

pH-potenciometria

1. Bevezetés

A **potenciometria** olyan elektroanalitikai módszer, amely során egy elektrolitoldatba merülő két elektródból összeállított elektrokémiai cella elektródjai között fennálló potenciálkülönbséget mérjük. Az elektródok felületén kialakuló elektródpotenciálok közvetlenül nem határozhatók meg, csak a két potenciál különbségének a regisztrálására van lehetőségünk. Az elektródpotenciál (E) és az azt kialakító elektroaktív komponens koncentrációja (c) (pontosabban aktivitása (a)) közötti összefüggést a Nernst-egyenlet írja le:

$$E = E_o + \frac{RT}{zF} \ln \frac{c_{ox}}{c_{red}}$$

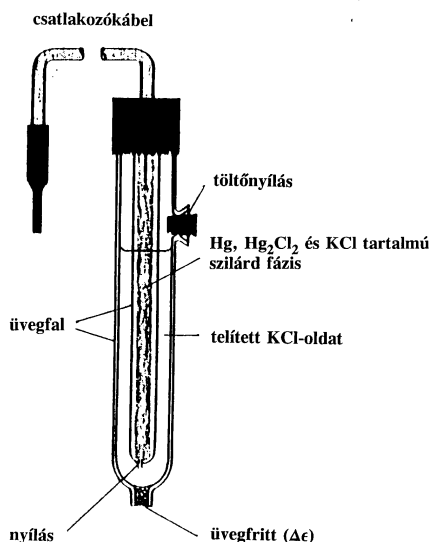
ahol E_o a standard elektródpotenciál, R az egyetemes gázállandó, T az abszolút hőmérséklet, z az oxidált és redukált formák oxidációsszámának a különbsége, F a Faraday-féle szám, míg c_{ox} illetve c_{red} a komponens oxidált illetve redukált formáinak a koncentrációja, ugyanis híg vizes oldatok esetén $c \approx a$ a feltételezésével a koncentráció értékek használhatók. Egy elsőfajú fémelektrod esetén (M fém merül M^{n+} ionokat tartalmazó oldatba) $c_{red} = 1$. Megállapodás alapján a hidrogénelektrod potenciálját 0,000 V-nak tekintjük, így elvileg bármelyik elektród potenciálja számszerűsíthető a megfelelő elektródokból összeállított elektrokémiai cella feszültségének a mérésével.

Ha a mérés során az egyik elektród potenciálját állandó értéken tartjuk és a másik elektród potenciálja a Nernst-egyenlet szerint függ a mérni kívánt komponens koncentrációjától, akkor az elektrokémiai cellán mért feszültség felhasználásával a keresett komponens koncentrációja meghatározható. Az állandó potenciálú elektródot referencia- (vonatkoztatási, viszonyító) elektródnak, míg a másikat indikátor- (mérő) elektródnak nevezzük.

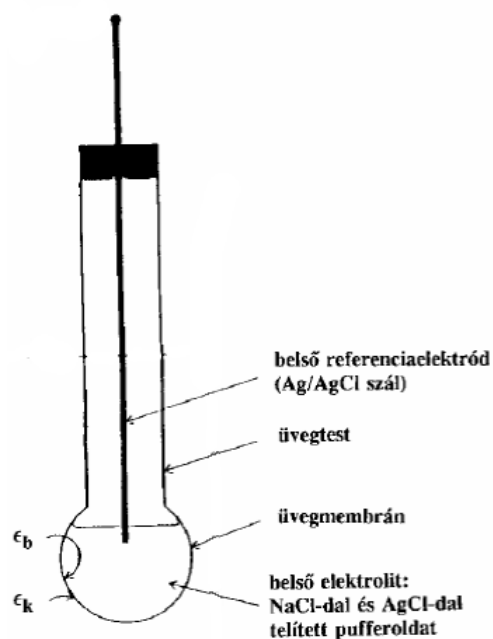
Referenciaelektrodként gyakran használnak ún. másodfajú fémelektrodot, amely egy fémből áll, amely rosszul oldódó sóját és a só anionjának egy jól oldódó sóját tartalmazó oldatba merül. Ilyenek például az **ezüst/ezüst-klorid** ($Ag/AgCl/KCl$) vagy a **kalomel** ($Hg/Hg_2Cl_2/KCl$) elektród (1. ábra). Ezeknek a másodfajú elektródoknak a potenciálja állandó (ha $[Cl^-] = \text{állandó}$ és $T = \text{állandó}$).

Az **indikátorelektrod** fontos tulajdonsága, hogy gyorsan és reverzibilisen tudja változtatni a potenciálját a mérni kívánt ion koncentrációjának a változásával. Az indikátorelektrodok egyik fontos csoportját a *membránelektrodok* egy másikat pedig az *inert (nemes)fém* elektródok alkotják.

A *membránelektrodok* ideális esetben csak egy adott ion vagy molekula mennyiségével arányos potenciált hoznak létre. Ez úgy alakul ki, hogy a membrán belső oldalán egy zárt térben referenciaoldat van, míg a membrán külső része a vizsgált oldattal érintkezik. A membrán belső és külső részén eltérő töltés alakul ki amely az ún. **membránpotenciált** eredményezi.



1. ábra
Kalomel elektród



2. ábra
Hidrogénion-szelektív elektród

Például a hidrogénion-szelektív elektród (2. ábra) vékony üvegmembránt tartalmaz, amely belülről egy adott pH-jú referenciaoldattal érintkezik. Az elektródot eltérő hidrogénion koncentrációjú (pH-jú) oldatokba helyezve a membrán külső oldalán eltérő potenciálok alakulnak ki, így az elektród – mivel potenciálja megváltozik – felhasználható pH mérésére.

A potenciometriás méréseknek két területe ismert. Az ún. **direkt potenciometria** során a mérendő feszültség pontos értékére vagyunk kíváncsiak (amelyből a Nernst-egyenlet alapján a keresett mintabeli komponens koncentrációja közvetlenül meghatározható; pl. egy minta pH-jának közvetlen mérése). A **potenciometrikus titrálás** során a keresett komponenst ismert koncentrációjú reagenssel visszük kémiai reakcióba és a titrálás során a mért feszültség értékeket a titrálószer térfogatának a függvényében ábrázolva titrálási görbét veszünk fel. A direkt potenciometria esetén fontos a mérőrendszer kalibrációja, amely általában kalibrációs egyenes felvételét jelenti a mérendő komponens koncentrációjának a meghatározása előtt. pH közvetlen mérésekor ($[H^+]$ meghatározása) ezt ismert pH-jú pufferoldatokkal végezzük. A potenciometrikus titrálások esetén az ekvivalenciaponthoz tartozó mérőoldat térfogatot keressük (a titrálási görbe inflexiós pontja), amelynek helyzete azonban nem függ a kalibrálástól, így itt a mérőrendszer külön hitelesítése nem szükséges.

2. pH-metriás módszerek

A pH az egyik leggyakrabban használt fogalom a kémiában. Az analitikai kémiában számos feladat során a pH beállítása és szabályozása alapvető fontosságú, ami szükségessé teszi a pH kellő pontosságú mérését. Ezen túlmenően, a savak, illetve bázisok koncentrációjának meghatározására gyakran a potenciometrikus titrálási módszerek csoportjába tartozó pH-metriás eljárást alkalmazunk. A pH-metriás titrálások során a titrált oldat pH-változását mérjük a titráló oldat térfogatának függvényében.

A pH-metriás módszer számos előnnyel rendelkezik a klasszikus, valamely indikátor színváltozásán alapuló sav-bázis meghatározásokkal szemben. Ez elsősorban arra vezethető vissza, hogy a pH-metriában általában a teljes titrálási görbe alapján történik a kiértékelés, míg a klasszikus módszerek esetében a görbe egy adott pontjához az ekvivalenciaponthoz tartozó térfogatot kívánjuk meghatározni. Az indikátorok alkalmazása szinte mindig elvi hibát okoz, mivel a színátcsapás pH-ja csak a legritkább esetben egyezik meg az ekvivalenciapont pH-jával. További gond, hogy az alkalmazott „detektorok” (szem) sokfélesége miatt a szubjektív hiba is jelentős lehet. Az ekvivalenciapont pontosabb meghatározásán túl a pH-metria a további előnyöket kínálja:

1. Ideális esetben a titrálási görbék jól definiált összefüggésekkel írhatók le. Az elméletileg várható görbealaktól való eltérés jelezheti egyrészt sav-bázis szennyeződések jelenlétét, másrészt a titrálás során valamely hiba bekövetkezését.
2. A titrálási görbék megfelelő matematikai eljárásokkal történő kiértékelésével többkomponensű sav-, illetve báziselegyek egyes komponenseinek koncentrációja meghatározható.
3. Szintén a numerikus feldolgozás előnyeit kihasználva (általában valamilyen módon a görbék deriváltjait előállítva) a viszonylag rosszul definiált inflexiós pontok is meghatározhatók. Azaz, viszonylag gyenge elektrolitok, illetve híg oldatok koncentrációja is meghatározható.
4. Gyenge elektrolitok esetében ugyanazon titrálási görbéből nemcsak a koncentráció, hanem a savi disszociációs állandó (pK_a) is meghatározható.
5. A módszer automatizálható. A gyakorlati élet különböző területein működő - ipari, orvosi, mezőgazdasági, stb. - laboratóriumok igényeit szem előtt tartva számos sorozatanalízisre alkalmas pH-metriás rendszert dolgoztak ki.

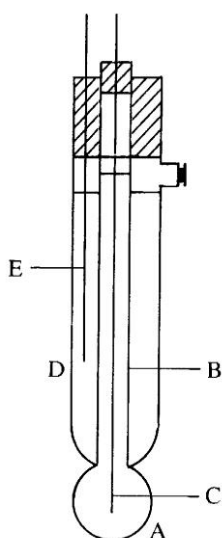
3. A pH-metriás berendezés

A legegyszerűbb pH-metriás mérőrendszer három fő alkotója a **pH-mérő**, a **hidrogénion-szelektív elektród** és egy **referenciaelektród**. A **pH-mérő** legegyszerűbb esetben egy voltmérő (vagy feszültségmérő), mely alkalmas a két elektród közötti elektromotoros erő megfelelő pontosságú mérésére. Igényesebb mérések esetén elvárás, hogy a pH-t legalább három tizedesjegy pontossággal tudjuk mérni. Miután a Nernst-egyenlet alapján a pH egységnyi változása kb. 59 mV-nak felel meg, ez azt jelenti, hogy a pH-mérőnek ~0,06 mV pontossággal kell mérnie. A pH-metria során a mérőrendszer ellenállását kellően nagyra tervezik (10^{12} - 10^{14} ohm), így az átfolyó áram mennyisége minimális, és jó közelítéssel az egyensúlyi potenciált mérjük.

