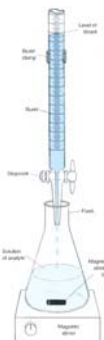


A titrálás alapjai



- Térfogat elemzés (volumetria), egy mennyiségi analitikai eljárás, mely során egy titrálendő mintát (oldatot) titrálunk egy titrálószerezrel (szintén oldat).
- A burettában lévő mérőoldatot, melynek ismert a koncentrációja adagoljuk a titrálóombikban lévő ismeretlen koncentrációjú, de pontosan ismert térfogatú mintához.
- A titrálás végét indikátor jelzi.
- Az ismeretlen koncentrációjának meghatározása az analízis alapjául szolgáló reakcióegyenlet alapján történik a mérőoldat átlagfogyása alapján.

A titrálás alapjai

Mind a négyféle reakciótípus alkalmas titrimetriás eljárás kidolgozására:

- 1) Sav-bázis
- 2) Csapadékos
- 3) Komplex
- 4) Redoxi

A meghatározás alapjául szolgáló reakció:

- 1) Sztöchiometriája egyértelmű
- 2) Ne legyenek mellékreakciók
- 3) Szobahőmérsékleten is gyors
- 4) Amennyiben egyensúlyi folyamat, az egyensúlyi állandója nagy (gyakorlatilag teljes mértékben a termék irányába van eltolva a folyamat)
- 5) Végpontjuk jelezhető

A titrálás alapjai

A mérőoldattal szemben támasztott követelmények:

- megbízhatóan és könnyen előállítható legyen
- koncentrációja időben ne változzék
- legyen pontos koncentrációjának meghatározására standardizáló módszer

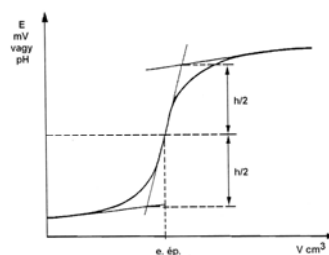
A titrimetriás mérőoldatokat mindig valamilyen standard alapanyagból készítjük el.

A standardizáló alapanyag:

- nagy tisztaságú
- nagy stabilitású (levegővel, fényvel szemben, nem higroszkópos)
- egyenértékű tömege nagy legyen
- elegendően nagy oldhatóságú
- könnyen hozzáférhető legyen

A titrálás alapjai

Titrálási görbe: olyan grafikon, ahol a meghatározandó anyag koncentrációjával összefüggő valamely jellemző mennyiség változása van ábrázolva a hozzáadott titrálószerez térfogatának vagy a titráltsági fok függvényében.



A titrálás alapjai

Ekvivalenciapont: a titrálendő anyag és a titrálószerez ekvivalens mennyiségben van jelen (a mérendő anyag elfogyott és a mérőoldatból sincs jelen felesleg). Ilyenkor 100%-os a titráltsági fok.

Végpont: ahol az indikátor jelez, az ekvivalenciapont becslése valamely indikációs eljárás alkalmazásával.

A klasszikus titrimetria során a mérőoldat adagolását a titrálás végpontjában abbahagyjuk.

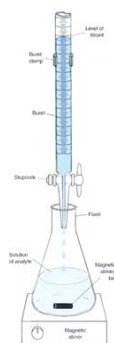
A titrálás elvi hibája: az ekvivalenciapont és a végpont közötti különbség (nem mérési hiba okozza).

A végpontjelzés:

- 1) az ekvivalenciapontban színét változtató komponenssel, indikátor színezékekkel
- 2) műszeres indikálási módszer

A titrálás alapjai

Eszközök



Klasszikus



Automata titrator

- számítógép vezérelt adagolás és adatgyűjtés
- teljes titrálási görbét rögzíti és matematikailag kiértékeli

A sav-bázis titrálások

- Erős sav titrálása erős lúggal (és fordítva)
- Gyenge sav titrálása erős lúggal (és fordítva)
- Gyenge sav titrálása gyenge lúggal (és fordítva)
- Többértékű savak/bázisok titrálása

A reakciók során lejátszódó folyamatok a sav-bázis egyensúlyokról tanultak alapján tárgyalhatók.

Mérőoldatok és készítésük

HCl, NaOH, KOH mérőoldat

(A karbonátion zavarja a sav-bázis meghatározásokat.)

