2] &= \frac{1}{12} \cdot n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{1}{12} \cdot 0,002 = \\ &= 1,667 \cdot 10^{-4} \text{ mol} \\ m[\text{KH}(\text{IO}_3)_2] &= 1,667 \cdot 10^{-4} \cdot 389,92 = 0,065 \text{ g} \end{aligned}$$

Ez olyan kis tömeg, hogy kellő pontossággal még analitikai mérlegen sem mérhető. Ezért ennek tízszeresét kell bemérni. A bemért titeranyagból törzsoldatot kell készíteni, és annak tizedrészt kell titrálni.

$m(\text{bemérendő KIO}_3) \approx 710 \text{ mg}$

$m[\text{bemérendő KH}(\text{IO}_3)_2] \approx 650 \text{ mg}$ A mérést természetesen analitikai pontossággal kell végezni!

Pontos koncentráció számítása

Számítás KIO₃-ra:

Bemérés: $m(\text{KIO}_3) = 0,6122 \text{ g}$
 Mérőlombik: 250 cm^3
 Pipetta: 25 cm^3
 Fogyás: $V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 17,5 \text{ cm}^3$

$$\begin{aligned} n(\text{bemért KIO}_3) &= \frac{0,6122}{214,00} = 0,002861 \text{ mol} \\ n(\text{titrált KIO}_3) &= 0,002861 \text{ mol} \\ n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) &= 6 \cdot 0,002861 \text{ mol} = \\ &= 0,001716 \text{ mol} \\ c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) &= \frac{0,001716}{0,0175} = 0,09808 \text{ mol/dm}^3 \end{aligned}$$

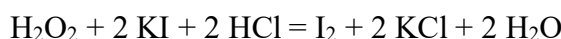
KH(IO₃)₂-ra:

Bemérés: $m[\text{KH}(\text{IO}_3)_2] = 0,6622 \text{ g}$
 Mérőlombik: 250 cm^3
 Pipetta: 25 cm^3
 Fogyás: $V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 20,5 \text{ cm}^3$

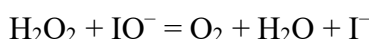
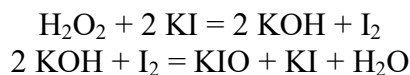
$$\begin{aligned} n(\text{bemért KIO}_3) &= \frac{0,6622}{389,92} = 0,001698 \text{ mol} \\ n[\text{titrált KH}(\text{IO}_3)_2] &= 0,001698 \text{ mol} \\ n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) &= 12 \cdot 0,001698 \text{ mol} = \\ &= 0,002038 \text{ mol} \\ c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) &= \frac{0,002038}{0,0205} = 0,09941 \text{ mol/dm}^3 \end{aligned}$$

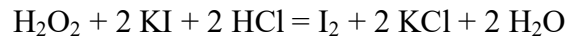
Hidrogén-peroxid meghatározása jodometrián

Reakció:

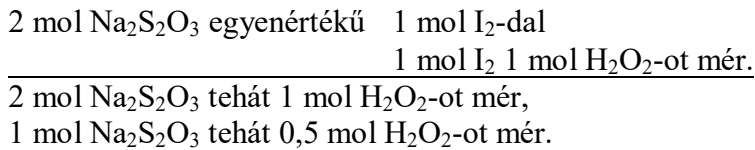
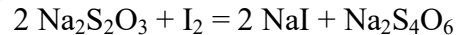


A reakció lassan megy végbe, molibdénsav katalizálja. Fontos, hogy a hidrogén-peroxidot a KI hozzáadása előtt savanyítsuk meg. A KI ugyanis a vízzel két lépésben hipojodidot eredményez, ami a még reagálatlan hidrogén-peroxidot elbontja:



Számítás:

A kivált jódot tioszulfáttal titráljuk:



$$A(\text{H}_2\text{O}_2) = 34,0 \text{ g/mol}$$

Meghatározás:

- Az analitikai mérleg mellé helyezünk egy 200–250 cm³-es mérőlombikot.
- Az analitikai mérlegre helyezünk a hidrogén-peroxidot tartalmazó csiszolt-dugós üveget és megnyomjuk a „Tára” gombot.
- A cseppentővel 20–25 csepp mintát ($\approx 1,5 \text{ g}$) cseppentünk a mérőlombikba, majd a cseppentős üveget visszatesszük a mérlegre. Feljegyezzük a kimért minta tömegét.
- A mérőlombikot jelig töltjük, homogenizáljuk, majd beadjuk kivételre.
- A visszakapott mérőlombikot ismét jelig töltjük és homogenizáljuk.
- Kipipettázunk a mérőlombikból egy Erlenmeyer-lombikba 20–25 cm³ mintát.
- Hozzáadunk 10 cm³ 10%-os kénsavat és 0,5-1 g KI-ot (valamint 3 csepp 1 mol/dm³-es $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ -ot.
- Körbemossuk ioncserélt vízzel és 0,1 mol/dm³ koncentrációjú $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldattal titráljuk.
- A végpont előtt, halvány szalmasárga színnél pár csepp keményítő indikátort adunk az oldathoz és a kék oldatot szintelenig titráljuk.
- Kiszámítjuk a bemért minta hidrogén-peroxid tartalmát tömegszázalékban.

