

ANALITIKAI KÉMIA

Oktatási segédanyag

Kvantitatív analitikai kémiai laboratóriumi gyakorlathoz

Szerkesztő: Farkas Etelka és Lente Gábor

Debreceni Egyetem,
Tudományegyetemi Karok,
Szervetlen és Analitikai Kémiai Tanszék

2016

Tartalomjegyzék

1. SAV-BÁZIS MÉRÉSEK.....	3
1.1. Mérések vizes oldatban	3
0,1 mol/dm ³ HCl mérőoldat készítése és pontos koncentrációjának meghatározása	3
0,1 mol/dm ³ NaOH mérőoldat készítése és pontos koncentrációjának meghatározása	3
1.2. Erős és gyenge savak/bázisok, savelegek/báziselegek mérése	4
NaOH és Na ₂ CO ₃ meghatározása egymás mellett (Warder szerint)	4
H ₃ PO ₄ és KH ₂ PO ₄ meghatározása egymás mellett.....	4
Oxálsav meghatározása	4
Kénsav és bórsav egymás melletti meghatározása	5
Szilárd minta bórax-tartalmának meghatározása acidi-alkalimetriás titrálással	5
1.3. Meghatározások előkészítő kémiai reakciók (redoxireakció, komplexképződés) során felszabaduló hidrogén-, illetve hidroxidionok mérése alapján ..	6
HgO meghatározása.....	6
Na ₂ S ₂ O ₃ meghatározása brómos oxidáció során képződő sav mennyiségének mérése alapján.....	6
Nikkel(II)ionok meghatározása acidi-alkalimetriásan kationcserélő gyanta segítségével	6
1.4. Mérések nemvizes közegben.....	7
Jégecetes mérőoldat készítése és koncentrációjának meghatározása	7
Alkaloidok (papaverin) meghatározása nemvizes közegben	7
2. OXIDÁCIÓS ÉS REDUKCIÓS MÉRÉSEK	8
2.1. Permanganometria	8
0,02 mol/dm ³ KMnO ₄ mérőoldat készítése és koncentrációjának meghatározása	8
Fe(II)-Fe(III) meghatározása permanganometriásan.....	8
Fe(III) meghatározása permanganometriásan.....	9
Mn(II) meghatározása Volhard-Wolf szerint	9
Vas(II)-oxalát meghatározása	9
Hidrogén-peroxid meghatározása.....	10

2.2. Bromatometria	11
0,02 mol/dm ³ KBrO ₃ mérőoldat készítése	11
C-vitamin hatóanyagtartalmának meghatározása	11
2.3. Jodometria	11
0,003 mol/dm ³ koncentrációjú KIO ₃ mérőoldat készítése	11
0,02 mol/dm ³ Na ₂ S ₂ O ₃ mérőoldat készítése és koncentrációjának meghatározása	11
Cu(II) meghatározása jodometriásan	11
I ⁻ ionok meghatározása Winkler-féle jódszorzó eljárással	12
Neomagnol aktív klórtartalmának meghatározása	12
Vizek oxigéntartalmának meghatározása.....	13
Alkoholos jód-oldat jód és jodidion tartalmának meghatározása	13
3. CSAPADÉKOS TITRÁLÁSOK	14
0,05 mol/dm ³ AgNO ₃ mérőoldat készítése	14
NaCl-KBr porkeverék összetételének meghatározása Mohr szerint, indirekt módszerrel ..	14
4. KOMPLEXOMETRIÁS GYAKORLATOK.....	15
0,01 mol/dm ³ Na ₂ EDTA mérőoldat készítése	15
Ca(II)- és Mg(II)ionok meghatározása egymás mellett komplexometriásan.....	15
Bi(III)ion meghatározása egymás mellett komplexometriásan	16
Cu(II)- és Zn(II)ionok meghatározása egymás mellett komplexometriásan.....	16
Al(III)ion meghatározása egymás mellett komplexometriásan	17
Alumínium-acetát-tartarát-oldat alumínium-tartalmának meghatározása.....	17
5. GRAVIMETRIÁS FELADATOK	18
Co(II) meghatározása gravimetriás módszerrel 8-hidroxi-kinolinnal (oxin) Berg szerint ..	18
Kalcium meghatározása CaC ₂ O ₄ ·H ₂ O alakjában	18
Nikkel(II)ionok meghatározása dimetil-glioximmal	19
Kis mennyiségű vas(III) elválasztása króm(III)-tól extrakcióval. A króm(III) tartalom meghatározása gravimetriás módszerrel króm(III)-oxid alakjában.....	19

1. SAV-BÁZIS MÉRÉSEK

1.1. Mérések vizes oldatban

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

a./ *Oldatkészítés:* Az 500 cm³, közelítőleg 0,1 mol/dm³ koncentrációjú HCl oldatot 36 (m/m)%-os, 1,18 g/cm³ sűrűségű sósav oldatból hígítással készítjük.

b./ *A készített oldat pontos koncentrációjának meghatározása:*

A meghatározás reakcióegyenlete:



Recept: Analitikai tisztaságú KHCO₃-ból analitikai mérlegen visszaméréssel 0,1 g körüli mennyiségeket mérünk be 100-100 cm³-es titrálólombikokba. A bemért anyagot 20-30 cm³ desztillált vízben oldjuk és 1-3 csepp metilvörös indikátort alkalmazva a közelítőleg 0,1 mol/dm³ HCl oldattal hagymavörös színig titráljuk. A lombik tartalmát ezt követően (horzsakövet használva) a CO₂ eltávolítása végett 2-3 percig forraljuk. A szobahőmérsékletre lehűtött oldatot cseppenként tovább titráljuk az átmeneti hagymavörös színig.