Hidrogénion-szelektív elektródként általában üvegelektrodot használunk (2. ábra). Az elektród a speciális üvegmembrán két oldala közötti potenciálkülönbséget méri. A belső elektródtér pufferoldatot tartalmaz, így a belső felület potenciálja állandó. A pH-metriás titrálás során az üvegelektrodon mért potenciálváltozás a külső elektródfelületen kialakuló potenciálváltozással egyezik meg.

Referenciaelektródként másodfajú elektródot alkalmazunk. Az 1. ábra egy kalomel elektródot mutat be. A belső elektródtérben a szilárd felületen kialakuló potenciál mindaddig állandó, amíg az anion koncentrációja és a hőmérséklet állandó. Az elektród belső tere és a vizsgált oldat közötti elektromos vezetést egy porózus üvegfritt biztosítja, mely telítődik a belső elektrolitoldattal, valamint a vizsgált mintával. Gyakorlati szempontból ez az üvegfritt számos hiba forrása lehet. Amennyiben a titrálás során az oldat ionerőssége számottevően változik, az elektród ellenállása is változik és a vonatkoztatási elektród potenciálja nem tekinthető állandónak. Az ebből fakadó hiba háttérelktrolit hozzáadásával, azaz állandó ionerősség beállításával küszöbölhető ki.

Az előzőekben leírtaknak ellentmondani látszik, hogy a pH-metriás mérések során a legtöbb esetben kettő helyett csak egy, úgynevezett kombinált üvegelektrodot használunk (3. ábra). Itt egy elektródtestbe van beépítve az indikátor- és a referenciaelektród. E megoldás vitathatatlan hátránya hogy törés esetén mindkét elektród egyaránt használhatatlanná válik. Előnyt jelent viszont a kisebb helyigény és az elektródok állandó geometriájú elrendezése.



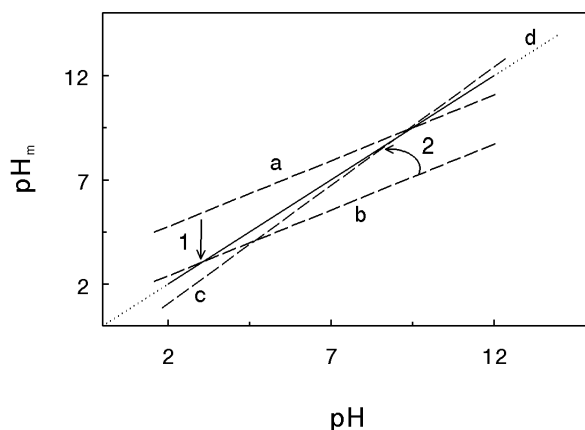
3. ábra. Kombinált üvegelektrod

- A – üvegmembrán;
- B – Belső üvegszár, klorid tartalmú puffer oldattal
- C – Ag/AgCl fémszál;
- D – Külső üvegszár, kerámia csomakkal, AgCl-al telített KCl-oldattal;
- E – Ag/AgCl referenciaelektród

4. A pH-metriás berendezés kalibrálása

A pontos pH-mérés alapfeltétele a mérés során alkalmazott elektród pár megbízható kalibrációja. A kalibráció célja annak elérése, hogy az elektród válaszfüggvénye minél szélesebb pH-tartományban 1-es meredekségű egyenes legyen (4. ábra). Egy jobb fajta elektród esetében ez a linearitás a $\text{pH} = 2,0 - 12,0$ tartományban várható el. A kisebb és nagyobb pH-jú oldatokban számottevővé válik a sav-, illetve alkáli-hiba.

A gyakorlatban az egyik legelterjedtebb kalibrációs módszer az ún. kétpontos kalibráció. Ehhez két ismert pH-jú pufferoldatra van szükség. A puffereket úgy célszerű kiválasztani, hogy minél szélesebb pH-tartományt fogjanak át. Az egyik puffer gyakran $0,05 \text{ mol dm}^{-3}$ KH-ftalát oldat ($\text{pH}=4,008$, 25°C -on). A másik puffer lehet például $0,01 \text{ mol dm}^{-3}$ bórax oldat ($\text{pH}=9,170$, 25°C -on). A kalibráció során előbb az első pufferoldatba merítjük az elektródot, és a pH-mérő megfelelő szabályozó-gombjával (általában PUFFER 1-nek jelölik) a kijelzőn beállítjuk az oldat pH-ját. Ilyenkor a válaszfüggvényt a függőleges tengely mentén toljuk el (4. ábra). Ezt követően az elektródot a második pufferbe merítjük és a második szabályozó gombbal (jelölése általában PUFFER 2, SENSITIVITY vagy SLOPE) beállítjuk a megfelelő pH-t a kijelzőn. Ez a művelet a válaszfüggvényt egy adott pont körül forgatja el.



4. ábra. Az üvegelektrod válaszfüggvényei

a: kalibrálatlan üvegelektrod, b: a kalibrációs ciklus első lépése után

c: a kalibrációs ciklus második lépése után, d: optimális válaszfüggvény (folytonos vonal)

A kalibráció két lépését mindaddig ismételjük, amíg az első pufferre történő beállítást követően a második puffer mért pH-ja megegyezik a várt értékkel. Modernebb készülékekben már automatikus a kalibráció, amikor a fenti kalibrációnak csak az első ciklusát kell elvégezni. A két pufferre mért adatokból a készülék automatikusan számítja, és beállítja az elméleti válaszfüggvénynek megfelelő paramétereket.

5. A Gran-függvények

A Gran-módszer a pH-metriás titrálási görbék egyenessé alakításán (linearizálás) alapuló kiértékelési eljárás. A kísérleti adatok transzformációját követően két egyenest kapunk melyek a vízszintes tengelyt az ekvivalenciapontban metszik. A levezetésekben alkalmazott jelölések:

C_S	a titrált oldat savkoncentrációja
V_0	a titrált minta térfogata
C_B	a titráló lúgoldat koncentrációja
V_B	a titráló lúgoldat térfogata
V_E	az ekvivalenciaponthoz tartozó térfogat

5.1. Egyértékű erős sav - erős bázis titrálási görbe kiértékelése

Ekvivalenciapont előtti tartomány

Az ekvivalenciapont előtti savfelesleg a következő összefüggéssel adható meg:

$$[H^+] = \frac{(V_E - V_B)C_B}{V_0 + V_B}$$

Figyelembe véve, hogy $[H^+] = 10^{-pH}$:

$$(V_0 + V_B) \cdot 10^{-pH} = (V_E - V_B) \cdot C_B$$

Amennyiben a fenti függvény bal oldalát a V_B függvényében ábrázoljuk egyenest kapunk, mely a vízszintes tengelyt V_E -ben metszi.

Ekvivalenciapont utáni tartomány

Ekvivalenciapont utáni lúgfelesleg a következőképpen adható meg:

$$[OH^-] = \frac{(V_B - V_E)C_B}{V_0 + V_B}$$

Figyelembe véve, hogy $[OH^-] = K_v/[H^+]$ azaz $[OH^-] = 10^{pH-pK_v}$:

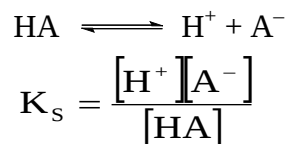
$$(V_0 + V_B) \cdot 10^{pH-pK_v} = (V_B - V_E) \cdot C_B$$

ahol K_v a vízion-szorzat.

Amennyiben a fenti függvény bal oldalát a V_B függvényében ábrázoljuk egyenest kapunk, mely a vízszintes tengelyt V_E -ben metszi.

5.2. Egyértékű gyenge sav - erős bázis titrálási görbe kiértékelése

A titrálás ekvivalenciapont előtti szakaszában a puffer-rendszerekre vonatkozó összefüggéseket kell alkalmaznunk. A gyenge sav disszociációja:



A savi és bázikus forma koncentrációja:

$$[\text{HA}] = \frac{C_B(V_E - V_B)}{V_0 + V_B} \quad [\text{A}^-] = \frac{C_B V_B}{V_0 + V_B}$$

Az egyensúlyi koncentrációkat az előző összefüggésbe behelyettesítve és figyelembe véve, hogy $[\text{H}^+] = 10^{-\text{pH}}$:

$$V_B 10^{-\text{pH}} = (V_E - V_B) \cdot 10^{-\text{p}K_s}$$

Amennyiben a fenti függvény bal oldalát a V_B függvényében ábrázoljuk egyenest kapunk, mely a vízszintes tengelyt V_E -ben metszi.

Az egyértékű gyenge sav - erős bázis titrálási görbe ekvivalenciapont utáni szakaszának kiértékelése megegyezik az erős sav titrálási görbéjének kiértékelésével.

A Gran-függvények segítségével sokkal pontosabban meghatározható a titrálási görbék inflexiós pontja (az ekvivalenciapont), mint grafikus szerkesztéssel. Ezen túlmenően a kísérleti adatokból számolt Gran-függvények egyenestől való eltérése szennyeződések jelenlétét, illetve a pH-metriás rendszer hibás működését jelezheti. A savas és lúgos ágból meghatározott ekvivalenciapontok hibahatáron túli eltérése szintén szennyeződések jelenlétére utal (pl. a KOH mérőoldat jelentősebb karbonát-szennyeződésére).

A Gran-függvények igen jól használhatók akkor, amikor a titrálási görbe teljes felvételére valamilyen ok miatt nincs lehetőség. Erre egy konkrét példa a fémionok oldataiban lévő szabad savtartalom meghatározása. Ekkor a titrálás előrehaladtával a fémion hidrolízise miatt csapadékleválás történik és a savtartalmat a titrálási görbe kezdeti szakaszából, az erős savakra vonatkozó Gran-függvényt alkalmazva extrapolálással határozzuk meg.

6. Gyakorlati feladatok

Kötelezően elvégzendő gyakorlat előtti feladatok

- Nézzen utána a KH-ftalát szerkezeti- és összegképletének, illetve keresse meg és a jegyzőkönyvébe jegyezze fel a KOH-dal lejátszódó reakció rendezett egyenletét.
- Számítsa ki a bemérendő KH-ftalát mennyiségét.
- Számítsa ki, hogy az egyes törzsoldatokból hány cm^3 -t kell bemérnie a titrálásokhoz.
- A gyakorlatra készítse elő a jegyzőkönyvet, amely tartalmazza az elméleti bevezetőt, a gyakorlatok leírását/receptjét, azokhoz tartozó rendezett egyenleteket, a titráláshoz szükséges számításokat levezetve.

Megjegyzés: Amennyiben a hallgató felkészületlenül érkezik a gyakorlatra, tehát nincs előkészített jegyzőkönyve vagy a zh-t elégtelenre írja meg, abban az esetben a gyakorlatról a hallgató elégtelen gyakorlati jeggyel elküldhető.