Számítás:

Bemérés:	$m(\text{H}_2\text{O}_2) = 2,5432 \text{ g}$	Mérőlombik: $V(\text{mérőlombik}) = 250 \text{ cm}^3$
Pipetta:	$V(\text{pipetta}) = 25,0 \text{ cm}^3$	Fogyásátlag: $\bar{V} = 15,5 \text{ cm}^3$
Konc:	$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1021 \text{ mol/dm}^3$	

1. lépés: Kiszámítjuk a mérőoldatban a $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ anyagmennyiségét:

$$n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = c_p(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot \bar{V} = 0,1021 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 0,0155 \text{ dm}^3 = 0,001583 \text{ mol}$$

2. lépés: Meghatározzuk a H_2O_2 anyagmennyiségét:

A reakcióegyenlet alapján 1 mol $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,5 mol H_2O_2 -ot mér.

$$n(\text{H}_2\text{O}_2) = 0,5 \cdot n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,5 \cdot 0,001583 \text{ mol} = 0,0007913 \text{ mol}$$

Ennyi H_2O_2 van az Erlenmeyer-lombikba kipipettázott és megtitrált mintában.

3. lépés: Kiszámítjuk, hogy mennyi H_2O_2 van a törzsoldatban:

$$n(\text{összes H}_2\text{O}_2) = \frac{V(\text{mérőlombik})}{V(\text{pipetta})} \cdot n(\text{H}_2\text{O}_2) =$$

$$n(\text{összes H}_2\text{O}_2) = \frac{250 \text{ cm}^3}{25 \text{ cm}^3} \cdot 0,0007913 \text{ mol} = 0,007913 \text{ mol}$$

4. lépés: Kiszámítjuk, hogy a törzsoldat hány gramm H_2O_2 -ot tartalmaz:

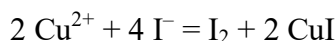
$$m(\text{H}_2\text{O}_2) = n(\text{összes } \text{H}_2\text{O}_2) \cdot M(\text{H}_2\text{O}_2) = 0,007913 \text{ mol} \cdot 34,0 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 0,2690 \text{ g}$$

5. lépés: Kiszámítjuk, hogy a törzsoldat hány tömegszázalék H_2O_2 -ot tartalmaz:

$$w(\text{H}_2\text{O}_2) = \frac{0,2690}{2,5432} \cdot 100 = \mathbf{10,58\%}$$

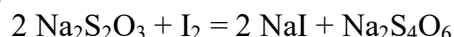
Réz(II)ion meghatározása jodometrián

Reakció:



A réz(II)ionok a jodidionokat elemi jóddá oxidálják, miközben fehér színű réz(I)-jodid csapadék válik ki az oldatból.

A kivált jódot tioszulfáttal titráljuk:



$$\begin{array}{l} 2 \text{ mol Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ egyenértékű } 1 \text{ mol I}_2\text{-dal} \\ \hline 1 \text{ mol I}_2 \text{ 2 mol Cu}^{2+}\text{-iont mér.} \\ \hline 1 \text{ mol Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ tehát 1 mol Cu}^{2+}\text{-iont mér.} \end{array}$$

$$A(\text{Cu}) = 63,55 \text{ g/mol}$$

Meghatározás:

- Kb. 1 – 1,2 g rézionot tartalmazó CuSO_4 mintából 200/250 cm^3 törzsoldatot készítünk.
- 20–25 cm^3 törzsoldatot Erlenmeyer-lombikba pipettázunk.
- 3–5 cm^3 10%-os kénsavval (vagy ecetsavval) megsavanyítjuk és kb. 2 g KI-ot adunk hozzá.
- Az oldatot ioncserélt vízzel legfeljebb 50 cm^3 -re egészítjük ki.
- A kivált jódot 0,1 mol/dm^3 koncentrációjú $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldattal titráljuk. (keményítő indikátort használunk).
- Kiszámítjuk az oldatban a Cu^{2+} -ionok tömegszázalékos összetételét.

Számítás:

Bemérés:	$m(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 4,4556 \text{ g}$	Mérőlombik:	$V(\text{mérőlombik}) = 250 \text{ cm}^3$
Pipetta:	$V(\text{pipetta}) = 25,0 \text{ cm}^3$	Fogyásátlag:	$\bar{V} = 15,5 \text{ cm}^3$
Konc:	$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1021 \text{ mol/dm}^3$		

1. lépés: Kiszámítjuk a mérőoldatban a $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ anyagmennyiségét:

$$n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = c_p(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot \bar{V} = 0,1021 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \cdot 0,0155 \text{ dm}^3 = 0,001583 \text{ mol}$$

2. lépés: Meghatározzuk a Cu^{2+} anyagmennyiségét:

A reakcióegyenlet alapján 1 mol $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 1 mol Cu^{2+} -ot mér.

$$n(\text{Cu}^{2+}) = n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,001583 \text{ mol}$$

Ennyi Cu^{2+} van az Erlenmeyer-lombikba kipipettázott és megtitrált mintában.