Másik lehetőség szerint a KHCO₃-ból analitikai mérlegen történő közvetlen beméréssel kb. ~0,1 mol/dm³ (pontosan ismert) koncentrációjú 100,00 cm³ térfogatú törzsoldatot készítünk, melyből a fentiekben leírtak szerinti titrálásokhoz 10,00-10,00 cm³-es részleteket használunk.

A KHCO₃ molekulatömege: 100,12 g/mol.

Forrás: Schulek-Szabó 113.o.

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

a./ *Oldatkészítés:* A szilárd NaOH egyrészt higroszkópos, másrészt a felületén megkötött CO₂ miatt több-kevesebb karbonátot tartalmaz, beméréssel tehát pontos koncentrációjú oldatot nem lehet készíteni. "Karbonátmentes" mérőoldatot nyerhetünk, ha a készítendő oldathoz szükséges NaOH mennyiségnek kétszeresét mérjük be gyorsan, táramérlegen egy 250 cm³ térfogatú Erlenmeyer-lombikba. Ezt követően az előre elkészített (kiforralt, lehűtött) desztillált víz kb. 100 cm³-ével a NaOH-ot rázogatjuk megközelítőleg a fele mennyiség feloldódásáig. Az oldatot gyorsan leöntjük a maradék NaOH-ról. Ezt a maradék NaOH-ot kiforralt, lehűtött desztillált vízben azonnal oldva készítjük a mérőoldatot, amit a karbonátosodás megakadályozására jól zárt üvegedényben tárolunk.

Másik eljárás szerint kb. 50 (m/m) % koncentrációjú NaOH-oldatot készítünk, melyben a Na₂CO₃ nem oldódik, az oldatból kiülepszik. A csapadék feletti és a folyadék felületén lévő vékony karbonáthártya alatti tiszta oldatból hígítással készíthető mérőoldat.

b./ *A készített NaOH oldat pontos koncentrációjának meghatározása ismert koncentrációjú HCl oldatra:*

A meghatározás ionegyenlete (molekulaegyenlete):



Recept: A már ismert koncentrációjú, közelítőleg 0,1 mol/dm³ HCl oldat 10,00-10,00 cm³-es részleteit 100 cm³-es titrálólombikba mérjük. A mintákat desztillált vízzel 20-30 cm³-re hígítjuk és 2-3 csepp metilvörös indikátort alkalmazva hagymavörös színig titráljuk. Szükség esetén fordítva is végezhetjük az eljárást, vagyis a lúgoldatot titrálhatjuk savval ugyanígy.

A NaOH molekulatömege: 40,00 g/mol.

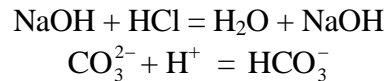
Forrás: Schulek-Szabó 116.o.

1.2. Erős és gyenge savak/bázisok, savelegek/báziselegek mérése

NaOH és Na₂CO₃ meghatározása egymás mellett (Warder szerint)

A meghatározás ioneqyenletei:

A végpontot fenolftaleinnel jelezve:



Metilnarancs/vörös mellett továbbtitrálva:



Recept: Az ampullában kiadott ismeretlen maradék nélkül 100,00 cm³-es mérőlombikba mossuk, majd jelig töltjük. A törzsoldat 10,00 cm³-es részleteit 100 cm³-es titrálólombikba mérjük, majd desztillált vízzel ~40 cm³-re hígítjuk a mintákat. Egy-egy mintához ~3 g NaCl-ot és 3-4 csepp fenolftalein indikátort adunk, majd rázogatós nélkül óvatosan halvány rózsaszínig titráljuk HCl mérőoldattal. Ezt követően 1-3 csepp metilvörös indikátort viszünk a rendszerbe és átmeneti hagymaszínig tovább titrálunk. A titrálás végpontja előtt a CO₂-ot kiforraljuk és lehűtött oldatban befejezzük a titrálást.

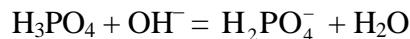
Molekulatömegek: NaOH: 40,00 g/mol; Na₂CO₃: 106,00 g/mol.

Forrás: Schulek-Szabó 142.o.

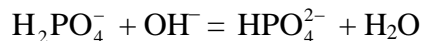
H₃PO₄ és KH₂PO₄ meghatározása egymás mellett

A meghatározás ioneqyenletei:

A végpontot metilnarancssal jelezve:



Fenolftalein mellett továbbtitrálva:



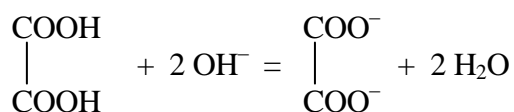
Recept: Az ampullában kiadott ismeretlen maradék nélkül 100,00 cm³-es mérőlombikba mossuk, majd jelig töltjük. A törzsoldat 10,00 cm³-es részleteit 100 cm³-es titrálólombikba mérjük. A mintákat 20-30 cm³-re hígítjuk, és NaOH mérőoldattal 1-3 csepp metilnarancs indikátor mellett kezdődő sárga színig titrálunk. A megtitrált oldathoz ~ 1 g szilárd NaCl-ot adunk és ennek feloldódása után 4-5 csepp fenolftalein indikátor mellett maradandó rózsaszínig tovább titrálunk.

Molekulatömegek: H₃PO₄: 98,00 g/mol; KH₂PO₄: 136,09 g/mol.

Forrás: Schulek-Szabó 125.o.

Oxálsav meghatározása

Az oxálsav olyan kétértékű, közepes erősségű sav, amelynél a konszekutív disszociáció egyes szakaszai nem különíthetők el jól egymástól ($K_{s1} = 6,5 \cdot 10^{-2}$, $K_{s2} = 6,1 \cdot 10^{-5}$). Meghatározása az egyes titrálási lépcsők alapján, külön-külön csak nagy hibával, egy lépésben viszont minden különösebb nehézség nélkül elvégezhető.