1. 0,05 mol/dm³ koncentrációjú KH-ftalát törzsoldat készítése

A szekrényben található egyik fiolából a pontosan bemért mennyiségű KH-ftalátot 100 cm³-es mérőlombikban kb. 70 ml desztillált vízzel feloldjuk, és a lombikot desztillált vízzel jelig töltve az oldatot 100 cm³-re hígítjuk majd homogenizáljuk. Az így készített 0,05 mol/dm³ koncentrációjú KH-ftalát törzsoldat kettős célt szolgál:

- 1.) Az elektród kalibrációjánál ez lesz az egyik standard puffer: **pH-ja pontosan 4,008** 25°C-on.
- 2.) Az oldat ismert térfogatú részletét lúggal titrálva határozzuk meg a titráló KOH oldat pontos koncentrációját.

2. Kb. 0,1 mol/dm³ KOH oldat pontos koncentrációjának meghatározása

A titráló lúg koncentrációját a KH-ftalát törzsoldat segítségével határozzuk meg. A rendelkezésre álló oldatokból 150 cm³-es főzőpohárban 100 cm³ mintát állítunk össze, melynek összetétele a következő:

KH-ftalátra legyen **0,005 mol/dm³** (A törzsoldat **0,05 mol/dm³** koncentrációjú.)

KCl-ra legyen **0,2 mol/dm³** (A törzsoldat **2 mol/dm³** koncentrációjú.)

Számolja ki, hogy az egyes törzsoldatokból hány cm³-t kell bemérnie. Ezután desztillált vízzel 100 cm³-re egészítse ki a mintát. A szükséges mennyiségű desztillált vizet mérőhengerrel mérje, hiszen a direkt potenciometriával ellentétben, titrálásnál nem az oldat abszolút koncentrációja fontos, hanem az edénybe bemért sav mennyisége.

Ezután gyakorlatvezető útmutatása alapján hozzuk kiinduló állapotba az automata bürettát, majd tegyük a főzőpoharat a mágneses keverő lapjára, helyezzük bele a lemosott keverőt és kombinált elektródot, valamint a bürettavéget úgy, hogy kb. 1 cm-re az is merüljön az oldatba, és indítsuk el a keverést. Néhány perc várakozás után, ha a kijelzőn stabilizálódott a pH értéke, jegyezzük azt le.

A mintát folyamatos kevertetés mellett KOH oldattal titráljuk. A titráló oldat adagolását a következők szerint végezzük:

0 - 3 ml között 0,5 ml-ként

3 - 6 ml között 0,2 ml-ként

6 - 8 ml között 0,5 ml-ként

Előbb a jegyzőkönyvben, majd egy számológépes állományban is rögzítsük a **cm³-pH** adatpárokat (két oszlopban). Végül a számológépes program (Gran-féle linearizáció) segítségével állapítsuk meg az ekvivalenciapontot. Az ehhez tartozó cm³ érték a fogyás, aminek segítségével számoljuk ki a **titráló KOH oldat pontos koncentrációját** a tizedes vessző után négy értékes jeggyel.

3. Kb. 0,1 mol/dm³ HCl oldat pontos koncentrációjának meghatározása

A rendelkezésre álló oldatokból 150 cm³-es főzőpohárban 100 cm³ mintát állítunk össze, melynek összetétele a következő:

HCl: kb. 0,005 mol/dm³

KCl: $0,2 \text{ mol/dm}^3$

Ezután az előbb ismertetett módon végezzük el a titrást, de most más adagolási menetrend szerint:

0 - 4 cm^3 között $0,5 \text{ cm}^3$ -ként

4 - 6 cm^3 között $0,2 \text{ cm}^3$ -ként

6 - 8 cm^3 között $0,5 \text{ cm}^3$ -ként

Rögzítsük a **cm^3 – pH** adatpárokat, és számítsuk ki a fogyást, majd abból a titráló KOH oldat pontos koncentrációjának ismeretében **a palackban lévő ismeretlen koncentrációjú sósav törzsoldat** pontos koncentrációját négy értékes jeggyel.

4. Sósav-ecetsav savkeverék koncentrációjának meghatározása

A rendelkezésre álló oldatokból 150 cm^3 -es főzőpohárban 100 cm^3 mintát állítunk össze, melynek összetétele a következő:

HCl: kb $0,003 \text{ mol/dm}^3$

Ecetsav: kb. $0,003 \text{ mol/dm}^3$

KCl: $0,2 \text{ mol/dm}^3$

A mintát folyamatos kevertetés mellett KOH oldattal titráljuk. A titráló oldat adagolását a következők szerint végezzük:

0 - 8 cm^3 között $0,2 \text{ cm}^3$ -ként

Ábrázoljuk a titrálási görbét. Határozzuk meg a két komponens koncentrációját egyrészt a megfelelő Gran-függvények segítségével, másrészt a differenciagörbe felvételével. A differenciagörbe felvételéhez számítsuk ki a szomszédos titrálási pontokhoz tartozó $\Delta\text{pH}/\Delta V_B$ - értékeket, valamint a titráló lúg szomszédos pontokhoz tartozó átlagtérfogatát ($\bar{V}_B$). Ábrázoljuk, és értelmezzük a $\Delta\text{pH}/\Delta V_B - \bar{V}_B$ függvényt.

Útmutató a pH-metriás mérések kivitelezéséhez

Mindegyik készüléknél hárompontos kalibrációt végzünk az európai szabványnak megfelelően **4,01 ; 6,86 és 9,18**-as pH-jú pufferekkel. Az első puffer a hallgatók által elkészített $0,05 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú KH-ftalát oldat, a másik kettő külön edényben rendelkezésre áll.

ABU büretta + Thermo Orion 2 Star pH-mérő



1. ábra: Készülék felépítése

• *Az elektród használatával kapcsolatos tudnivalók*

- Az elektród mérésen kívül 1 M-os KCl-oldatban áll, így az üvegmembrán két oldalán ugyanaz az oldat található. Ebben az esetben ugyanis nincs ionvándorlás, az üvegmembrán „nyugalmi” állapotban van.
- Az elektród szárának felső részén **töltőnyílás (2. ábra)** található, amit a mérések kezdetén ki kell nyitni és csak a gyakorlat végén visszazárni a gumidugóval.
- Az elektród tisztítása bő, folyó desztillált vizes mosással történik, majd szűrőpapírral való törléssel, a membrán felületén óvatos mozdulatokkal, inkább leitatva a nedvességet, a dörzsölést kerülniük.
- A Thermo Orion 2 Star pH-mérő elektródja szárának alsó részén található



2. ábra :
töltőnyílás



3. ábra :
üvegfritt

üvegfritt (3. ábra) biztosítja az átjárást a külső és belső oldatok között (fehér kis pötty), ennek kell feltétlenül a mintaoldatba érni. Új mintába helyezés előtt az elektródot le kell tisztítani.

- Kerüljük el, hogy az elektród a levegőn álljon, ezáltal kiszáradjon és az üvegfrittre szilárd KCl só üljön ki. Szintén kerüljük el, hogy a titrálás végén, az erősen lúgos oldatban álljon az elektród hosszabb ideig.
- Titrálás előtt a berendezés összeállítása során ügyeljünk rá, hogy a főzőpohár belső falához a keverőmagon kívül semmi ne érjen, az elektród, a lúgbevezető kapilláris és a mágneses keverőmág se érintkezessen egymással.

- **Kalibrálás**

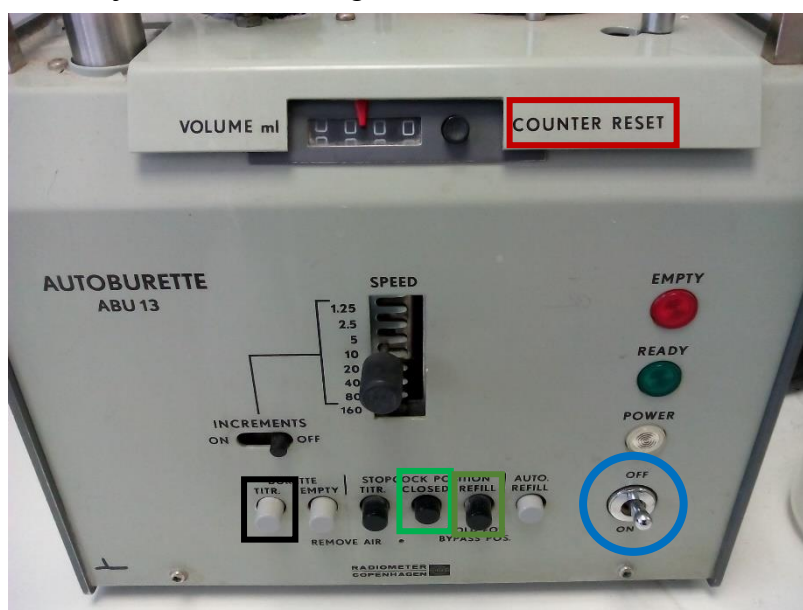
- Az elektród lemosása és törlése után a Thermo Orion 2 Star pH-mérőt (4. ábra) bekapcsoljuk (**felső középső gomb**), a 4,005-ös pH-jú pufferrel kezdjük a kalibrálást, a **Calibrate** gomb megnyomásával, ha már nem villog a pH kijelzés (egyensúly beállítását jelenti), akkor ugyanezzel a gombbal el kell fogadni a kijelzett pH-értéket. Ezután a sorban a következő pufferekbe merítjük a letisztított elektródot és ugyanígy járunk el.
- A kalibrálás végén a műszer kijelzi a Slope (SLP) értékét, aminek 100%-hoz közeli értéknek kell lennie, valamint a pH(0) értékét. Az érzékenység (SLP) értékét fel kell jegyezni, pár pillanat múlva eltűnik a kijelzőről.



