

## Titrálások TIM 845 automata titrálóval

1. **Bekapcsolás – önteszt.** Ellenőrizzük az elektródokban levő töltőfolyadék szintjét. Szükség esetén utántöltés!

2. **Titrálási módszer (mérés) kiválasztás, indítás**

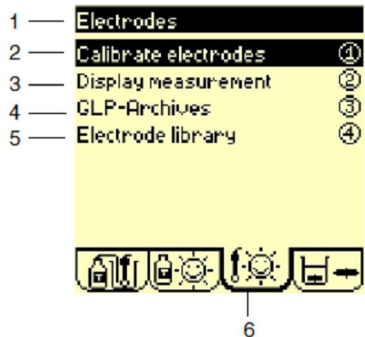
Ha korábban már az adott mérési módszer programját beirtuk, a következő képernyő jelenik meg.



1. Címsor
2. A Klorid-mérés indítható
3. Mérési módszerválasztás
5. GLP naplózás
6. Módszer könyvtár
7. ún. tabulátor (sorrendben az ikonok jelentése: mérési módszer, Mérőoldat, Elektród, Cella. Ha a két középső ikon napos, akkor minden rendben, a mérés indítható)

3. **Elektródkalibrálás**

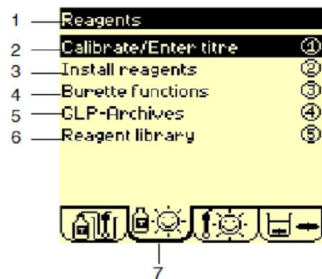
**Fontos!** Módszer programozásnál a sorrend: Elektród kiválasztás és kalibrálás 2. Mérőoldat definiálás és feltöltés 3. Mérési módszer programjának megírása



1. Elektród címsor
2. Elektródkalibrálás
3. Mérés (módszer, programozás nélkül)
4. GLP naplózás
5. Elektród könyvtár

Az elektród kalibrálása a pH-mérők kalibrálásához hasonló. De itt előre ki kell választani a kalibráláshoz alkalmas puffereket.

4. **Mérőoldat pontos koncentráció (faktorozás) meghatározás**



1. Mérőoldat címsor
2. Mérőoldat faktorozás vagy pontos konc. megadás
3. Mérőoldat installálás
4. Burette funkciók (Feltöltés, ürítés, mosás, mérőoldat csere). A jobb oldali buretta: TIM/1, baloldali: TIM/2

	Minden rendben. A mérőoldat kiválasztva, pontos koncentrációja ismert, „újrafaktorozás” nem szükséges.
	A felhősödő ikon jelentése: 24 órán belül újra meg kell határozni (vagy megadni) a pontos koncentrációt.
	Új pontos koncentrációt kell meghatározni!
	Valamilyen programozási hiba. Pl. Téves mérőoldat kiválasztás vagy más elektróddal való faktorozás lett a programozás során megadva. Javítani a módszer programozásban lehet!

5. **Kikapcsolás** (az elektródokat védősapkával ellátva tároljuk).

## Citrompótló tableta almasav tartalmának meghatározása TIM 845 automata titrálóval

1. Az automata titráló bekapcsolását követően a főmenüben alul 4 „fület” találunk. Az első sorban balról kezdve a következők:
  - Mérési módszer
  - A mérőoldat
  - Az elektród
  - A kevertetés (cella)
2. A mérés megkezdése előtt az elektródot kalibrálni kell. Ez a harmadik „fülről” érhető el. A menüben a billentyűzettel vagy az automata titrálón található nyilakkal navigálhatunk. Első pontban a kalibrálni kívánt elektródot választathatjuk ki (ez valószínűleg már meg van adva). A második menüpont a kalibrálás. A kalibrálás pH-mérő kalibrálásához hasonlóan történik, szükségünk lesz 4, illetve 7 pH-jú puffer oldatokra (ebben a sorrendben).
3. A NaOH mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása. Ezt minden nap frissíteni kell. A meghatározás előtt ellenőrizni kell, hogy a gép bürettája illetve az ebből vezető csövek buborékmentesek-e. Ha nem akkor a mérőoldatra vonatkozó fülön belül a 4-es menüpontban FLUSH (öblítés) kiválasztásával buborékmentesíthetjük a bürettát és a csöveket.
4. Ezután a mérőoldat ablakban az 1-es menüpont *Calibrate/Enter titre* kiválasztásával határozzuk meg az oldat pontos koncentrációját. A mérés után a gép a koncentrációt eltárolja, később ezzel számol. A pontos koncentráció meghatározás során a TIM/2 bürettából 10 cm<sup>3</sup> 0,025 mol/dm<sup>3</sup>-es oxálsav oldatot adagol, erre határozza meg a pontos fogyást. Három párhuzamos mérést végzünk. A három mérésből számolt szórás RSD-je kisebb kell legyen 0,5%-nál!
5. Kettő 250 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikba feloldunk 1-1 citrompótló tablettát.
6. Az egyik lombikot beadjuk kivételre, ez lesz az ismeretlen oldat.
7. A másik lombikból 3x 50 cm<sup>3</sup> mintát pipetázunk a titráló pohárba. A pohárba mágneses keverő pálcát helyezünk és kiegészítjük a pohár tartalmát ioncserélt vízzel, a titráló pohár jeléig.
8. Az első „fültre” lépünk (Mérési módszer). Megnyomjuk az egyes gombot (ezzel kell elindítani a mérést) beírjuk a mérést végző nevét. A javasolt minta tömege (Advised amount) értékét a bemért tableta tömeg 5-ös részére írjuk át (mivel a 250 cm<sup>3</sup>-is lombikból 50 cm<sup>3</sup>-t titrálunk meg). A mérés végén újra kipipetázunk 50 cm<sup>3</sup> oldatot. A mérések között az elektródot ioncserélt vízzel öblítsük le és töröljük szárazra.
9. A mért koncentráció átlagból kiszámolhatjuk 1 citrompótló tableta átlagos almasav tartalmát. (1 mol almasavval 2mol NaOH reagál)
10. Ezután az ismeretlen oldat 3x 50 cm<sup>3</sup>-es mintáját titráljuk úgy, ahogy az ismert mintával tettük.
11. A gép itt is átlagot számol, majd a 3 mérési eredményt ábrázoló grafikont nyomtatassuk ki. (Nyomatás ikonra kattintunk/új ablak jelenik meg, ezen belül még egyszer nyomtatás ikonra katt, és be kell állítani az oldalszámot is (page 1-1)!).
12. Beadandó a tableta almasav tartalma, és az ismeretlen oldat tömegszázalékos összetétele, mellékelve a titrálási görbét.