3. lépés: Kiszámítjuk, hogy mennyi Cu^{2+} van a törzsoldatban:

$$n(\text{összes } \text{Cu}^{2+}) = \frac{V(\text{mérőlombik})}{V(\text{pipetta})} \cdot n(\text{Cu}^{2+}) =$$

$$n(\text{összes } \text{H}_2\text{O}_2) = \frac{250 \text{ cm}^3}{25 \text{ cm}^3} \cdot 0,001583 \text{ mol} = 0,01583 \text{ mol}$$

4. lépés: Kiszámítjuk, hogy a törzsoldat hány gramm Cu^{2+} -ot tartalmaz:

$$m(\text{Cu}^{2+}) = n(\text{összes Cu}^{2+}) \cdot M(\text{Cu}^{2+}) = 0,01583 \text{ mol} \cdot 63,55 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = \mathbf{1,0057\text{g}}$$

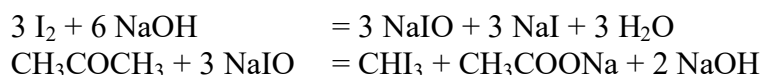
5. lépés: Kiszámítjuk, hogy a törzsoldat hány tömegszázalék Cu^{2+} -ot tartalmaz:

$$w(\text{Cu}^{2+}) = \frac{1,0057}{4,4556} \cdot 100 = 22,57\%$$

Aceton meghatározása jodometrián

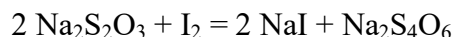
Reakció

Lúgos oldatban az aceton jodofórmá oxidálódik:



A reakciók szerint 3 mol jód 1 mol acetonnal reagál.

A fölös jódot tioszulfáttal titráljuk:



Összesítve: 1 mol $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \longrightarrow 0,5 \text{ mol I}_2 \longrightarrow 1/6 \text{ mol aceton}$

Meghatározás:

0,05 mol/dm³ koncentrációjú jódoldat készítése

$$2 \cdot 126,9 \cdot 0,05 = 12,69 \text{ g I}_2$$

Gyorsmérlegen kimérünk kb. 13 g jódot és 26 g KI-ot.

Az egészet ioncserélt vízzel egy literes mérőlombikba mossuk és kb. félig töltve ioncserélt vízzel, rázogatással segítjük az oldódást. Eltesszük egy hétre, majd jelig töltjük, homogenizáljuk.

Vakpróba

- 20 cm³ ioncserélt vizet pipetázunk egy Erlenmeyer-lombikba.
- Hozzáadunk 12 cm³ 2 mol/dm³ koncentrációjú (80 g/L) NaOH-oldatot és kb. 60 cm³-re egészítjük ki.
- Pipettával hozzámérünk 25,0 cm³ jódoldatot.
- Óraüveggel lefedjük és 10 percig állni hagyjuk.
- 10 cm³ w = 10%-os sósavval megsavanyítjuk.
- Az oldatot 0,1 mol/dm³ koncentrációjú $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldattal titráljuk. (keményítő indikátort használunk).

Aceton mérése

- 200/250 cm³-es mérőlombikot beadunk. Jelig töltjük, homogenizáljuk.
- 20,0 cm³ törzsoldatot pipetázunk egy Erlenmeyer-lombikba.
- Hozzáadunk 12 cm³ 2 mol/dm³ koncentrációjú (80 g/L) NaOH-oldatot és kb. 60 cm³-re egészítjük ki.

- Pipettával hozzámérünk 25,0 cm³ jódooldatot. Ekkor világossárga csapadékkiválást tapasztalunk.
- Összerázzuk, majd óraüveggel lefedjük és 10 percig állni hagyjuk.
- 10 cm³ w = 10%-os sósavval megsavanyítjuk. Ekkor a jódtól sötétbarna lesz az oldat.
- A kivált jódot 0,1 mol/dm³ koncentrációjú Na₂S₂O₃ mérőoldattal titráljuk. (keményítő indikátort használunk). Az első titrálás legyen tájékozódó, mert a csapadék miatt nehezebb észlelni, mikor kell a keményítőt hozzáadni.
- Kiszámítjuk az oldatban az aceton tömegét grammban.

Számítás

$$V(\text{mérőlombik}) = 200 \text{ cm}^3$$

$$V(\text{pipetta}) = 10 \text{ cm}^3$$

$$V(\text{vakpróba}) = 20,4 \text{ cm}^3$$

$$V(\text{fogyás mintára}) = 16,7 \text{ cm}^3$$

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1011 \text{ mol/dm}^3$$

A vakmintára fogyott Na₂S₂O₃ mérőoldat arányos a hozzáadott jód anyagmennyiségével.

A mintára fogyott Na₂S₂O₃ mérőoldat a fölöslegben maradt jód anyagmennyiségével arányos.