4. ábra : Orion 2 Star pH-mérő
(bekapcsoló gomb, **Calibrate**)

- **Bürettahasználat**

- A készülék (5. ábra) jobb alsó részén található **billenő kapcsolóval** bekapcsoljuk a készüléket.
- A **Closed** gomb kiengedésével kezdjük. Ha a készüléken a READY lámpa világít, akkor a készülék mérésre készen áll.
- A fekete színű **Refill** gomb rövid ideig tartó megnyomásával feltölti a bürettát (lehetséges némi fáziskésés, türelemmel várjunk kb. 20-30 másodpercet). A fogaskerekes szelep ekkor átáll töltő állásba, azaz a lúgtartály és a büretta van összekötve, a dugattyú lefelé mozog. Ha megtelt a büretta, a szelep újra visszaáll adagoló állásba, ekkor a büretta az adagoló kapillárisal van összeköttetésben, a dugattyú felfelé fog mozogni.
- Ezt követően a szürke színű **Tit.** feliratú gomb nyomva tartásával lehet az üvegkapillárison át adagolni a lúgoldatot. A gyakorlat elején a bürettát levegőmentesíteni kell, tehát a bürettát az adagolóval összekötő vezetékben nem lehet buborék (a vezeték nem jól átlátható, minimum 4 ml lúgoldatot kell kiengedni a bürettából).
- A bürettát újból feltöltjük, a számlálót nullázzuk a **Counter Reset** gombbal, leöblítjük és letöröljük a lúgadagoló kapillárist és a végét az oldatba helyezzük 1 cm mélyen.
- A készülék összeállítása során ügyeljünk rá, hogy a főzőpohár belső falához a keverőmagon kívül semmi ne érjen, az elektród, a lúgbevezető kapilláris és a

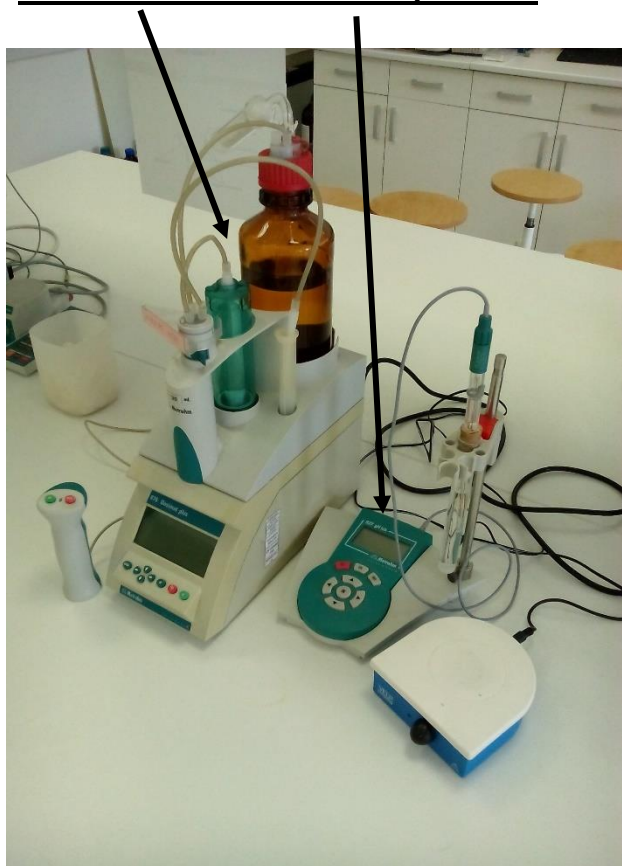


5. ábra : ABU büretta (bekapcsoló billenő kapcsoló, **Closed**, **Refill**, **Tit.**, **Counter Reset**)

mágneses keverőmag egymással se érintkezessen.

- A keverőt áram alá helyezzük és elindítjuk a kevertetést (intenzív legyen, de ne keltsen örvényt az oldatban).
- A kiindulási pH ($V = 0$ mL) leolvasását követően hozzáadjuk az első, *gyakorlati leírásban feltüntetett* térfogatú mérőoldatot: az előírt térfogathoz minél közelebbi mennyiséget engedünk a mintánkba. A számlálón a piros háromszög jelzi a tizedesvesszőt. Kerüljük el a rövid, szakaszos lúgadagolást, ehelyett **egyetlen hosszú gombnyomással** engedjük ki a mérőoldat-adagot. A **pontosan leolvasott** térfogat feljegyzése a fontos, nem a jól megközelített előírt térfogat. A számlálón két tizedesjegyig szerepelnek a számjegyek, azonban a harmadik tizedesjegyet is meg kell becsülni az alapján, hogy a második tizedesjegy két számjegye között hol állt meg az adagolás.
- A titrálás egy szakaszán az egyensúly beállása lassabb, ekkor 2 perc várakozás után le kell olvasni a kijelzett értéket és folytatni a következő lúgtérfogat hozzáadásával.
- A titrálás befejezésével feltöltjük a burettát.
- A gyakorlat végén benyomjuk a **Closed** gombot is, a letisztított elektródot visszatesszük az 1 M-os KCl oldatba, visszazárjuk a töltőnyílást, az üvegkapillárist a lúgtartály folyadékszintjéig emeljük és főzőpoharat teszünk alá, kikapcsolunk minden készüléket és áramtalanítjuk a keverőt.

Dosimat büréta + Metrohm pH-mérő



1. ábra : Készülék felépítése

üvegfrítt (3. ábra) biztosítja az átjárást a külső és belső oldatok között (fehér kis pötty), ennek kell feltétlenül a mintaoldatba érni. Új mintába helyezés előtt az elektródot le kell tisztítani.

- Kerüljük el, hogy az elektród a levegőn álljon, ezáltal kiszáradjon és az üvegfrítre szilárd KCl só üljön ki. Szintén kerüljük el, hogy a titrálások végén, az erősen lúgos oldatban álljon az elektród hosszabb ideig.
- Titrálás előtt a berendezés összeállítása során ügyeljünk rá, hogy a főzőpohár belső falához a keverőmagon kívül semmi ne érjen, az elektród, a lúgbevezető kapilláris és a mágneses keverőmag se érintkezessen egymással.



2. ábra :
töltőnyílás



3. ábra :
üvegfrítt

• Kalibrálás

- Metrohm pH-mérőknél (4. ábra): A **piros gomb** megnyomásával történő bekapcsolás után a **CAL** gomb megnyomásával elkezd a kalibrálást. Rákérdez, hogy az elektródot belemerítettük-e a pufferbe – **OK**. Ezután a hőmérsékletet lehetne állítani, az alapértelmezett 25,0 °C-t fogadjuk el – **OK**. Ezt követően kiírja a pH-értéket, amire kalibrál, az ajtó felőli készülék **növekvő pH sorrendjében** kéri a pufferoldatokat. Az egyensúly beállítását (a drifting felirat és a függvény eltűnését) követően **OK** gomb



4. ábra : Metrohm pH-mérő
(bekapcsoló gomb, **CAL**, **OK**)

megnyomásával fogadjuk el. A pH-mérő ekkor kéri a következő puffereket, melyekkel hasonlóan kell eljárni. Ebben az esetben az egyes pufferekre mért feszültség (mV) értékeket is feltünteti a készülék.

- A kalibrálás végén a műszer kijelzi a Slope (SLP) értékét, aminek 100%-hoz közeli értéknek kell lennie, valamint a pH(0) értékét. Az érzékenység értékét fel kell jegyezni, pár pillanat múlva eltűnik a kijelzőről.

• **Bürettahasználat**

- A készülék (5. ábra) elején található piros **Fill** feliratú kapcsolóval bekapcsoljuk a készüléket.

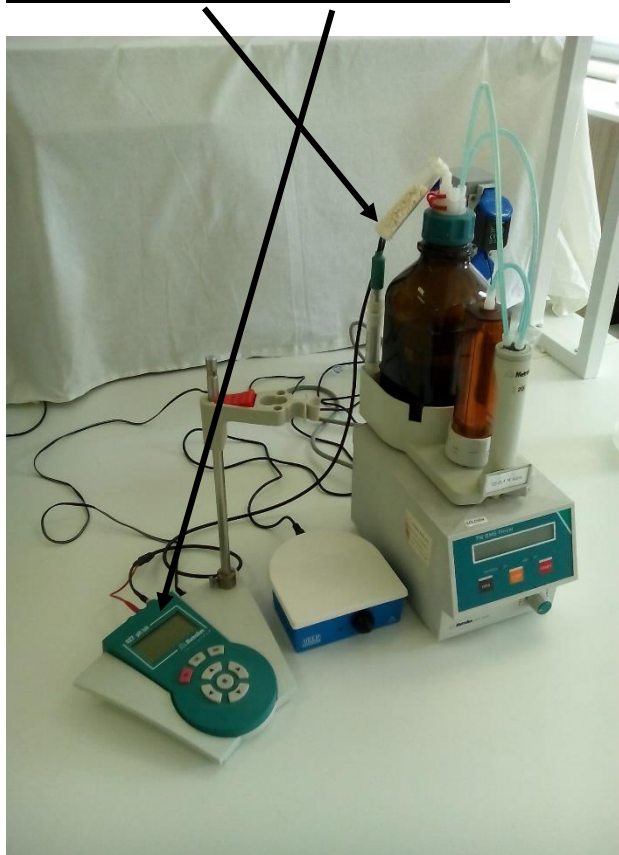
- A készülék automatikusan feltölti a bürettát, melyet a büretta előtti szelep mozgása mutat. A szelep ekkor ugyanis átáll töltő állásba, azaz a lúgtartály és a büretta van összekötve, a dugattyú lefelé mozog. Ha megtelt a büretta, a szelep újra visszaáll adagoló állásba, ekkor a büretta az adagoló kapillárisal van összeköttetésben, a dugattyú felfelé fog mozogni.



5. ábra: Dosimat büretta

- Ezt követően a zöld színű **GO** feliratú gomb nyomva tartásával lehet a lúgbevezetőn keresztül adagolni a lúgoldatot. A gyakorlat elején a bürettát levegőmentesíteni kell, tehát a bürettát az adagolóval összekötő vezetékben nem lehet buborék. Előfordulhat, hogy több ml mérőoldat hozzáadása és többszöri „megpöccentés” után a vezeték falán mégis marad picit buborék, ami nem mozdul, ekkor a titrást elkezdhetjük, de folyamatosan figyelni kell, hogy nem került-e a mintába a buborék.
- A bürettát feltöltjük a **Fill** feliratú gomb megnyomásával, a feltöltés befejezése után még egyszer megnyomva a **Fill** gombot a számláló nullázódik, majd leöblítjük és letöröljük a lúgadagoló kapillárisát és a végét az oldatba helyezzük 1 cm mélyen.
- A készülék összeállítása során ügyeljünk rá, hogy a főzőpohár belső falához a keverőmagon kívül semmi ne érjen, az elektród, a lúgbevezető kapilláris és a mágneses keverőmág egymással se érintkezessen.
- Elindítjuk a kevertetést (intenzív legyen, de nem keltsen örvényt az oldatban).
- A kiindulási pH ($V = 0$ mL) leolvasását követően hozzáadjuk az első, a *gyakorlati leírásban feltüntetett* térfogatú mérőoldatot: az előírt térfogathoz minél közelebbi mennyiséget engedünk a mintánkba. Kerüljük el a rövid, szakaszos lúgadagolást, ehelyett **egyetlen hosszú gombnyomással** engedjük ki a mérőoldat-adagot. A **pontosan leolvasott** térfogat feljegyzése a fontos, nem a jól megközelített előírt térfogat.
- A titrálság egy szakaszán az egyensúly beállása lassabb, ekkor 2 perc várakozás után le kell olvasni a kijelzett értéket és folytatni a következő lúgtérfogat hozzáadásával.
- A titrálság befejezésével feltöltjük a bürettát.
- A gyakorlat végén visszazárjuk az elektród töltőnyílását, a letisztított elektródot visszatesszük az 1 M-os KCl oldatba, a lúgadagoló vezetékét a műanyag tokjába, és kikapcsolunk minden készüléket. A titrátort a **Fill** gomb hosszan történő megnyomásával kapcsoljuk ki.