Recept: A kiadott ismeretlen oldatból 100,00 cm³ törzsoldatot készítünk. A törzsoldat 10,00-10,00 cm³-es részleteihez 2-3 csepp fenolftalein indikátort adunk. Az oldatot a halvány rózsaszín szín megjelenéséig titráljuk. Beadandó: oxálsav mennyisége mg-ban.

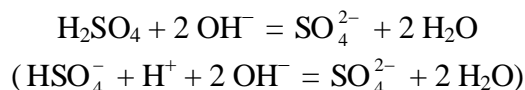
Molekulatömeg: $(\text{COOH})_2$: 90,04 g/mol.

Forrás: Schulek-Szabó 125.o.

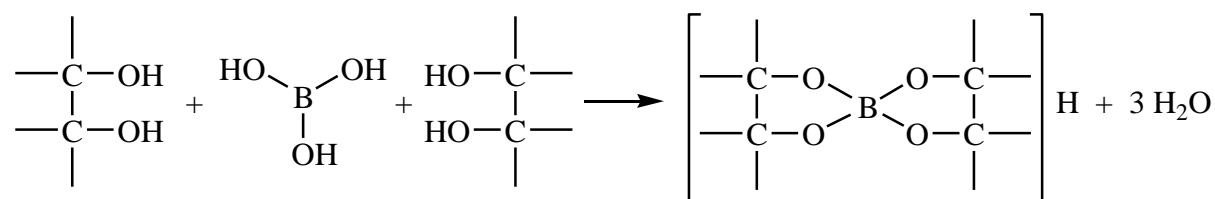
Kénsav és bórsav egymás melletti meghatározása

A meghatározás ionegyenletei:

A végpontot metilnarancssal jelezve:



Mannit hozzáadása után fenolftalein mellett továbbtitrálva:



A bórsav olyan gyenge sav, hogy 0,1 mol/dm³ koncentrációjú oldatának a pH-ja nagyobb, mint 5. Ennél kisebb indikátorexponensű indikátorok (metilvörös, metilnarancs) a bórsavra gyakorlatilag nem érzékenyek. Ezek alkalmazásával a bórsav mellett jelenlevő erős savak megtitrálhatók. A titrálás többértékű alkohol hozzáadása után folytatható és a bórsav mennyisége meghatározható.

Recept: A kiadott ismeretlen oldatból 100,00 cm³ törzsoldatot készítünk. A törzsoldatból 10,00 cm³-t titrálólombikba pipettázunk. Hozzáadunk 1 csepp metilvörös indikátort és a nátrium-hidroxid-mérőoldattal átmeneti (hagymavörös) színűre titráljuk

Ezután 1,0 g mannitot és 2 csepp fenolftalein indikátort adunk a titrálandó oldathoz, majd a nátrium-hidroxiddal a rózsaszín megjelenéséig folytatjuk a titrálást. (A mannit hozzáadása után az oldat színe ismét piros lesz, majd a titrálás folyamán sárgává változik, tehát az indikátor rózsaszínének megjelenését a sárga oldatban észleljük.)

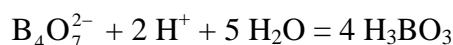
Meghatározandó: a kapott oldat kénsav- és bórsavtartalma mg-ban.

Molekulatömegek: H_2SO_4 : 98,08, H_3BO_3 : 61,84 g/mol

Forrás: Schulek-Szabó 119. és 137.o.

Szilárd minta bórax-tartalmának meghatározása acidi-alkalimetriás titrálással

A meghatározás ionegyenlete:



Recept: Az ismeretlen összetételű porkeveréket, mely bóraxot és inert szennyezést tartalmaz, homogenizálni kell. Homogenizálás után analitikai mérlegen visszaméréses technikával kb. 0,4g - 0,4g pontosan ismert mennyiséget mérünk titráló lombikba. A mintákat desztillált vizes oldás után (térfogat 20-30 cm³) két csepp metilnarancs indikátor jelenlétében, ismert koncentrációjú HCl mérőoldattal átmeneti színig titráljuk.

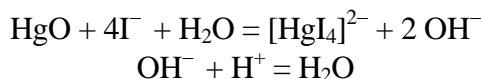
Beadandó a minta %(m/m) bóraxtartalma.

Molekulatömeg: $(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$: 381,37 g/mol.

1.3. Meghatározások előkészítő kémiai reakciók (redoxireakció, komplexképződés) során felszabaduló hidrogén-, illetve hidroxidionok mérése alapján

HgO meghatározása

A meghatározás ionegyenletei:



Recept: A kapott porkeveréket dörzscsészében gondosan homogenizáljuk, majd analitikai mérlegen 0,2 g körüli mennyiségeket 100 cm³-es titrálólimbikba mérünk, hozzáadjunk körülbelül 2 g szilárd KI-ot, majd 20-30 cm³ vízben oldjuk a keveréket. A HgO teljes feloldódása után 1-3 csepp metilvörös indikátor mellett a már ismert koncentrációjú 0,1 mol/dm³ HCl oldattal hagymavörös színig titráljuk.

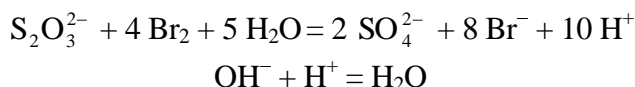
Beadandó a szilárd porkeverék HgO tartalma (m/m) %-ban.

A HgO molekulatömege: 216,62 g/mol

Forrás: Schulek-Szabó 113. és 139.o.