A két fogyás különbsége az acetonra fogyott jód anyagmennyiségével arányos.

$$n(\text{acetonra Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = [V(\text{vakpróba}) - V(\text{fogyás mintára})] \cdot c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{20,4 - 16,7}{1000} \cdot 0,1011 = 0,0003741 \text{ mol}$$

$$n(\text{acetonra I}_2) = \frac{n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{2} = \frac{0,0003741}{2} = 0,0001870 \text{ mol}$$

$$n(\text{aceton}) = \frac{n(\text{I}_2)}{3} = \frac{0,0001870}{3} = 0,00006235 \text{ mol}$$

$$n(\text{Összes aceton}) = \frac{200}{10} \cdot 0,00006235 = 0,001247 \text{ mol}$$

$$m(\text{Összes aceton}) = 0,001247 \cdot 58,08 = \mathbf{0,0724 \text{ g}}$$

Érdeemes a számolást általánosságban levezetni:

$$n(\text{hozzáadott I}_2) = \frac{n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{2} = \frac{V(\text{vakpróba}) \cdot c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{2}$$

$$n(\text{fölös I}_2) = \frac{n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{2} = \frac{V(\text{minta}) \cdot c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{2}$$

$$n(\text{acetonra I}_2) = n(\text{hozzáadott I}_2) - n(\text{minta I}_2)$$

$$n(\text{acetonra I}_2) = \frac{V(\text{vakpróba}) \cdot c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{2} - \frac{V(\text{minta}) \cdot c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{2}$$

$$n(\text{acetonra I}_2) = \frac{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{2} [V(\text{vakpróba}) - V(\text{minta})]$$

$$n(\text{aceton}) = \frac{n(\text{I}_2)}{3} = \frac{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{6} [V(\text{vakpróba}) - V(\text{minta})]$$

$$m(\text{aceton}) = n(\text{aceton}) \cdot M(\text{aceton})$$

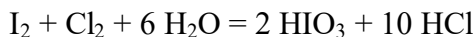
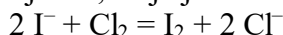
$$m(\text{összes aceton}) = \frac{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{6} \cdot [V(\text{vakpróba}) - V(\text{minta})] \cdot \frac{V(\text{mérőlombik})}{V(\text{pipetta})} \cdot M(\text{aceton})$$

Behelyettesítve a mérési adatokat:

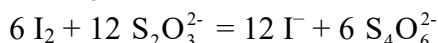
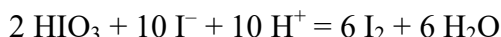
$$m(\text{összes aceton}) = \frac{0,1011}{6} \cdot (0,0204 - 0,0167) \cdot \frac{200}{10} \cdot 58,08 = \mathbf{0,0724 \text{ g}}$$

Jodidionok meghatározása Winkler szerint

A módszer elve: gyengén savas kémhatású oldatban a jodidionok ($M_r=126,91$) frissen készített klóros vízzel jóddá, majd jódsavvá oxidálhatók:



A klórfelesleg forralással eltávolítható. A lehűtött oldatot megsavanyítjuk, és kálium-jodid hozzáadása után a keletkező jódot nátrium-tioszulfát-mérőoldattal titráljuk:



A módszer nagy jelentősége az, hogy igen kis mennyiségű jodidion meghatározására alkalmazható. A titrálás során az eredeti jodidion-mennyiség hatszorosával egyenértékű jódot titrálhatunk.

Szükséges anyagok: 0,1 mol/dm³ koncentrációjú nátrium-tioszulfát mérőoldat; klóros víz; 25%-os foszforsav-oldat, szilárd kálium-jodid; metilnarancs indikátoroldat; keményítő indikátoroldat; forrkő.

A meghatározás menete:

- 300 cm³-es üveg dugós Erlenmeyer-lombikba pipettával bemérünk kb. 40 mg jodidiont tartalmazó alkáli-jodid-oldatot, kb. 100 cm³ desztillált vízzel meghígítjuk, és frissen készített klóros vizet csepegtetünk hozzá az oldat elszíntelenedéséig (kb. 25 cm³).
- Néhány szem forrkő hozzáadása után elszívó fülkében gázlámpán forraljuk. Időnként 1 csepp tízszeresére meghígított metilnarancs-indikátoroldatot csepegtetünk az oldatba, és a forralást akkor fejezzük be, amikor az indikátor színe nem tűnik el.
- Ezután folyó csapvíz alá tartva a lombikot, az oldatot lehűtjük, megsavanyítjuk 10 cm³ 25%-os foszforsavoldattal, és feloldunk benne 1 g szilárd kálium-jodidot.
- A bedugaszolt lombik tartalmát elegyítjük, tíz percig állni hagyjuk, majd a kivált jódot 0,1 mol/dm³ koncentrációjú nátrium-tioszulfát-mérőoldattal titráljuk. A majdnem megtitrált oldathoz 1 cm³ keményítő-indikátoroldatot adunk és a sötétkékszínű oldatot elszíntelenedésig titráljuk.

Kiszámítandó: a vizsgálatra kapott oldatban a jodidion összes mennyisége g-ban.

Gravimetria

Minden olyan meghatározás ide tartozik, ahol a meghatározandó anyag **tömegét** mérjük. Ide tartozik az egyszerű nedvességtartalom meghatározása is, bár ott nincs kémiai folyamat.

A tömeg szerinti kémiai elemzés módszerei:

- csapadékos
- kioldásos
- desztillációs
- elektrogravimetriás

A csapadékos módszer

A minőségileg ismert anyaghoz egy olyan reagenst adagolunk (ez függ a meghatározandó alkotótól), melynek hatására egy nehezen oldódó vegyület keletkezik (*lecsapási forma*).