Titrimo bűretta + Metrohm pH-mérő



1. ábra : Készülék felépítése
ami a tisztítást megnehezítheti, így körültekintőbben kell eljárni; az üvegmembrán és a lábak között is ki kell öblíteni az előző mintából származó maradékot és szűrőpapírral kiitatni a vízcseppeket.

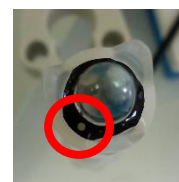
- A Metrohm pH-mérő esetén a műanyag lábacsok feletti fekete sávnak kell feltétlenül a mintaoldatba érni. Új mintába helyezés előtt az elektródot le kell tisztítani.
- Kerüljük el, hogy az elektród a levegőn álljon, ezáltal kiszáradjon és az **üvegfrütre (3. ábra)** szilárd KCl só üljön ki. Szintén kerüljük el, hogy a titrálás végén, az erősen lúgos oldatban álljon az elektród hosszabb ideig.
- Titrálás előtt a berendezés összeállítása során ügyeljünk rá, hogy a főzőpohár belső falához a keverőmagon kívül semmi ne érjen, az elektród, a lúgbevezető kapilláris és a mágneses keverőmág se érintkezessen egymással.

• Az elektród használatával kapcsolatos tudnivalók

- Az elektród mérésen kívül 1 M-os KCl-oldatban áll, így az üvegmembrán két oldalán ugyanaz az oldat található. Ebben az esetben ugyanis nincs ionvándorlás, az üvegmembrán „nyugalmi” állapotban van.
- Az elektród szárának felső részén **töltőnyílás (2. ábra)** található, amit a mérések kezdetén ki kell nyitni és csak a gyakorlat végén visszazárni a gumidugóval.
- Az elektród tisztítása bő, folyó desztillált vizes mosással történik, majd szűrőpapírral való töröléssel, a membrán felületén óvatos mozdulatokkal, inkább leitatva a nedvességet, a dörzsölést kerüjük.
- A Metrohm pH-mérő esetén az elektród műanyag bevonattal és „lábakkal” van ellátva,



2. ábra :
töltőnyílás



3. ábra :
üvegfrü

- **Kalibrálás**

- Metrohm pH-mérőknél: A **piros gomb** megnyomásával történő bekapcsolás után a **CAL** gomb megnyomásával elkezdődik a kalibrálás. Rákérdez, hogy az elektródot belemerítettük-e a pufferbe – **OK**. Ezután a hőmérsékletet lehetne állítani, az alapértelmezett 25,0 °C-t fogadjuk el – **OK**. Ezt követően kiírja a pH-értéket, amire kalibrál, az ablak felőli készülék **csökkenő pH sorrendjében** kéri a pufferoldatokat. Az egyensúly beállítását (a *drifting* felirat és a függvény eltűnését) követően **OK** gomb megnyomásával fogadjuk el a kiírt pH-értéket. A pH-mérő ekkor kéri a következő puffereket, melyekkel hasonlóan kell eljárni. Ebben az esetben az egyes pufferekre mért feszültség (mV) értékeket is feltünteti a készülék.
- A kalibrálás végén a műszer kijelzi a Slope (SLP) értékét, aminek 100%-hoz közeli értéknek kell lennie, valamint a pH(0) értékét. Az érzékenység (SLP) értékét fel kell jegyezni, pár pillanat múlva eltűnik a kijelzőről.



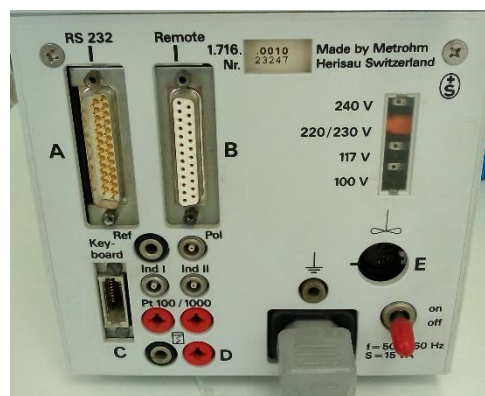
4. ábra : Metrohm pH-mérő (bekapcsoló gomb, **CAL**, **OK**)

- **Bürettahasználat**

- A készülék hátulján található **piros billenő kapcsolóval** (5. a ábra) bekapcsoljuk a készüléket.
- A készülék automatikusan feltölti a bürettát, melyet a büretta alatti szelep mozgása mutat. A szelep ekkor ugyanis átáll töltő állásba, azaz a lúgtartály és a büretta van összekötve, a dugattyú lefelé mozog. Ha megtelt a büretta, a szelep újra visszaáll adagoló állásba, ekkor a büretta az adagoló kapillárisal van összeköttetésben, a dugattyú felfelé fog mozogni.

DOS

- Ezt követően a készüléken (5. b ábra) feliratú gomb nyomva tartásával lehet a lúgbevezető kapillárison keresztül adagolni a lúgoldatot. A gyakorlat elején a bürettát levegőmentesíteni kell, tehát a bürettát az adagolóval összekötő vezetékben nem lehet buborék. Előfordulhat, hogy több ml mérőoldat hozzáadása és többszöri „megpöccentés” után a vezeték falán mégis marad picit buborék, ami nem mozdul, ekkor a titrálást elkezdhetjük, de folyamatosan figyelni kell, hogy nem került-e a mintába a buborék.
- A bürettát feltöltjük a **Stop/Fill** feliratú gomb megnyomásával, a számláló automatikusan nullázódik, majd leöblítjük és letöröljük a lúgadagoló kapillárist és a végét az oldatba helyezzük 1 cm mélyen.



5. a ábra: Titrino büretta

- A készülék összeállítása során ügyeljünk rá, hogy a főzőpohár belső falához a keverőmagon kívül semmi ne érjen, az elektród, a lúgbevezető kapilláris és a mágneses keverőmág egymással se érintkezessen.
- Elindítjuk a kevertetést (intenzív legyen, de nem keltsen örvényt az oldatban).
- A kiindulási pH ($V = 0$ mL) leolvasását követően hozzáadjuk az első, a *gyakorlati leírásban feltüntetett* térfogatú mérőoldatot: az előírt térfogathoz minél közelebbi mennyiséget engedünk a mintánkba.



5. b ábra: Titrino buretta

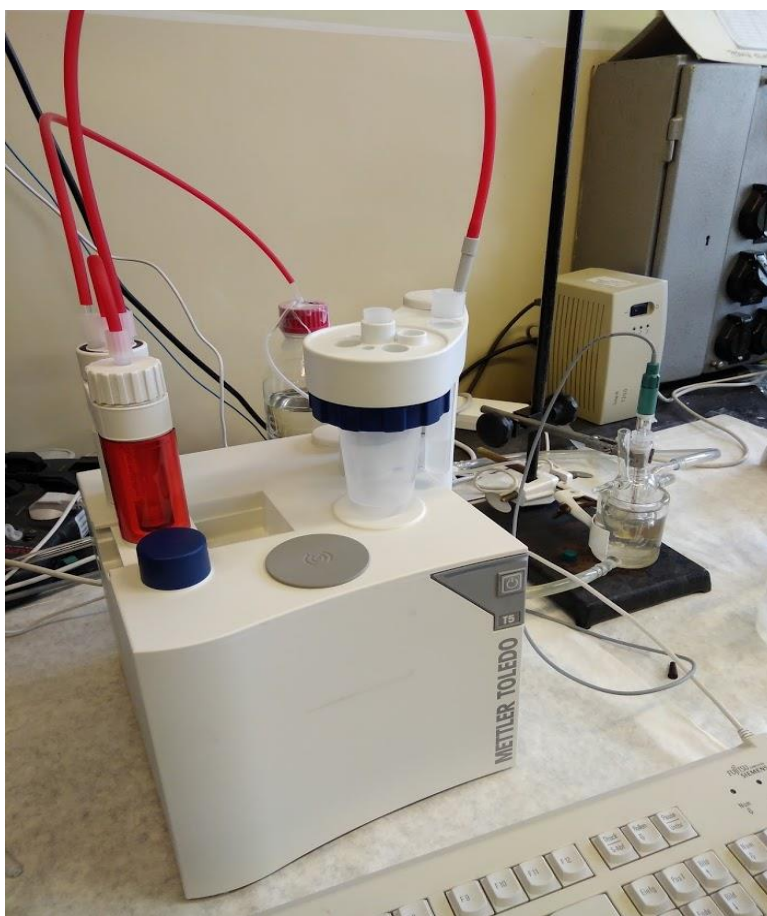
Kerüljük el a rövid, szakaszos lúgadagolást, helyett **egyetlen hosszú gombnyomással** engedjük ki a mérőoldat-adagot. A **pontosan leolvasott** térfogat feljegyzése a fontos, nem a jól megközelített előírt térfogat. Az **adagolás** sebességét 2-3 mL/perc közé kell állítani, míg a **feltöltés** sebessége 7-9 mL/perc közötti érték legyen, ezt a dV/dt alatti gomb segítségével kell szabályozni.

- A titrálás egy szakaszán az egyensúly beállása lassabb, ekkor 2 perc várakozás után le kell olvasni a kijelzett értéket és folytatni a következő lúgtérfogat hozzáadásával.
- A titrálás befejezésével feltöltjük a burettát.
- A gyakorlat végén visszazárjuk az elektród töltőnyílását, a letisztított elektródot visszatesszük az 1 M-os KCl oldatba, a lúgadagoló vezetéket a műanyag tokjába, és kikapcsolunk minden készüléket.

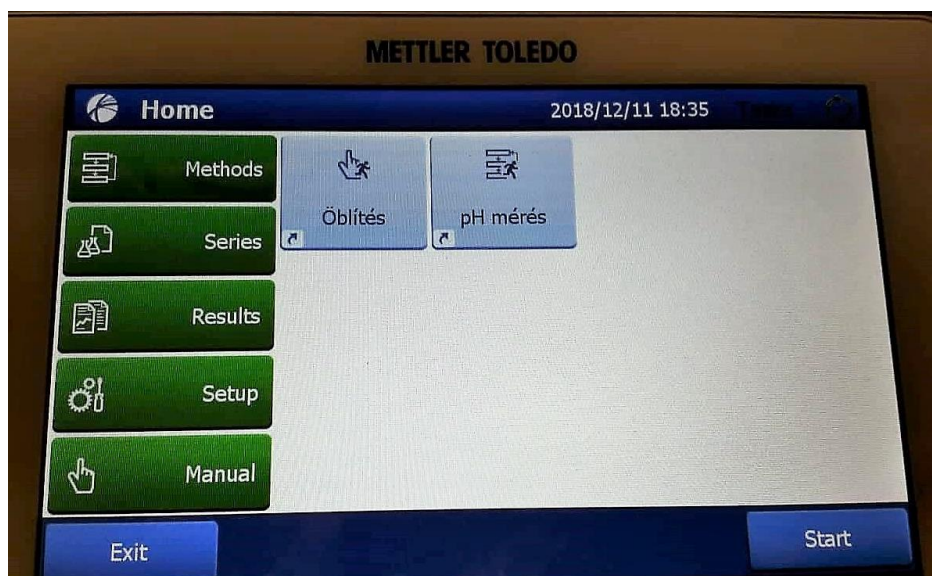
Mettler T5 készülék (1. ábra)

Bekapcsolása:

1. A számítógépen a LabX 2017 megnyitása, meg kell várni amíg, betölt.
2. Ezután a Mettler T5 titrátoron megnyomni a  bekapcsoló gombot.
3. A vezérlő panelen (2. ábra) a bűretta felismerő ablak felugrásánál megnyomni az OK gombot.