Szilárd NaOH-ból beméréssel nem lehet pontos koncentrációjú oldatot készíteni

Standardizáló alapanyagok

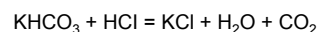
sav mérőoldatokhoz: KHCO_3 , bórax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)

lúg mérőoldatokhoz: KHftalát, oxálsav ($(\text{COOH})_2$), $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$

Erős sav – erős bázis titrálás**HCl mérőoldat készítése:**

Tömény 36 (m/m)%-os oldatból hígítással nem készíthető pontos koncentrációjú oldat, mert tömény sav erősen párolog, savas ködöt képez.

A hígított HCl oldat pontos koncentrációjának meghatározása KHCO_3 -ra történik.



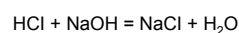
A KHCO_3 oldatot HCl oldattal metilvörös indikátor mellett átmeneti hagymavörös színig titráljuk, majd a titrálóombik tartalmát felforraljuk a CO_2 eltávózása végett, és újra átmeneti színig titráljuk.

Erős sav – erős bázis titrálás**NaOH mérőoldat készítése:**

Szilárd NaOH-ból beméréssel nem lehet pontos koncentrációjú oldatot készíteni, mert NaOH higroszkópos, felülete karbonátot tartalmaz.

Karbonátmentes oldat készítése:

- NaOH mennyiség kétszeresét bemérve, a fele mennyiség feloldódásáig rázogatójuk desztillált vízben és ezt az oldatot leöntjük NaOH-ról, majd újra oldjuk a maradék NaOH-t desztillált vízben.
- 50 (m/m) % konc. NaOH oldatot készítünk, melyben Na_2CO_3 nem oldódik, az oldatból kiülepszik. A csapadék feletti és a folyadék felületén lévő vékony karbonáthártya alatti tiszta oldatból hígítással készíthető el a mérőoldat.

Erős sav – erős bázis titrálás**NaOH oldat titrálása HCl oldattal**

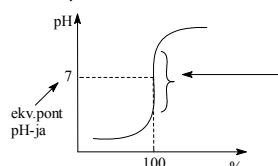
A titráló lombikban lévő NaOH oldat 10,00-10,00 cm³-es részleteit titráljuk a pontosan ismert koncentrációjú HCl oldattal metilvörös indikátor mellett hagymavörös színig.



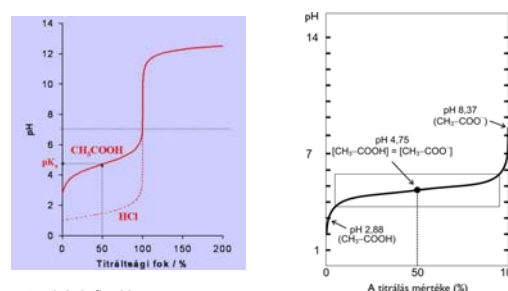
- **Az ekvivalencia pont előtt:** (a titráltsági fok < 100 %) A pH-t a még reagálatlan lúg határozza meg.
- **Az ekvivalencia pontban:** (a titráltsági fok = 100%) A pH-t a reakciótermék (NaCl) hidrolízise határozza meg.
- **Az ekvivalencia pont után:** (a titráltsági fok > 100%) A pH-t a feleslegbe kerülő sav határozza meg.

Erős sav – erős bázis titrálási görbéje

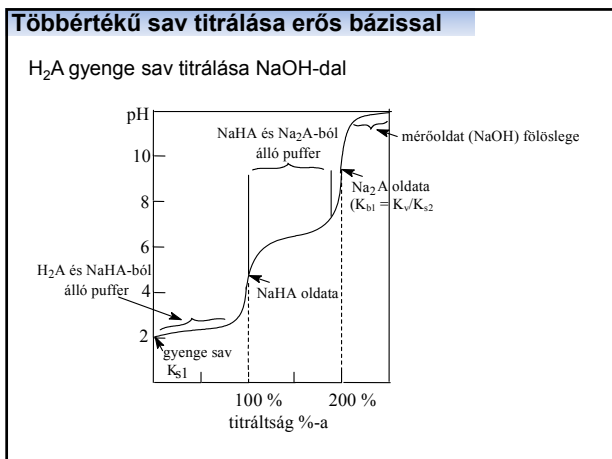
- A sav/bázis titrálási görbék y tengelyén mindig a pH van feltüntetve.
- Logaritmusos görbe.
- Egy inflexiós pont.