Ezt elkülönítjük szűréssel vagy centrifugálással, majd mosás, szárítás (esetleg kalcinálás) után mérésrel meghatározzuk tömegét (*mérési forma*).

Fontos

- a csapadék kis oldhatósága,
- a csapadék sztöchiometrikus összetételűvé alakítható legyen,
- a csapadék jól szűrhetővé és tömegállandóvá tehető legyen.

Időigénye nagyobb, mint a titrimetriáé, valamint precízebb munkavégzést igényel.

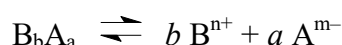
A tömeg szerinti analízis során a meghatározandó komponenst kis oldhatóságú, jól definiált (sztöchiometrikus) összetételű, vagy hőkezeléssel azzá alakítható csapadék formájában leválasztjuk. A csapadékot szűréssel elkülönítjük a többi komponenstől, mossuk, szárítással vagy izzítással tömegállandóvá tesszük. A csapadék tömegéből a pontos összetételének ismeretében számítjuk ki a meghatározandó alkotórész mennyiségét. A gravimetriásan meghatározható csapadék:

- kis oldhatóságú, kvantitatíven leválik
- jól szűrhető (ne legyen finomszemcsés)
- a rá tapadó szennyeződés vagy kísérő komponens kimosható anélkül, hogy akár csak a kis része is oldódna
- szárítással vagy izzítással tömegállandóvá tehető és tömegállandó alakja sztöchiometrikus összetételű.

A gravimetria igen nagy pontosságú eljárás, pl. műszeres analitikai mérésekhez használt kalibráló oldatok pontos koncentrációját gyakran ezzel a módszerrel határozzák meg.

A lecsapás művelete

A lecsapáshoz olyan reagens (lecsapószer) kell, amellyel a leválás gyakorlatilag teljessé tehető, vagyis a csapadék gyakorlatilag oldhatatlan legyen. A leválasztás teljessé tétele az oldhatósági szorzat alkalmazásán alapul. Legyen egy BA összetételű csapadék, amely oldódásakor a következőképpen disszociál:



Az egyensúlyokra érvényes a tömeghatás törvénye: $K_d = \frac{[B^{n+}]^b [A^{m-}]^a}{[BA]}$. Mivel a nevező a szilárd

fázis, így ennek koncentrációja állandó, ezért a $K_d \cdot [BA]$ is állandó, amit oldhatósági szorzatnak nevezünk. Jele L . Tehát $L = [B^{n+}]^b [A^{m-}]^a = \text{állandó}$.

Néhány példa:

Ion	Csapadék képlete	Leccsapószer	Mérési forma	Oldhatósági szorzat	Oldhatósági szorzat értéke 25 °C
Ag ⁺	AgCl	NaCl	AgCl	$L = [\text{Ag}^+] \cdot [\text{Cl}^-]$	$1,56 \cdot 10^{-10}$
Ba ²⁺	BaSO ₄	(NH ₄) ₂ SO ₄	BaSO ₄	$L = [\text{Ba}^{2+}]^2 \cdot [\text{SO}_4^{2-}]$	$1,08 \cdot 10^{-10}$
Fe ³⁺	Fe(OH) ₃	NH ₄ OH	Fe ₂ O ₃	$L = [\text{Fe}^{3+}] \cdot [\text{OH}^-]^3$	$1,1 \cdot 10^{-36}$
PO ₄ ³⁻	MgNH ₄ PO ₄	(NH ₄) ₂ HPO ₄	Mg ₂ P ₂ O ₇	$L = [\text{Mg}^{2+}]^2 \cdot [\text{PO}_4^{3-}]$	$2,5 \cdot 10^{-13}$

Fontos következtetés, hogy a leccsapószer feleslege növeli a leválasztás hatásosságát. Vizsgáljuk meg pl. a Ba²⁺-ionok leválasztását! Ennek leccsapószerre az (NH₄)₂SO₄. Ha ez feleslegben van, akkor az oldatban nagy a szulfátionok koncentrációja, és az oldhatósági szorzat alapján kicsi lesz az oldatban maradt báriumionok mennyisége.

További fontos megállapítás, hogy a leccsapási forma nem feltétlenül azonos a mérési formával. A csapadékok oldhatóságát befolyásoló tényezők:

- anyagi minőség
- hőmérséklet
- idegen ionok hatása (lásd oldhatósági szorzat)
- pH (Általában a pH csökkenése növeli az oldhatóságot.)
- Komplex képződés lehetősége növeli az oldhatóságot.

A csapadékok leválasztásának általános szabályai:

- a leválasztás viszonylag híg oldatból történjen
- a leválasztás melegen (forrón) történjen, ilyenkor nagyobb szemcseméretű csapadék képződik
- a leccsapószerrel lassan, intenzív keverés mellett adagoljuk
- meg kell győződni a leválasztás teljességéről
- a csapadék kristályosodását, szemcseméretének növekedését segíti, ha a csapadékot az anyalúgon állni hagyjuk

Annak ellenére, hogy a tömeg szerinti elemzés elvileg nagyon egyszerű, az utóbbi években egyre kevésbé használatos. Ennek az oka a nagymértékű munkaigényességben, időigényes mérési eljárásokban és az automatizálási lehetőségek hiányában kereshető. Az esetek túlnyomó többségében spektroszkópiai és elektrokémiai eljárások váltották fel a gravimetrikus módszereket.