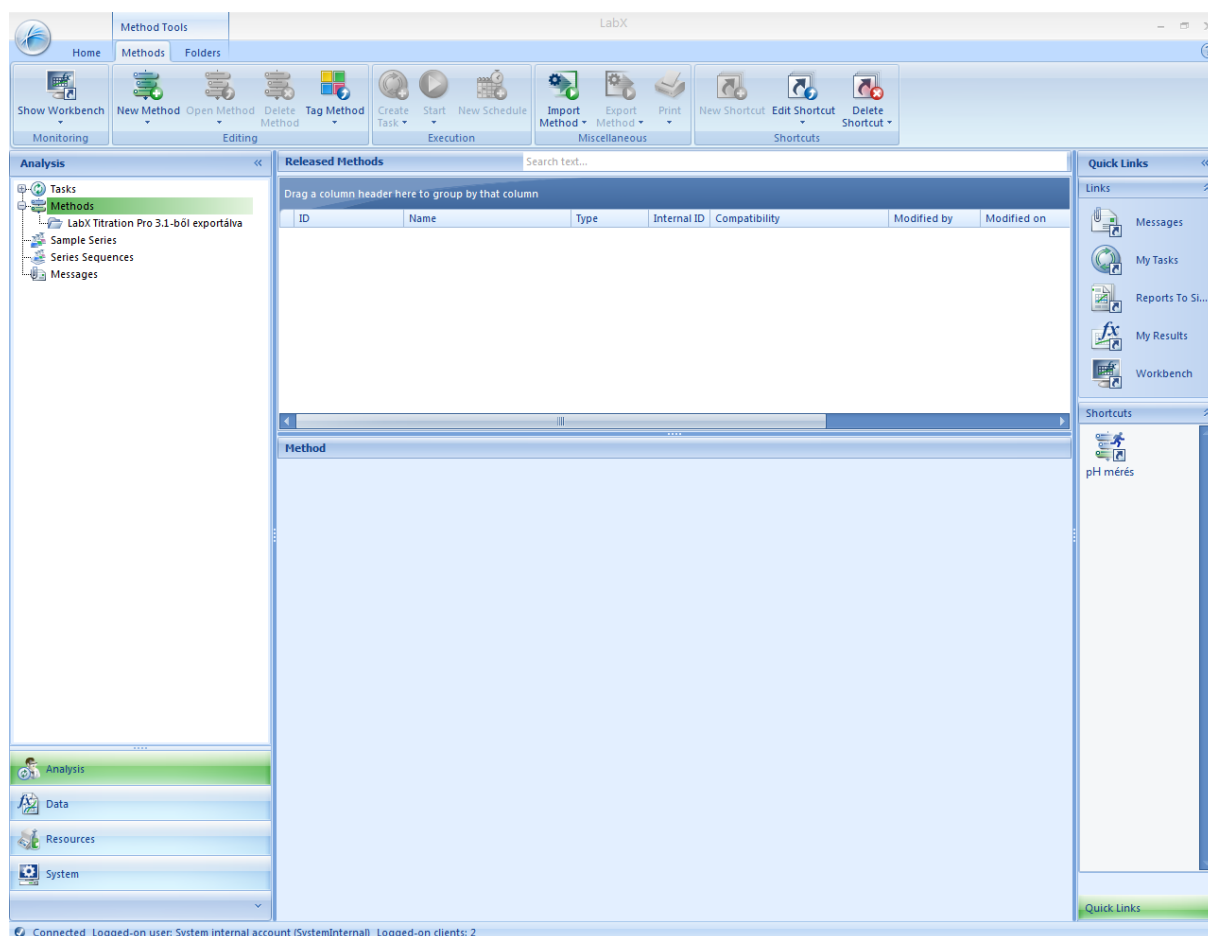


1. ábra: Mettler T5 titrátor



2. ábra: Mettler T5 titrátor vezérlő panele

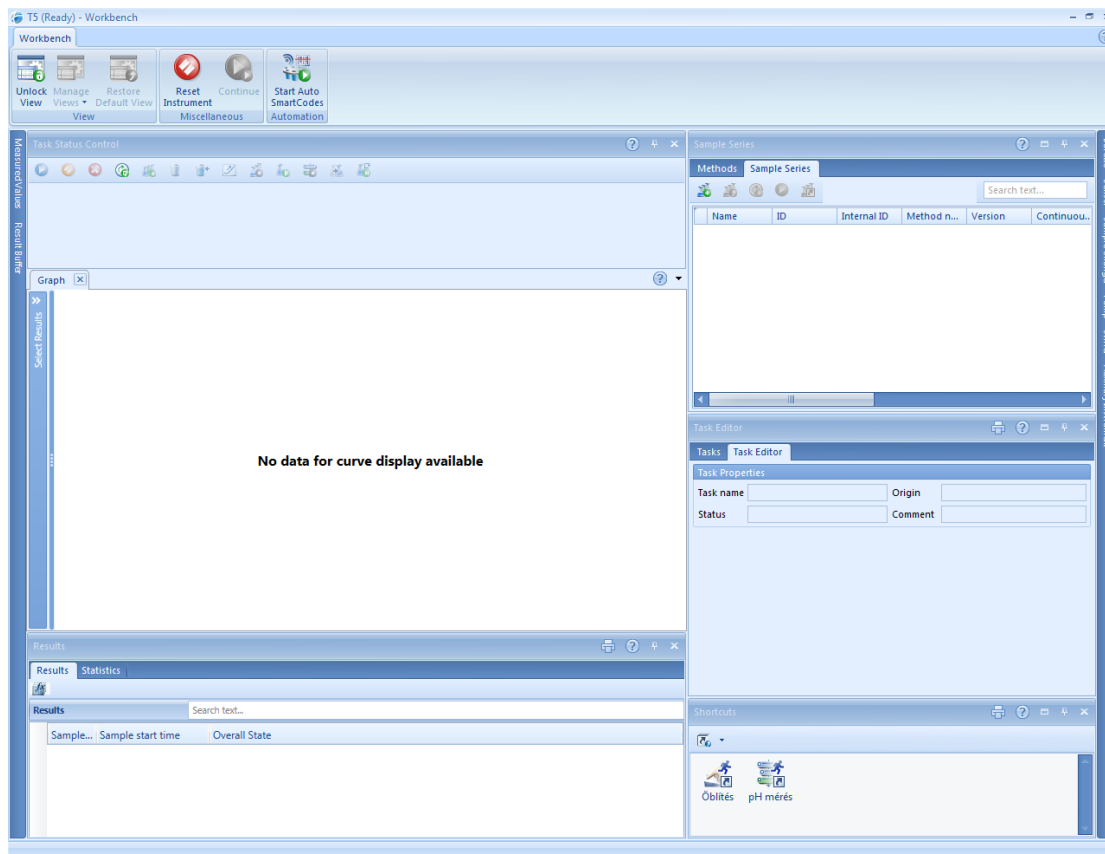
A szoftver megnyitása után megjelenik a **Method Tools** (3. ábra) ablak.



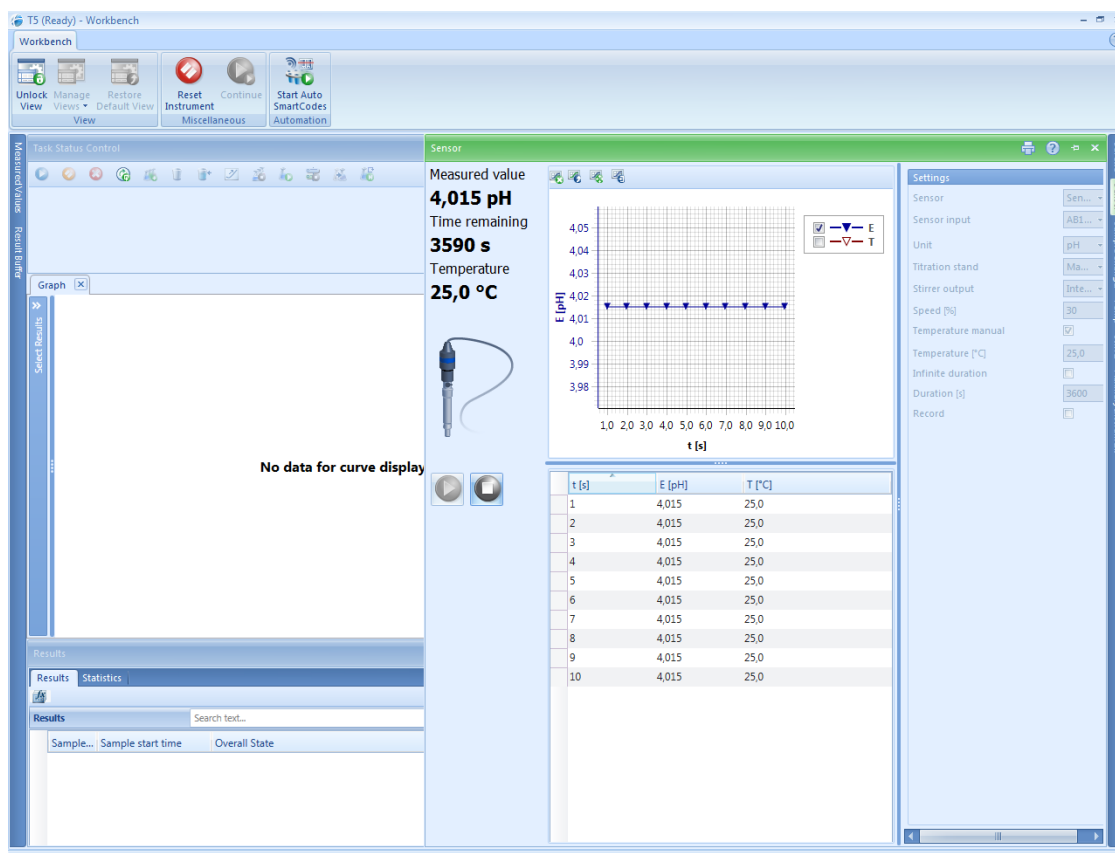
3. ábra: **Method Tools**

Kálium-hidrogén-ftalát (Ø) puffer oldat pH-jának mérése:

Show workbench-re egyszer kattintani bal egér gombbal, majd a legördülő menüben T5-re kattintani egyszer. Ekkor megjelenik a **Workbench** (4. ábra) ablak. Ezen az ablakon belül a jobb oldali függőleges menüsorból ki kell választani a Sensor-t. Ezen a fülön belül meg kell nyomni a -gombot, ekkor elkezd mérni a pH-t (5. ábra). A vezérlő panelen és a számítógépen is mutatja a pH-mérést. 20 perc elteltével le lehet állítani a pH-mérést a -gombbal.