## Ásványvizek Ca-Mg tartalmának meghatározása

Kérjünk vízmintát vagy adjunk be névvel ellátva egy 500 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikot!

### A. Vízminta Ca<sup>2+</sup> és Mg<sup>2+</sup> tartalmának meghatározása kézi titrálással

A titrálás reakcióegyenlete:  $H_2Y^{2-} + Me^{2+} + 2 H_2O \rightarrow MeY^{2-} + 2 H_3O^+$

#### Ca<sup>2+</sup> ionok meghatározása (pH = 12 körül)

1. 50 cm<sup>3</sup> vízmintát pipetázunk egy titráló lombikba.
2. 0,1 g Murexid indikátort (késhegynyi) és 3 cm<sup>3</sup> w = 10%-os NaOH-oldatot adunk a mintához. A magnéziumionok erősen lúgos közegben csapadékként leválnak.  
 $Mg^{2+} + 2 OH^- \rightarrow Mg(OH)_2$
3. Megtitráljuk EDTA\* mérőoldattal pirosból ibolyaszínig (lazacvörös→bíborvörös→lila)

#### Ca<sup>2+</sup> + Mg<sup>2+</sup> ionok együttes meghatározása (pH = 10 körül)

4. Újabb 50 cm<sup>3</sup> pipetázunk egy titráló lombikba.
5. 0,1 g Eriokrómfekete T indikátort (késhegynyi) és 3 cm<sup>3</sup> ammóniás puffert (67,5 g ammónium-klorid, és 570 cm<sup>3</sup> tömény ammónium hidroxid 1 literre hígítva) adunk az oldathoz.
6. Lilásból kék színig titrálunk EDTA\* mérőoldattal.

\*0.02 mol/dm<sup>3</sup> EDTA mérőoldat: 7.4448 g/dm<sup>3</sup> EDTA

Minden esetben 3 párhuzamos mérést végzünk!

### B. Vízminta Ca<sup>2+</sup> és Mg<sup>2+</sup> tartalmának meghatározása automata titrálóval (TIM845)

A titrálás során 50 cm<sup>3</sup> vízmintát pipetázunk a titráló pohárba. Hozzáadunk 20 cm<sup>3</sup> puffer oldatot\* majd egy mágneses keverőbát. Bemerítjük a titráló pohárba az elektródokat (Ca-szelektív ISE/referencia elektródok).

A 0,02 mol/dm<sup>3</sup> koncentrációjú EDTA-mérőoldat adagolásának sebességét a TIM845 automatikusan szabályozza a görbe meredekségének függvényében.

Az automata titráló bekapcsolása után indítjuk a *Ca-Mg meghatározás* programot. A készülék kezeléséről bővebben az előző (citrompótlós) mérésnél olvashatunk. A titrálási görbén az első inflexiós pont a Ca-re, az első és második inflexiós pont közötti különbség a Mg-tartalomra fogyott mérőoldattal egyenlő. Ha túl nagy a Ca<sup>2+</sup>/Mg<sup>2+</sup> arány, csak egy inflexiós pontot kapunk (ha nincs az oldatban Mg<sup>2+</sup>, természetesen akkor is 1 inflexiós pont van).

A mérés végén nyomtassuk ki a titrálási görbét.

(Nyomatás ikonra kattintunk/új ablak jelenik meg, ezen belül még egyszer nyomtatás ikonra katt, be kell állítani az oldalszámot (page 1-1)!).

A fogyasztásból számolunk Ca<sup>2+</sup>/Mg<sup>2+</sup>-tartalmat mg/dm<sup>3</sup> mértékegységben.

Beadandó az ásványvíz (vízminta) címkéjén található adatok alapján a Ca-Mg tartalom valamint a kézi és automata titrálással kapott értékek (táblázatos formában!)

\* Puffer oldat Ca-Mg meghatározáshoz: 250 cm<sup>3</sup>-es lombikba adjunk 0,875 g acetyl-acetont és 3,325 g TRIS-t (tri(hidroxi)-aminometán), jelig töltés. Az oldat kb. egy hónapig tárolható.