Báriumionok meghatározása gravimetriásan, BaSO₄ formában

- Beadunk 1 db tiszta és ioncserélt vízzel átöblített, 200-250 cm³-es felcímkézett mérőlombikot. (laborszám, Ba²⁺)
- A kapott mintát jelig töltjük, homogenizáljuk.
- 20-25 cm³ mintát kipipettázunk egy 250 cm³-es főzőpohárba.
- A kivett mintát kb. 100 cm³-re hígítjuk.
- Hozzáadunk 1 cm³ 1+1 hígítású sósavat.
- Kis lángon forrásig melegítjük az oldatot.
- A forró oldathoz cseppenként adjunk 10 cm³ (NH₄)₂SO₄ leccsapószerrel. ($w = 10\%$).
- A leválasztást követően 5 percig gyengén forraljuk.

- A csapadék leülepedése után csepp-próbával ellenőrizzük, hogy a leválasztás teljes volt-e.
- A csapadékot óraüveggel fedjük le, lássuk el felirattal (név, osztály, BaSO₄), majd tegyük el egy hétre pihentetni.
- A csapadékos oldatot hamumentes szűrőpapíron átszűrjük.
- Néhányszor mossuk át forró vízzel, és ellenőrizzük a lecsepegő szűrlet klorid-mentességét. (Ellenőrzés: AgNO₃-oldattal)
- Egy porcelántégelyt kiizzítunk, exszikkátorban hagyjuk lehűlni, majd analitikai mérlegen lemérjük a tömegét.
- A csapadékot tartalmazó szűrőpapírt a lehűlt tégelybe tesszük.
- A szűrőpapírt kis lángon, fülke alatt elhamvasztjuk.
- A csapadékot tartalmazó tégelyt kb. 30 percig izzítjuk.
- Exszikkátorban hagyjuk lehűlni, és analitikai mérlegen lemérjük a csapadék tömegét.

Számítás:

$$V(\text{mérőlombik}) = 250,0 \text{ cm}^3$$

$$V(\text{pipetta}) = 20,0 \text{ cm}^3$$

$$M(\text{BaSO}_4) = 233,40 \text{ g/mol}$$

$$\text{Tégely tömege üresen: } 35,5646 \text{ g}$$

$$\text{Tégely + csapadék tömege: } 35,7688 \text{ g}$$

$$M(\text{Ba}^{2+}) = 137,34 \text{ g/mol}$$



1 mol BaSO₄ 1 mol Ba²⁺-t mér.

$$\text{Csapadék tömege: } 35,7688 - 35,5646 = 0,2042 \text{ g}$$

$$n(\text{BaSO}_4) = \frac{m(\text{BaSO}_4)}{M(\text{BaSO}_4)} = \frac{0,2042}{233,4} = 0,0008749 \text{ mol}$$

$$n(\text{Ba}^{2+}) = n(\text{BaSO}_4) = 0,0008749 \text{ mol}$$

$$n(\text{összes Ba}^{2+}) = 0,0008749 \cdot \frac{250}{20} = 0,01094 \text{ mol}$$

$$m(\text{összes Ba}^{2+}) = n(\text{összes Ba}^{2+}) \cdot M(\text{Ba}^{2+}) = 0,01094 \cdot 137,34 = \mathbf{1,5020 \text{ g}}$$

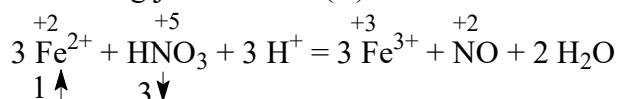
Vasionok meghatározása gravimetrián, Fe₂O₃ formában

A meghatározás alapelve: A vas(III)ionokat tartalmazó oldatból ammónium-hidroxiddal vas(III)-hidroxid csapadékot választunk le, és ezt izzítva Fe₂O₃ formában mérjük.

A meghatározás feltétele, hogy az oldatban lévő összes vasat háromértékűvé kell alakítani. Az oldatban lévő vas(II)-ionokat salétromsavval (esetleg hidrogén-peroxiddal) kell feloxidálni vas(III)ionokká.