4. ábra: *Workbench*

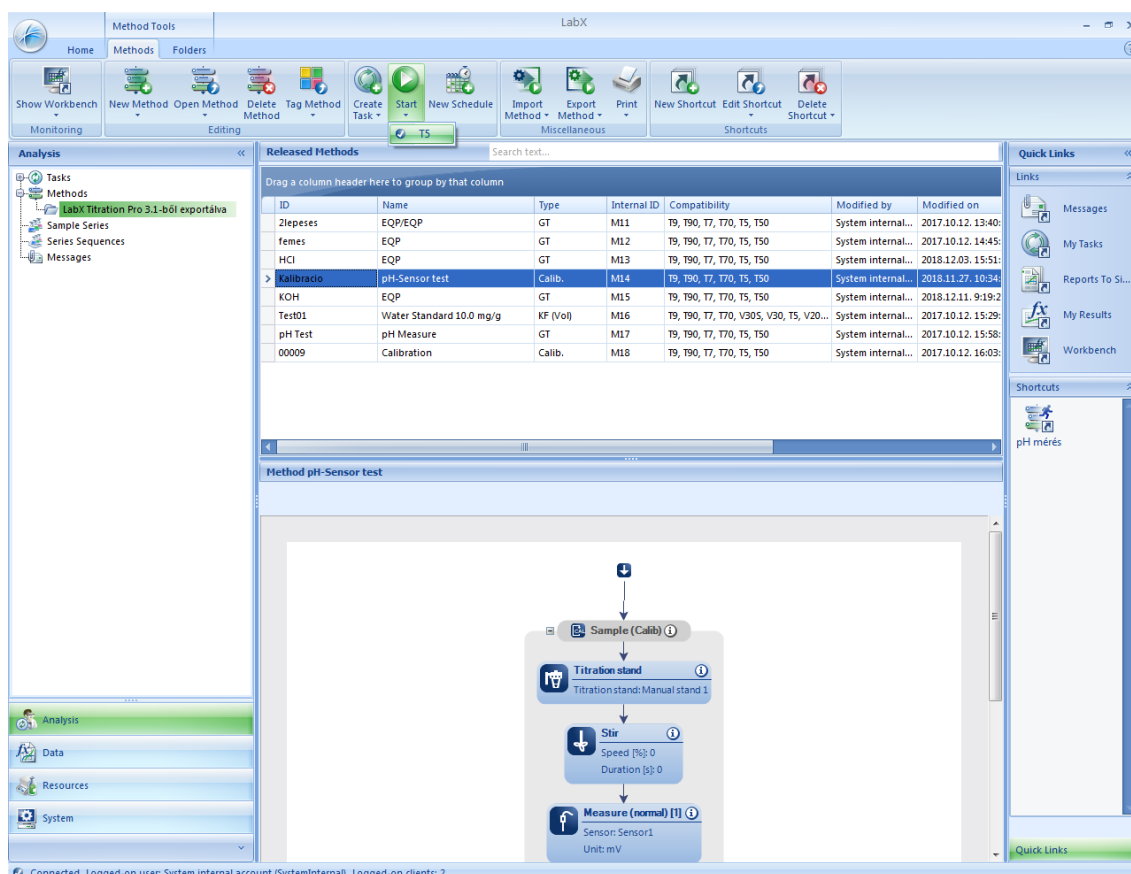


5. ábra: *pH mérés a Workbench-ben a Sensor fülön*

Elektród kalibrálása:

Method Tools ablakban

Methods/LabX Titration Pro 3.1-ből exportálva fülre kattintani, ekkor megjelenik a mérési módszerek, ezek közül a *kalibráció* nevűt kell választani vagyis egyszer kell rá kattintani, hogy ki legyen jelölve, majd a Start gombra kattintani, ezután T5-re (6. ábra). Felugrik egy Task Editor ablak és itt is meg kell nyomni a Start gombot ezután OK. 1,5 percig méri a feszültséget/potenciált. A mérés végén felugrik egy Sample Completed ablak, ezt le kell OK-ni. Vissza lehet mérni a pH-t hogy tényleg 4,008. Ezt a Sensor fülön (lásd pH-mérés) lehet megtenni, elég csak egy ellenőrzés erejéig megnézni.



6. ábra: Kalibráció

Titrlás menete:

1. lépés: Ki kell cserélni a mintát a mérendő komponensre (ez lehet, sav, lúg, ligandum, fémes rendszer).
2. Lúgbevezető buborékmentesítése

Workbench/Burette

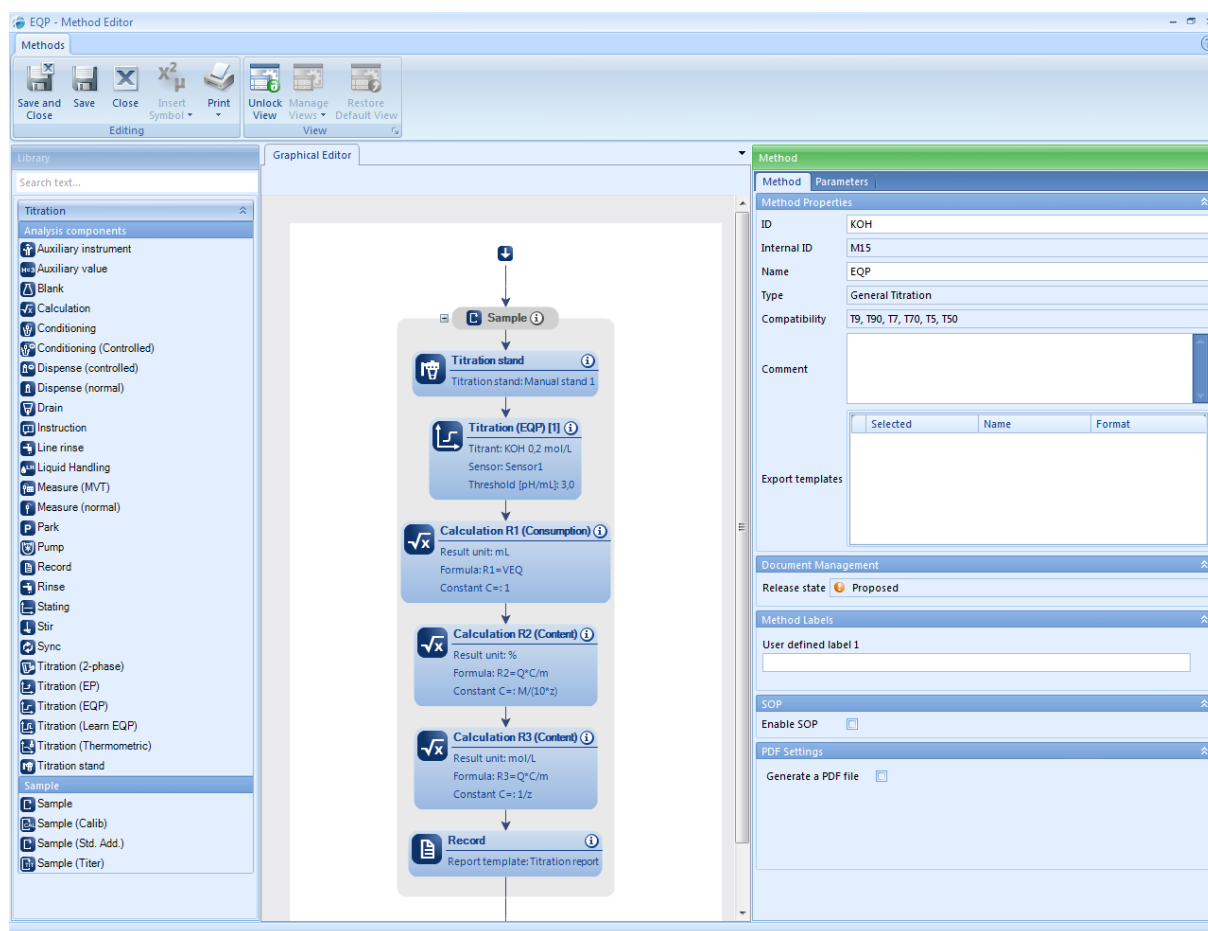
Itt kétféleképpen lehet: a, Rinse: Az a beállítási lehetőség, ahol azt lehet megadni, hogy hányszor ismétlje az adagolást és a buretta térfogatának hány %-át adagolja.

b, Dispense: Itt az adagolt térfogat mennyiségét lehet beállítani.

Adagolás közben a buborékok eltávolítását szakszerű pöcögtetéssel kell eltávolítani. Ezután a lúgadatagolót a mintába kell helyezni és ki lehet támasztani egy gumidugóval, hogy titrlás közben ne mozduljon el. Ezután csatlakoztatni kell a gázbevezető csövét.