Az ekvivalenciapont környezetében nagy pH-ugrás van. Az ugrás függ az analitikai koncentrációtól. (Hígabb oldatot titrálva a pH-ugrás kisebb.)

Gyenge sav titrálása erős bázissal**ecetsav titrálása NaOH oldattal**

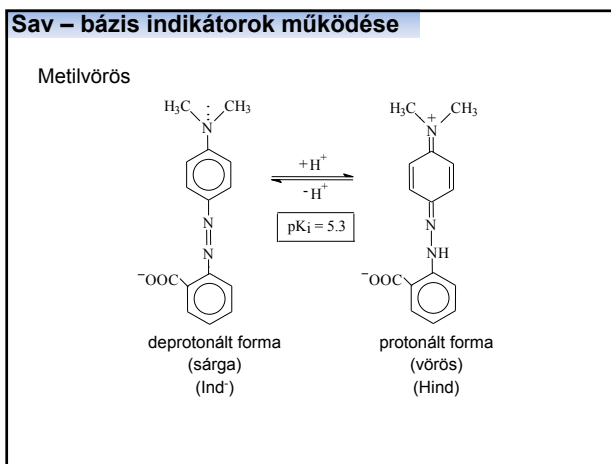
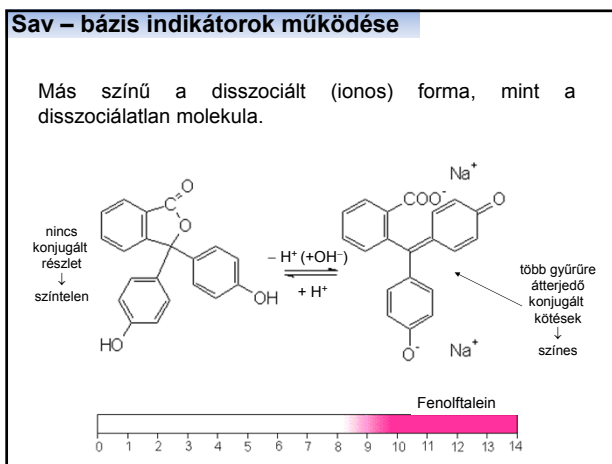
- két inflexiós pont
- minél nagyobb a disszociációs állandó, annál nagyobb lesz az ugrás a görbén az ekvivalencia pontban (ezért nem lehet gyenge savat gyenge lúggal eredményesen titrálni)



Sav – bázis indikátorok

- szerves festékmolekulák
- maguk is gyenge savak/bázisok
- nagy moláris abszorbancia
- átcsapási tartomány: $pH_{\text{tart}} = pK_i \pm 1$
- ideális indikátor: $pH_{\text{ekv}} = pK_i$
- legtöbbjük kétszínű

Az indikátor molekulák maguk is gyenge savak:

$$\text{Hind} + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{H}_3\text{O}^+ + \text{Ind}^- \quad K_1 = \frac{[\text{Ind}^-][\text{H}_3\text{O}^+]}{[\text{HInd}]} \quad [\text{H}_3\text{O}^+] = K_1 \cdot \frac{[\text{HInd}]}{[\text{Ind}^-]}$$


Sav – bázis indikátorok működése

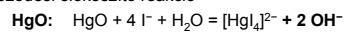
	pH = 1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
metilnarancs	red	orange	yellow	yellow	yellow	yellow	yellow	yellow	yellow	yellow	yellow
metilvörös	red	orange	orange	orange	orange	orange	orange	orange	orange	orange	orange
brómkrezolzöld	yellow	yellow	yellow	yellow	yellow	yellow	yellow	yellow	yellow	yellow	yellow
fenolftalein	colorless	colorless	colorless	colorless	colorless	colorless	colorless	colorless	colorless	colorless	colorless
tímolkék	red	orange	orange	orange	orange	orange	orange	orange	orange	orange	orange



A sav – bázis titrálások gyakorlata

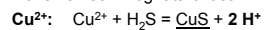
Közvetett sav-bázis mérések

- Komplexképződési előkészítő reakció

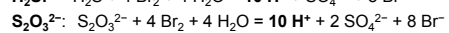
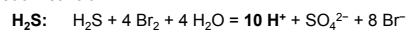


- Csapadékképződési előkészítő reakció

Nehézfémek meghatározása



- Előkészítő redoxireakció



- Enzimatisus előkészítő reakció:

lipáz: zsírok → zsírsavak

ureáz: karbamid → ammónia és széndioxid