Reakciók:

1. Az oldatban esetleg jelenlévő vas(II)ionokat salétromsavval feloxidáljuk:



2. A leválasztás reakciója: $\text{Fe}^{3+} + 3 \text{NH}_4\text{OH} = \underline{\text{Fe}(\text{OH})_3} + \text{NH}_4^+$

3. Az izzítás reakciója: $\text{Fe}(\text{OH})_3 = \underline{\text{Fe}_2\text{O}_3} + 3 \text{H}_2\text{O}$

4. Kloridion-mentesség ellenőrzése: $\text{Cl}^- + \text{AgNO}_3 = \underline{\text{AgCl}} + \text{NO}_3^-$

A meghatározás menete

- Beadunk 1 db tiszta és ioncserélt vízzel átöblített, 200-250 cm³-es felcímkézett mérőlombikot. (laborszám, Fe)
- A kapott mintát jelig töltjük, homogenizáljuk.
- 20–25 cm³ mintát kipipettázunk egy 200–300 cm³-es főzőpohárba.
- A kivett mintát kb. 100 cm³-re hígítjuk, hozzáadunk kevés (kb. 0,5-1 g szilárd ammónium-nitrátot és 2 cm³ 1+1 hígítású salétromsavat.
- Az oldatot felforraljuk, majd a még meleg oldathoz keverés közben hozzáadunk 20 cm³ 1+1 hígítású ammóniaoldatot. Szükség szerint még annyi ammóniát adunk az oldathoz, hogy az enyhén ammóniaszagú legyen.
- Előkészítjük a szűrést. Analitikai tölcserűt és hamumentes szűrőpapírt kell használni!
- A levált csapadékot ülepedni hagyjuk, majd az oldat tisztáját öntjük először a szűrőpapírra. a szűrést dekantálva végezzük.
- A szűrt csapadékot 1%-os ammónium-nitrát-oldattal kloridmentesre mossuk. A lecsurgó szűrletből kémcsőbe mintát veszünk, majd AgNO₃-tal ellenőrizzük a kloridmentességet.
- Ha szükséges, a főzőpohár oldalához tapadt csapadékot gumival bevont üvegbottal ledörzsöljük, és az üvegbotról az oldatba mossuk, majd szűrjük.
- A leválasztott és anyalúgtól mentes csapadékot kiizzított és lemért porcelántégelybe tesszük, majd fülke alatt óvatosan először megszáritjuk, majd hamvasztjuk, és rövid ideig (kb. 10 percig) lángon izzítjuk.
- A csapadékot 550-600 °C-on kemencében tömegállandóságig izzítjuk. (Kb. 30 perc)
- A tégelyt exszikkátorban hagyjuk lehűlni, majd analitikai mérlegen lemérjük a tömegét.
- Eredményként a törzsoldatban lévő vas tömegét grammban kell megadni.

Megjegyzések:

- A csapadék leválasztásához és mosásához alkalmazott NH₄NO₃-nak az a szerepe, hogy mint elektrolit, akadályozza a csapadék kolloid formában való oldódását.
- Ha a csapadékot nem mostuk kloridmentesre, akkor a vas(III)hidroxid izzítás közben vas(III)-kloriddá alakulhat, ami az izzítás hőfokán illékony és így negatív hibát eredményez.
- Magasabb hőmérsékleten (kb. 900 °C-on) Fe₃O₄ (magnetit) képződik a szűrőpapír elszénese-
dése miatt: $3 \text{ Fe}_2\text{O}_3 + \text{C} = 2 \text{ Fe}_3\text{O}_4 + \text{CO}$

Számítás:

$$V(\text{mérőlombik}) = 250,0 \text{ cm}^3$$

$$V(\text{pipetta}) = 20,0 \text{ cm}^3$$

$$\text{Tégely tömege üresen: } 25,5666 \text{ g}$$

$$\text{Tégely + csapadék tömege: } 25,7688 \text{ g}$$

$$M(\text{Fe}_2\text{O}_3) = 159,7 \text{ g/mol}$$

$$M(\text{Fe}) = 58,85 \text{ g/mol}$$

Reakcióegyenlet alapján: 1 mol Fe₂O₃ 2 mol Fe²⁺-iont mér.

$$\text{Csapadék tömege: } 25,7688 - 25,5666 = 0,2022 \text{ g}$$

$$n(\text{Fe}_2\text{O}_3) = \frac{m(\text{Fe})}{M(\text{Fe}_2\text{O}_3)} = \frac{0,2022}{159,7} = 0,001266 \text{ mol}$$

$$n(\text{Fe}) = 2 \cdot n(\text{Fe}_2\text{O}_3) = 2 \cdot 0,001266 \text{ mol} = 0,002532 \text{ mol}$$

$$n(\text{összes Fe}) = 0,002532 \cdot \frac{250}{20} = 0,03165 \text{ mol}$$

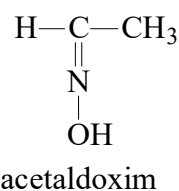
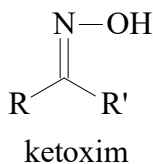
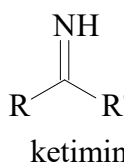
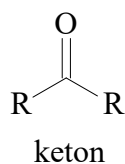
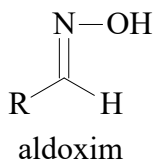
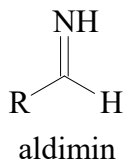
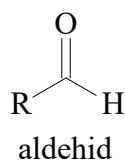
$$m(\text{összes Fe}) = n(\text{összes Fe}) \cdot M(\text{Fe}) = 0,03165 \cdot 58,85 = \mathbf{1,7678 \text{ g}}$$

Ni²⁺ meghatározása gravimetriáisan

A dimetil-glioximmal (diacetil-glioxim) a nikkellionokkal vízben igen csekély mértékben oldódó kelátot képez.