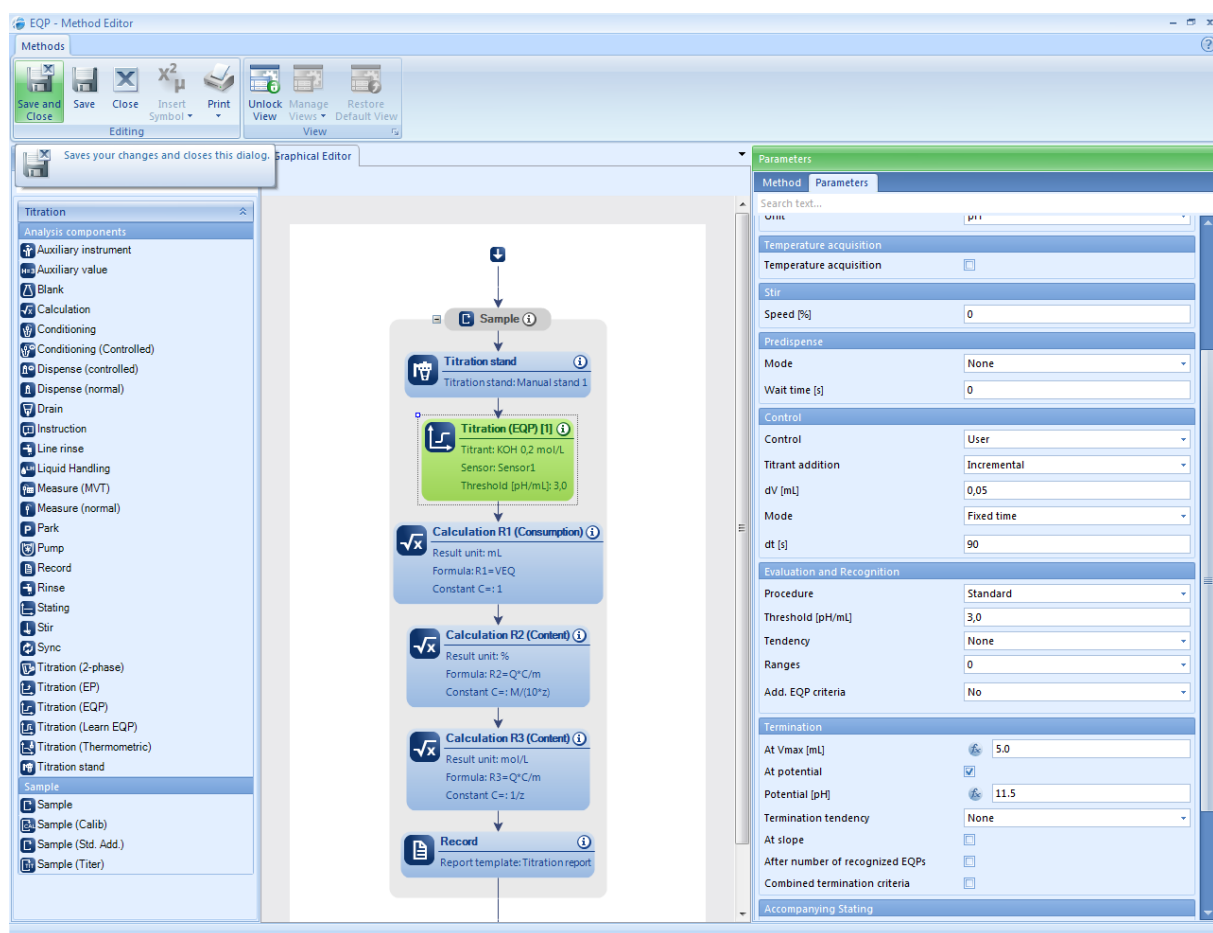
3. pH-mérés újra a Sensor fülön (lásd pH-mérésnél), 10-15 percig mérni a pH-t, közben míg a rendszernél beáll az egyensúly be lehet állítani a méréshez a paramétereket. Ha letelt a 10-15 perc, akkor le lehet állítani a pH-mérést a -gombbal.
4. Mérési paraméterek beállítása a **Method Tools** ablakban lehetséges.

Duplán kell kattintani arra a Method-ra, amit használni akarunk. Ezután látható a Method Editor folyamatára (7. ábra).



7. ábra: Method Editor folyamatára

A Titration (EQP) [1] buborékra kell egyszer kattintani, ekkor az zöld színűre vált. Ilyenkor lehet jobb oldalon a Parameters fülön (8. ábra) elvégezni a beállításokat.



8. ábra: Parameters fül

1. táblázat: Paraméterek beállítása a titrálás megkezdése előtt

		KOH ($V_{\text{össz}}=25 \text{ ml}$, $c(\text{O})=0,01 \text{ M}$)	HCl ($V_{\text{össz}}=25 \text{ ml}$, $c(\text{HCl})=8 \cdot 10^{-3} \text{ M}$)	Ligandum	Fémes rendszernél
Mehtod		KOH	HCl	HCl	femes
Control					
Adagolás	dV [ml]	0,05	0,05	számítani!	számítani!
	Mode	Fixed time	Fixed time	Fixed time	Equilibrium controlled
	dE [mV]	-	-	-	0,1
Várakozási idő	dt [s]	90	120	120	90
	t(min) [s]	-	-	-	120
	t(max) [s]	-	-	-	300-1800 (rendszerfüggő)
Termination					
	Potential [pH]	11,5	11,6	11,5	11,0

Ha változtattunk a módszerben, akkor a végén a Save and Close gombra kattintani.

- Mérés elindítása: A beparaméterezett módszer ki legyen jelölve, ez úgy tehető meg, hogy egyet kattintunk a módszerre. Ezután Start/T5, Task Editor ablak felugrik, majd Start/OK. Mérés követése a **Workbench** ablakban lehetséges, de a panelen is követhető.

Adatmentés:

LabX 2017 programban a mérés végén megjelenik az Enter Sample Size, ide 1-et beírni, majd Enter és még egyszer Enter (Ezt be lehet írni a panelen, de a számítógépen lévő szoftverben is.)

Ezután: LabX/Data/My Latest Results, duplán kell kattintani a kívánt adatsor mentéséhez, ekkor megjelenik egy Results Editor ablak, Measured Values fülre kattintani, adatsor kijelölése Ctrl+A-val, Ctrl+C és bemásolni Ctrl+V-vel egy üres Excel fájlba. Csak a V, pH egységekre van szükség, a többit lehet törölni, majd mentés másként a pendrive-ra. Ha kész be kell zárni a Results Editor-t a Close gombbal.

Készülék kikapcsolása:

A vezérlő panelen kell leállítani az alábbi menüpontokon keresztül:

1. A titrálás befejezésével a panelen kétszer meg kell nyomni az OK gombot.
2. Ezután önmagától visszalép a fő menübe, ahol az alábbi gombokat kell megnyomni a kilépéshez: Exit/Offline/Shut down

Útmutató a pH-metriás mérések kiértékeléshez

A fentebb leírt mérések kiértékelése és az ábrázolások számítógép segítségével történnek. A programot kimondottan erre a célra írták MATLAB programnyelven. A mérőrendszer és a számítógép között sajnos nincs on-line kapcsolat, ezért a méréseket a hagyományos módon el kell végezni, és az eredményeket lejegyezni.

A programot a „**pH-metria Windows**” feliratú Matlab ikonnal indíthatjuk el. A program nem csak DOS alatt futó .ph kiterjesztésű fájlt, hanem Excelt is be tud olvasni. Az adatrögzítés az Excel-fájl legelső munkalapján (worksheet, fül) a bal felső sarokban kezdve kell rögzíteni a titrálási adatokat két oszlopban. A cellákba számokat kell írni (a Windows alapbeállításától függően tizedesvesszőt illetve tizedespontot használva). Az egyes titrálási pontok között nem lehet üres vagy érvénytelen sor, mert az a titrálás végét jelezné a programnak.

	Például:	A	B		illetve:	A	B
V ₀	1	100	akármi		1	100	akármi
v1 pH1	2	0	4,014		2	0	4.014
v2 pH2	3	0,5	4,262		3	0.5	4.262
stb...	...	...	...		...	...	...

Itt V₀ a kezdeti oldattérfogat cm³-ben kifejezve, v1, v2, .. a buretta-fogyás, pH1, pH2, ... pedig a mért pH-érték.

A titrálási adatok beolvasása:

- 1.) Először válassza a "Load the data of titration" menüpontot.
- 2.) Válassza a "from Excel-file" almenüt.
- 3.) A navigáló ablakban keresse meg, és nyissa meg a kérdéses fájlt.

Ennek hatására bezárul az Excel-állomány, a titrálási adatok bekerülnek a programba, megjelennek a képernyő jobboldalán, továbbá a titrálási görbe és differencia-hányadosának rajza is láthatóvá válik. Ha az ábrán kiugró pontot lát, akkor hasonlítsa össze a beolvasott és a jegyzőkönyvében rögzített adatokat. Az esetek többségében ezt elgépelés, hibásan lejegyzett vagy kihagyott számjegy okozza. Javítsa az Excel-fájlban a hibás adatot, mentse a változásokat, majd a "Delete or Exit" és "Delete the data of titration from memory" menüpontokat választva a programot

alapállapotba hozva megismételheti a beolvasást.

Az ekvivalencia-pont meghatározása:

Az ábra felett található legördülő menüből kiválaszthatja a három Gran-függvényt (1-2-3) – az első függvény az erős sav-erős bázis titrálásra vonatkozó Gran-függvény ekvivalenciapont előtti szakasza, a második erős bázissal történő titrálások ekvivalenciapont utáni szakasza, a harmadik gyenge sav-erős bázis titrálások Gran-függvényének ekvivalenciapont előtti szakasza –, a differencia-hányadost (5), annak reciprokát (4) vagy a savas és lúgos tartományra levezetett Gran-függvények kombinációját erős illetve gyenge sav esetére (6-7). Kiválasztásuk után az ábrán ezek grafikonjai is megjelennek (skála felirat nélkül).

1. $(V_0+V)*10^{-pH}$ a hozzáadott titrálószer térfogatának (V) függvényében
2. $(V_0+V)*10^{pH}$ a hozzáadott titrálószer térfogatának (V) függvényében
3. $V*10^{-pH}$ a hozzáadott titrálószer térfogatának (V) függvényében
4. dV/dpH a hozzáadott titrálószer térfogatának (V) függvényében
5. dpH/dV a hozzáadott titrálószer térfogatának (V) függvényében

Ha Gran-függvényt választott, akkor a legördülő menü felett egy vagy két "nyomógomb" is megjelenik. Ha ráklikkel, majd az egeret mozgatva az ábra felé viszi a kurzort, akkor a kurzor nagy szátkeresztté válik, aminek segítségével egy intervallumot jelölhet ki a megfelelő Gran-függvényen (az X-tengelyen). Az intervallumot úgy jelölheti ki, hogy a megfelelő szélső pozíciókban lenyomja az egér valamelyik gombját.

Ha legalább két titrálási pont található a kiválasztott intervallumban, akkor a Gran-függvény kiválasztott pontjait kitöltött markerek jelzik. A Gran-függvény megfelelő pontjaira egyenest illeszt a program, aminek zérushelyét (tengelymetszetét) tekinti ekvivalencia-pontnak. Ha ez a titrálási tartományba esik, akkor az illesztett egyenest és az ekvivalencia-pont helyét is megjeleníti, és értékét kiírja a képernyő jobb felső sarkába, viszont ellenkező esetben nem történik semmi. Persze az intervallumot helyesen kell megválasztania, hogy reális becslést kapjon.

A nyomógombra klikkelve a kiválasztást többször ismételheti. Az elfogadhatónak tartott ekvivalencia-pont értékeket jegyezze le a jegyzőkönyvébe. Ha az ábrát is meg kívánja őrizni, akkor a Windowsban megszokott módon az "Alt+PrintScreen" billentyűkombinációval az aktív ablak képét vágólapra viheti, és Excelbe vagy Wordbe másolhatja.

Ha befejezte a munkát, akkor a "Delete or Exit" menüpont segítségével törölheti a memóriából a titrálási görbe adatait, vagy kiléphet a programból. Ha véletlenül bezárja a program ablakát, vagy megszakad a program futása, akkor a Matlab interpreter aktív marad, ezért annak ablakát is be kell még zárnia, vagy a ">>" prompt után beírva a "granwin" szót, az Enter lenyomásával újraindítható a program:

```
>> granwin
```

A gyakorlaton bemutatott és használt Mettler T5 titrátor a GINOP-2.3.2-15-2016-00008 projekt keretében, az Európai Unió támogatásával, az Európai Regionális Fejlesztési Alap társfinanszírozásával került beszerzésre.