Na₂S₂O₃ meghatározása brómos oxidáció során képződő sav mennyiségének mérése alapján

A meghatározás ionegyenletei:



Recept: Az ampullában kiadott ismeretlen maradék nélkül 100,00 cm³-es mérőlombikba mossuk, majd jelig töltjük. A törzsoldat 10,00 cm³-es részleteit 100 cm³-es Erlenmeyer lombikba mérjük, térfogatukat desztillált vízzel ~ 50 cm³-re növeljük, majd elszívófülke alatt lassan annyi, frissen készült, brómos vizet csepegtetünk hozzájuk, míg a gyengén sárga szín meg nem marad. A felesleges brómot ezután forralással távolítjuk el. (Mintegy 10-15 percre van szükség a brómfelesleg elűzéséhez. Horzsakó! Elszívófülke használata kötelező.) A kiforralás eredményességét úgy ellenőrizzük, hogy tízszeresére hígított metilvörös indikátorból 1 cseppet adunk az oldathoz. Amennyiben még Br₂ van jelen, az az indikátort elroncsolja. Ilyen esetben meg kell ismételni. A Br₂ teljes eltávolítása után az oldatot lehűtjük és 1-3 csepp metilvörös indikátor mellett NaOH mérőoldattal átmeneti színig titráljuk.

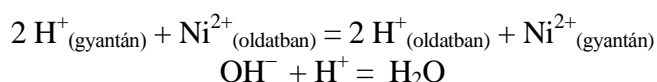
Beadandó a minta nátrium-tioszulfát tartalma mg-ban.

A Na₂S₂O₃ molekulatömege: 158,12 g/mol

Forrás: Schulek-Szabó 136.o.

Nikkel(II)ionok meghatározása acidi-alkalimetriásan kationcserélő gyanta segítségével

A meghatározás ionegyenletei:



Recept: A H⁺ formára hozott kationcserélő oszlopon az ismertelen oldat Ni²⁺ ionjait H⁺onokra cseréljük. A szabadabbá váló ekvivalens H⁺-t eluáljuk, majd NaOH mérőoldattal mérjük. Az eljárás leírása: A H⁺ formára hozott és átmosott oszlopot ~50 cm³ desztillált vízzel semlegesre mossuk. Arról, hogy az oszlop tartalmaz-e szabad H⁺-ionokat, az elfolyó víz pH-jának mérésével (indikátor papír) győződünk meg.

Az ampullában kiadott ismeretlen maradék nélkül 100,00 cm³-es mérőlombikba mossuk, majd jelig töltjük. A törzsoldat 5,00 cm³-es részletét visszük fel a fentiek szerint előkészített oszlopra.

Kb.15-20 csepp/perc átfolyási sebesség mellett 60-70 cm³ desztillált víz szükséges az elucióhoz. Ügyeljünk arra, hogy a gyantaoszlop állandóan folyadék alatt maradjon. Az elúció bejezésekor (indikátorpapírral) győződjünk meg annak teljességéről. Az eluátumot metilvörös indikátor mellett NaOH mérőoldattal titráljuk.

Beadandó a kiadott minta nikkell(II)ion tartalma mg-ban.

Nikkel atomtömege: 58,71 g/mol.

1.4. Mérések nemvizes közegben

Jégecetes mérőoldat készítése és koncentrációjának meghatározása

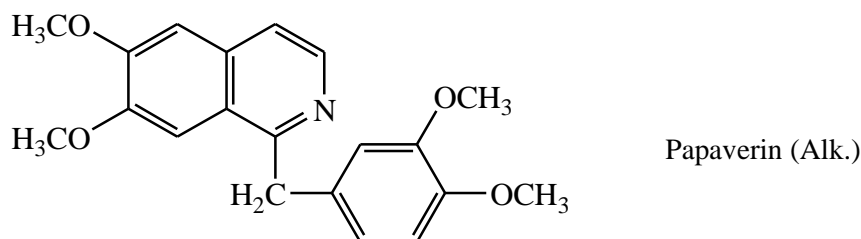
A jegecetes perklórsav mérőoldat készítéséhez analitikai tisztaságú tömény (69-71 %-os perklórsavat, és jegecetet használunk.* Az ecetsav legfeljebb 0,5 % vizet tartalmazhat. Amennyiben a víztartalom ennél nagyobb, az ecetsavat a víztartalommal ekvivalens, számított mennyiségű ecetsavanhidriddel elegyítjük és egy napig állni hagyjuk.

A mérőoldat készítése során 9 cm³ tömény perklórsavhoz 1000,0 cm³-es mérőlombikban ~ 600 cm³ jegecetet öntünk, majd a víztartalomnak megfelelő, számított mennyiségű (~16 cm³) ecetsavanhidriddel elegyítjük. Az oldatot összerázzuk, és egy napi állás után a térfogatot 1000,0 cm³-re egészítjük ki.

A pontos koncentráció meghatározáshoz analitikai pontossággal lemért ~ 0,2 g, előzőleg 120 °C-on 2 óra hosszat szárított kálium-hidrogén-ftalátot 15 cm³ jegecetben oldunk. Ha szükséges, a teljes oldódásig enyhén melegítjük az oldatot.(Nyílt láng használata tűzveszély miatt tilos!) A szobahőmérsékletű oldatot 2-3 csepp kristályibolya indikátor jelenlétében (az indikátorra nézve 0,1 %-os jegecet oldat) 0,1 mol/dm³ perklórsavval kékeszöld szín eléréséig titráljuk

A kálium-hidrogén-ftalát molekulatömege: 204,23 g/mol.

Alkaloidok (papaverin) meghatározása nemvizes közegben



A 10⁻⁸ értéknél kisebb disszociációs állandójú gyenge bázisokat és savakat vízmentes körülmények között savas, illetve bázikus oldószert alkalmazva megtitrálhatjuk. Bázisok mérésére sav mérőoldatként jegecetes perklórsavat alkalmaznak leggyakrabban. A papaverinium-klorid (Alk.HCl vagy (Alk.H⁺)(Cl⁻)) sóból jegecetes közegben, higany(II)-acetát hatására a rosszul disszociáló higany(II)-klorid képződik és ily módon a papaverinium ellenionja acetátra cserélődik. Reakcióegyenlet:



Jégecetes perklórsavval titrálva az oldatot a bázistartalom meghatározható. A higany(II)-acetát fölöslege a mérést nem zavarja, mert ez a vegyület jegecetben csak igen gyenge bázisként viselkedik.