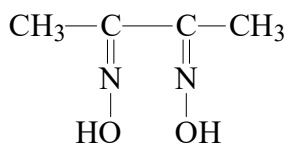
A lecsapás dimetil-glioximmal történik.

Egy kis szerves kémia:

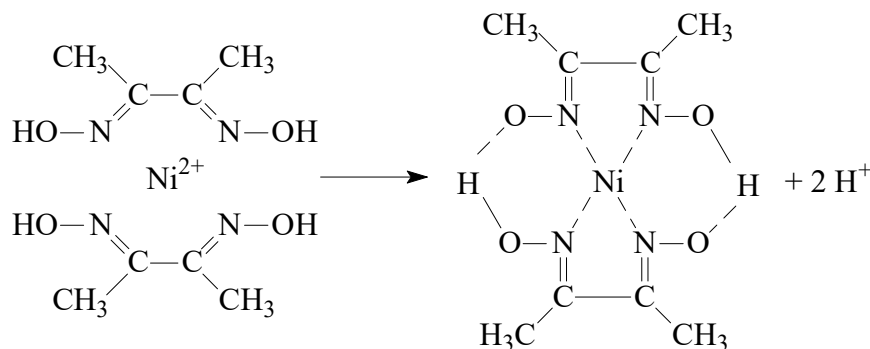


Oximok: aldehidek vagy ketonok oxigénjét =NH (imin) csoportra cseréljük, az imin hidrogénjét pedig –OH csoportra.

A dimetil-glioxim képlete:



A nikkellionok a nitrogénatomok nemkötő elektronpárjával koordinatív kötést hoz létre:



Az eljárás során a dimetil-glioxim etil-alkoholos oldatát használjuk. Túl sok alkoholos oldatot nem használhatunk, mert töményebb etil-alkoholban a skarlátvörös színű csapadék oldódik. A csapadék savakban is oldható. Miután a reakció savtermelő folyamat, a keletkező sav lekötéséről gondoskodnunk kell. E célra ammóniát használunk. A csapadék 120 °C-on szárítható.

A meghatározás menete

- Egy G4-es szűrőt kimosunk, szárítószekrényben kiszárítjuk, majd analitikai mérlegen lemérjük.
- Beadunk egy 200/250 cm³ térfogatú mérőlombikot. A kapott mintát jelig töltjük, homogénizáljuk.
- Egy 250 cm³-es főzőpohárba kipipettázunk 20-25 cm³ mintát.
- Ioncserélt vízzel kiegészítjük kb. 150 cm³-re, majd forrásig melegítjük.

- A lángtól levéve kis részletekben hozzáadunk 60 cm^3 dimetil-glioximot (96%-os etanolban oldott 1%-os dimetil-glioxim). Eperpiros csapadék keletkezik.
- Keverés közben annyi 10%-os ammóniaoldatot csepegtetünk hozzá, (5-10 csepp) hogy az oldat enyhén ammóniaszagú legyen. A letisztult oldat ekkor rózsaszínű lesz.
- Kb. 5–10 perces állás után még melegen leszűrjük az előzetesen analitikai mérlegen lemért G4-es szűrőn. Meleg, ioncserélt vízzel mossuk.
- A csapadékot a szűrőn szárítószekrényben $110\text{--}120 \text{ }^\circ\text{C}$ -on szárítjuk kb. 1 órán át.
- Exsikkátorban hagyjuk lehűlni, majd analitikai mérlegen lemérjük a tömegét.
- Kiszámítjuk a törzsoldatban lévő Ni^{2+} tömegét grammal.

$$\begin{aligned} M(\text{dimetil-glioxim}) &= 116,0 \text{ g/mol} \\ M(\text{NiC}_8\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_4) &= 288,92 \text{ g/mol} \\ M(\text{Ni}) &= 58,71 \text{ g/mol} \end{aligned}$$

1 mol Ni-dimetil-glioxim csapadék 1 mol nikkelt tartalmaz.

Számítás:

$$\begin{aligned} V(\text{mérőolombik}): & 250,0 \text{ cm}^3 \\ V(\text{pipetta}): & 20,0 \text{ cm}^3 \\ \text{G4-es szűrő tömege}: & 25,5666 \text{ g} \\ \text{G4-es szűrő + csapadék tömege}: & 25,7688 \text{ g} \end{aligned}$$

Reakcióegyenlet alapján: 1 mol Ni-dimetil-glioxim 1 mol Ni-t mér.

$$\text{Csapadék tömege: } 25,7688 - 25,5655 = 0,2033 \text{ g}$$

$$n(\text{NiC}_8\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_4) = \frac{m(\text{Ni})}{M(\text{NiC}_8\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_4)} = \frac{0,2033}{288,92} = 7,036 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

$$n(\text{Ni}) = n(\text{NiC}_8\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_4) = 6,998 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

$$n(\text{összes Ni}) = 7,036 \cdot 10^{-4} \text{ mol} \cdot \frac{250}{20} = 0,008796 \text{ mol}$$

$$m(\text{összes Ni}) = n(\text{összes Ni}) \cdot M(\text{Ni}) = 0,008796 \cdot 58,71 = \mathbf{0,5164 \text{ g}}$$