Recept: A kapott, ismeretlen tömegű mintát 100 cm³-es csiszolatos dugóval ellátott Erlenmeyer-lombikban 5 cm³ jegecetben oldjuk, és az oldatot 10 cm³ jegecetes higany(II)-acetáttal elegyítjük. 2-3 csepp kristályibolya indikátor-oldat hozzáadása után 0,1 mol/dm³ koncentrációjú

* A jegecet használata nagy körültekintést igényel: a bőrre jutva fájdalmas gyulladást okozhat!

perklórsavval kékeszöld szín eléréséig titráljuk. (A titrálás során KClO_4 válhat ki, de ez a végpont észlelését nem zavarja.)

Számítsuk ki az eredeti minta tömegét (mg-ban)!

Molekulatömeg: 339,39 g/mol (szabad bázis) 375,86 g/mol (hidroklorid)

Forrás: Schulek-Szabó 517-520.o.

2. OXIDÁCIÓS ÉS REDUKCIÓS MÉRÉSEK

2.1. Permanganometria

0,02 mol/dm³ KMnO_4 mérőoldat készítése és koncentrációjának meghatározása

a./ *Oldatkészítés:* A 250 cm³, 0,02 mol/dm³ KMnO_4 oldat készítéséhez a számított mennyiségű, analitikai tisztaságú vegyszert táramérlegben mérjük be. A frissen elkészített oldatot ülepítjük, majd pár óra elteltével üvegszűrőn átszűrjük.

b./ *A készített oldat pontos koncentrációjának meghatározása $\text{Na}_2(\text{COO})_2$ -ra történik.*

A meghatározás ionegyenlete:



$\text{Na}_2(\text{COO})_2$ törzsoldat készítése: A megfelelő tisztaságú szilárd $\text{Na}_2(\text{COO})_2$ analitikai mérlegben történő bemérésével készül az 0,05 mol/dm³ koncentrációjú oldat.

Recept: A $\text{Na}_2(\text{COO})_2$ törzsoldat 10,00 cm³-es részleteit 100 cm³-es titrálólombikba visszük, térfogatukat desztillált vízzel ~30 cm³-re növeljük majd 10 cm³ 10 (m/m)%-os H_2SO_4 oldatot adunk az egyes mintákhoz. A reakcióelegybe 0,2 - 0,3 g MnSO_4 -ot szórunk, majd a 60-80 °C-ra melegített oldatot a KMnO_4 mérőoldattal halvány rózsaszínig titráljuk. Időben elhúzódó titrálásnál a mintát a titrálás vége felé ismét felmelegítjük.

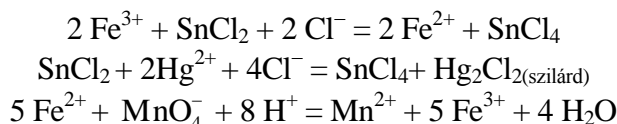
A KMnO_4 molekulatömege: 158,04 g/mol.

A $\text{Na}_2(\text{COO})_2$ molekulatömege: 134,00 g/mol

Forrás: Schulek-Szabó 184.o.

Fe(II)-Fe(III) meghatározása permanganometrián

A meghatározás ionegyenletei:



Recept: A kapott mintát maradék nélkül 100,00 cm³-es mérőlombikba mossuk és azt jelig töltjük. Az így nyert törzsoldat 10,00 cm³-es részleteit 100 cm³-es titrálólombikba pipetázzuk. 15-15 cm³ Zimmermann-Reinhardt oldatot adunk egy-egy mintához, majd hidegen a KMnO_4 mérőoldattal a halvány rózsaszín megjelenésig titrálunk. (A halvány rózsaszín legalább 30 s-ig megmarad!) A megtitrált mintához 10 cm³ 20 (m/m) %-os sósavat adunk, majd horzsakő jelenlétében forrásig hevítjük. A forró oldathoz cseppenként cc. HCl-val frissen készült 15 (m/m) %-os SnCl_2 -ot adunk, az oldat teljes elszíntelenedésig.

Célszerű ezután még egy csepp SnCl_2 -ot juttatni a rendszerbe. Ezt követően lehűtjük az oldatot, majd hirtelen mozdulattal 10 cm³ 5 (m/m) %-os HgCl_2 -ot adunk hozzá. Fehér, selymes fényű Hg_2Cl_2 válik ki.

1000 (esetleg 500) cm³-es lombikba 300 cm³ desztillált vizet, pár csepp permanganátot adunk az oldathoz (amit a teljes fogyásra természetesen beszámítunk), majd maradéktalanul belemossuk a

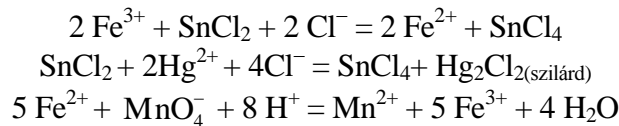
már előzőleg redukált vassó oldatot, és állandó kevergetés közben a KMnO_4 mérőoldattal tartós rózsaszínig titráljuk.

A vas atomtömege: 55,85 g/mol.

Forrás: Schulek-Szabó 186-187.o

Fe(III) meghatározása permanganometriásan

A meghatározás ionegyenletei:



Recept: A kapott mintát maradék nélkül 100,00 cm³-es mérőlombikba mossuk és azt jelig töltjük. Az így nyert törzsoldat 10,00 cm³-es részleteit 100 cm³-es titráló lombikokba pipettázzuk. 15-15 cm³ Zimmermann-Reinhardt oldatot és 10 cm³ 20 (m/m) %-os sósavat adunk egy-egy mintához, majd horzsakő jelenlétében forrásig hevítjük. A forró oldathoz cseppenként cc. HCl-val frissen készült 15 (m/m) %-os SnCl_2 -ot adunk, az oldat teljes elszíntelenedéséig.

Célszerű ezután még egy csepp SnCl_2 -ot juttatni a rendszerbe. Ezt követően lehűtjük az oldatot, majd hirtelen mozdulattal 10 cm³ 5 (m/m) %-os HgCl_2 -ot adunk hozzá. Fehér, selymes fényű HgCl_2 válik ki.

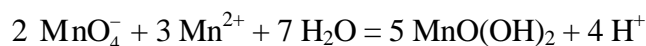
1000 (esetleg 500) cm³-es lombikba 300 cm³ desztillált vizet teszünk, pár csepp permanganátot adunk az oldathoz (amit a teljes fogyásra természetesen beszámítunk), majd maradéktalanul belemossuk a már előzőleg redukált vas(II)-oldatot, és állandó kevergetés közben a KMnO_4 mérőoldattal tartós rózsaszínig titráljuk.

A vas atomtömege: 55,85 g/mol.

Forrás: Schulek-Szabó 186-187. o.

Mn(II) meghatározása Volhard-Wolf szerint

A meghatározás ionegyenlete:



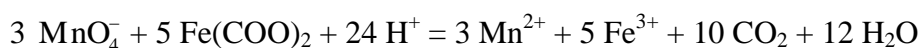
Recept: Az ampullában kiadott ismeretlen maradéktalanul 100,00 cm³-es mérőlombikba mossuk, majd jelig töltjük. A törzsoldat 10,00 cm³-es részleteit 1000 cm³-es Erlenmeyer lombikokban desztillált vízzel ~500 cm³-re hígítjuk. A mintákba 1-2 g ZnO-ot szórunk és ~5 g $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ -ot oldunk fel bennük. A forrásig melegített oldatokat KMnO_4 mérőoldattal titráljuk oly módon, hogy előbb apróbb részletekben, majd cseppenként adjuk a mérőoldatot, míg folyadék tisztája 2-3 percig rózsaszínű marad. Amennyiben a titrálás időben elhúzódik, a végpont előtt ismét forrásig kell melegíteni a mintát!

Mn atomtömege: 59,94 g/mol

Forrás: Schulek-Szabó 191.o.

Vas(II)-oxalát meghatározása

A meghatározás egyenlete:



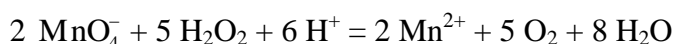
Recept: A kiadott szilárd vas(II)-oxalát mintát 50 cm³ 20%-os kénsavban oldjuk majd mérőlombikban 100,00 cm³ törzsoldatot készítünk belőle. A törzsoldat 10,00 cm³-es részletét titrálólombikba mérjük, majd további 10 cm³ 10%-os kénsavat és 20 cm³ 20%-os foszforsavat adunk hozzá, majd a 60-80 °C-ra melegített oldatot a KMnO₄ mérőoldattal halvány rózsaszínig titráljuk.

A Fe(COO)₂·2H₂O molekulatömege: 179,90 g/mol.

Forrás: Schulek-Szabó 187. o.

Hidrogén-peroxid meghatározása

A meghatározás egyenlete:



Recept: A kapott mintát maradék nélkül 100,00 cm³-es mérőlombikba mossuk és azt jelig töltjük. Az így nyert törzsoldat 10,00 cm³-es részleteit 100 cm³-es titrálólombikba pipetázzuk. Az oldathoz 10 cm³ 10%-os kénsavat adunk, majd a 10-20 cm³ desztillált vizet adunk hozzá és KMnO₄ mérőoldattal halvány rózsaszínig titráljuk.

A H₂O₂ molekulatömege: 34,02 g/mol.

Forrás: Schulek-Szabó 187-188. o.

2.2. Bromatometria

0,02 mol/dm³ koncentrációjú KBrO₃ mérőoldat készítése

Analitikatisztaságú vegyszerből analitikai mérlegen bemérve készítjük a KBrO₃ törzsoldatot.

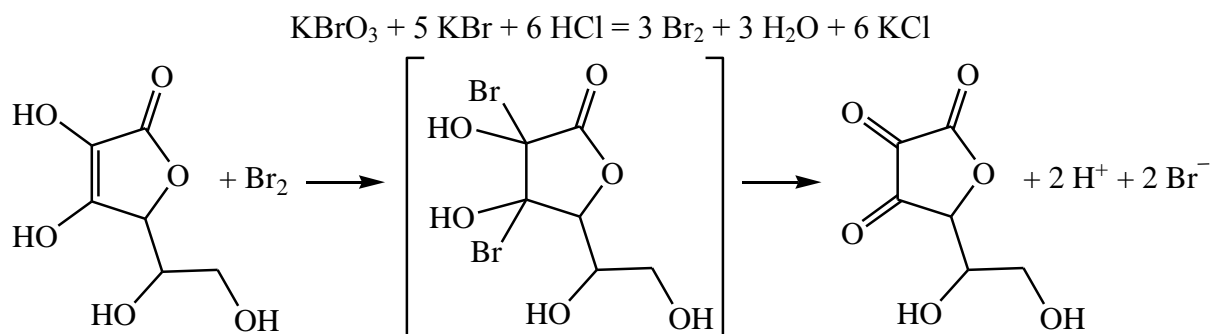
A KBrO₃ molekulatömege: 167,02 g/mol.

Forrás: Schulek-Szabó: 206. o.

C-vitamin hatóanyagtartalmának meghatározása

A meghatározás egy példa a bróm-addíciós meghatározásokra. A reakcióban az aszkorbinsav dehidroaszkorbinsavvá oxidálódik.

A meghatározás egyenlete:



Recept: A homogenizált vizsgálati mintából analitikai mérlegen 1 g körüli mennyiséget bemérünk, melyet aztán maradék nélkül 100,00 cm³-es mérőlombikba mossunk át. Oldódás után a lombikot desztillált vízzel jelig töltve nyerjük a törzsoldatot. A törzsoldatból 10,00 cm³-es részleteket 100 cm³-es titrálólombikokba pipetázunk, majd minden mintához 10 cm³ 10 (m/m) %-os HCl oldatot és annyi desztillált vizet adunk, hogy térfogatuk 40-50 cm³ legyen. A reakcióelegyekben 0,2-0,2 g

KBr-ot oldunk és 2 csepp p-etoxikrizoidin indikátor jelenlétében KBrO_3 mérőoldattal titrálunk. Fordítsunk külön figyelmet arra, hogy a végpontjelzési reakció nem pillanatszerű, ezért ez ekvivalenciapont közelében minden egyes csepp hozzáadása után várjunk legalább 15-20 másodpercet!

A aszkorbinsav molekulatömege: 176,12 g/mol.

Beadandó a szilárd porkeverék hatóanyagának tartalma (m/m) %-ban.

Forrás: Schulek-Szabó 209-210.o.

2.3. Jodometria

0,003 mol/dm³ koncentrációjú KIO_3 mérőoldat készítése

Analitikai tisztaságú vegyszerből analitikai mérlegen bemérve készítjük a KIO_3 mérőoldatot.

A KIO_3 molekulatömege: 214,00 g/mol

Forrás: Schulek-Szabó 229.o

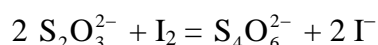
0,02 mol/dm³ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldat készítése és koncentrációjának meghatározása

a./ *Oldatkészítés:* A megfelelő tisztaságú szilárd anyagot táramérlegen bemérve készítjük a mérőoldatot.

Molekulatömeg: $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$: 248,19 g/mol

b./ *A készített oldat pontos koncentrációjának meghatározása:*

A meghatározás ionegyenletei:



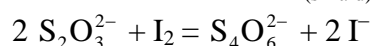
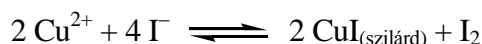
Recept: Az előzőekben készített KIO_3 törzsoldat 10,00 cm³-es részleteit csiszolatos üveg dugós Erlenmeyer lombikokba pipettázzuk. A mintákhoz ~20-20 cm³ desztillált vizet, 1-2 cm³ 20 (m/m) %-os HCl-at adunk, majd 0,5 g KI-ot oldunk bennük. Desztillált vízzel megnedvesített üveg dugóval azonnal lezárjuk a lombikokat, majd sötét helyre tesszük. 3-5 perc elteltével a kivált jódot tioszulfát mérőoldattal titráljuk. A titrálás vége felé a reakcióelegybe néhány csepp 1 %-os keményítőoldatot juttatunk.

A végpontot az oldat kék színének eltűnése jelzi.

Irodalom: Schulek-Szabó 229-232.o.

Cu(II) meghatározás jodometrián

A meghatározás ionegyenletei:



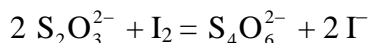
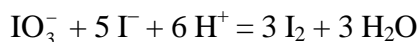
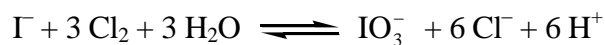
Recept: Az ampullában kiadott ismeretlen oldatot maradéktalanul 100,00 cm³-es mérőlombikba mossuk, majd jelig töltjük. A törzsoldat 10,00 cm³-es részleteit csiszolatos üveg dugós Erlenmeyer-lombikokba pipettázzuk. A minták térfogatát desztillált vízzel kb. 50 cm³-re egészítjük ki, majd 3-3 cm³ 10 (m/m) %-os ecetsavval elegyítjük. A reakcióelegyben 1 g KI-ot oldunk, s a desztillált vízzel megnedvesített üveg dugóval a lombikot azonnal lezárjuk, sötét helyre tesszük. Kb. 5 perc elteltével a kivált jódot tioszulfát mérőoldattal megtitráljuk. A titrálás vége felé pár csepp 1 %-os keményítőoldatot juttatunk a reakcióelegybe. A titrálást lassan fejezzük be.

A réz atomtömege: 63,54 g/mol

Irodalom: Schulek-Szabó 242.o.

I-ionok meghatározása Winkler-féle jódsokszorozó eljárással

A meghatározás egyenletei:



Recept: A kapott ismeretlent maradék nélkül 100,00 cm³-es mérőlombikba mossuk, majd jelig töltjük. A törzsoldat 10,00 cm³-es részleteit csiszolatos üveg dugós Erlenmeyer lombikba pipettázzuk, 50 cm³-re hígítjuk a mintákat, majd 0,5-0,5 cm³ 1 mol/dm³ koncentrációjú HCl-at adunk hozzájuk. A reakcióelegyhez cseppenként annyi frissen készített klórosvizet adunk, hogy a kivált jódtól kezdetben sárga színű oldat elszintelenedjék. Azért, hogy a reakció teljességét mindenképpen biztosítsuk, az elszintelenedésig fogyott klórosvíz mennyiség még háromszorosát csepegtetjük a rendszerbe.

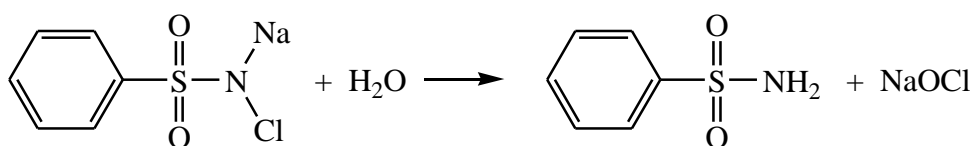
(A klór szaga ekkor már erősen érezhető! Fülke alatt kell dolgozni!) A mintákba kevés horzsakövet szórunk, s a klórt élénk forralással kiűzzük. Az elpárolgó vizet szükség szerint, időnként pótoljuk. A klór kiforralása után a reakcióelegyet lehűtjük, s a lombikba 1-2 csepp tizszeresére hígított metilnarancs oldatot csepegtünk. A metilnarancs színének meg kell maradni! Ellenkező esetben az oldat még klórt tartalmaz, s ilyenkor a kiforralást meg kell ismételni. A lehűtött, biztosan klórmentes reakcióelegyben ~ 0,5 g KI-ot oldunk, s azt 5 cm³ 20 (m/m) %-os foszforsavval megsavanyítjuk. A lombikot desztillált vízzel megnedvesített üveg dugóval azonnal lezárjuk. 3-5 perc elteltével a kivált jódot tioszulfát mérőoldattal visszatitráljuk. Indikátorként a titrálás vége felé a rendszerbe juttatott 5-6 csepp keményítő-oldat szolgál.

A jód atomtömege: 126,90 g/mol

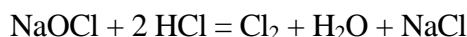
Forrás: Schulek-Szabó 256.o.

Neomagnol aktív klórtartalmának meghatározása

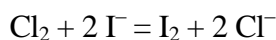
A neomagnol tabletta hatóanyaga, a benzol-szulfon-klóramid-nátrium (klorogén) vizes oldatban nátriumhipokloritra és benzol-szulfonamidra bomlik.



Sósav hatására a hipokloritból klór fejlődik.



Az így képződő klór mennyisége, azaz a Neomagnol tabletta aktív klórtartalma jodometriásan mérhető.



Recept: Analitikai mérlegen lemérünk három tablettát (bemérőedénybe téve) és megállapítjuk egy tabletta átlagtömegét. A tablettákat porcelánmozsárban finom porrá dörzsöljük és e port zárt, csiszolatos mérőedényben tároljuk. A meghatározáshoz 0,04 g körüli ismert mennyiségű port, (tablettaport) illetve porkeveréket analitikai mérlegen, csiszolatos jódszámlombikba mérünk, majd ~20 cm³ desztillált vízben oldjuk és 1,0 g KI és 5 cm³ 2 mol/dm³ koncentrációjú sósavoldat

hozzáadása után képződő jódot a nátrium-tioszulfát mérőoldatunkkal megtitráljuk. A végpont közelében, a szalmasárga szín megjelenésekor 5 csepp keményítőindikátor-oldatot adunk az elegyhez és a sötétkék szín eltűnéséig tovább titrálunk.

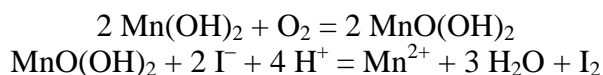
Meghatározandó egy Neomagnol átlagos klorogéntartalma tömegszázalékban.

$$M_{\text{C}_6\text{H}_5\text{SO}_2\text{NNaCl}} = 240,56 \text{ g/mol}$$

Vizek oxigéntartalmának meghatározása

A meghatározás alapelve, hogy a lúgos közegben leválasztott mangán(II)-hidroxid a közeg oxigénjét nagyobb oxidációs számú mangán-hidroxoegyületek képződése közben pillanatszerűen megkötí. A reakcióközeg átsavanyítása után a nagyobb oxidációs számú mangán a jodidionokat ekvivalens mennyiségben színejóddá oxidálja, miközben mangán(II)ionná redukálódik. A kivált és vízben oldott oxigénnel egyenértékű jód tioszulfátoldattal mérhető.

A lezajló reakciókat, a mechanizmusok részletesebb ismertetése nélkül az alábbi egyenletekkel jellemezhetjük:



Az eljárás kritériumai a helyes mintavétel, ezt követően pedig olyan kísérleti feltételek biztosítása, hogy a vizsgálandó vízhez a hozzá elegyítendő kémszerekkel (MnCl_2 , KI, NaOH, végül HCl) a levegő oxigénjéből nyomnyi mennyiség se kerülhessen. A levegő oxigénje már nem zavar, mikor a reakcióelegyet átsavanyítottuk. A levegő zavaró hatását úgy küszöböljük ki, hogy kémszereink tömény oldatok, melyek oldott oxigént gyakorlatilag nem tartalmaznak.

Recept: A vízmintát csiszolatos jódszámlombikban vesszük, légmentesen megtöltve azt a vízmintával. Az üveg dugóját óvatosan kiemelve 1 cm^3 -es kétjelű pipettából $1,00 \text{ cm}^3$ ~30 (m/m)%-os MnCl_2 oldatot juttatunk a vízmintába oly módon, hogy a pipetta vége a lombik aljához érjen. A kifolyt nagy sűrűségű oldat az üveg alján helyezkedik el. Másik, ugyancsak 1 cm^3 -es kétjelű pipettából hasonló módon $1,00 \text{ cm}^3$ KI-os tömény NaOH oldatot jutattunk a vízmintára. Az üveget szárazra törölt dugóval óvatosan buborékmentesen lezárjuk. Ekkor 2 cm^3 vizet a mintából természetesen kiszorítunk, amit azonban számításba tudunk venni. Az üveget párszor megforgatjuk, hogy a levált mangán(II)-hidroxid a folyadékkal intenzíven érintkezzék. A csapadékos oldatot negyedóraig ülepitjük, majd az üveg dugóját óvatosan eltávolítva pipettával $5\text{-}10 \text{ cm}^3$ cc. HCl-oldatot rétegezzük a folyadék aljára. Ilyenkor ismét víz szorul ki a lombikból, amit nem kell számításba vennünk, hiszen a kiszorított víz már oxigénmentes volt. A lombikot a dugóval buborékmentesen gyorsan lezárva, a mintát sötét helyen tároljuk a jódkiválásra néhány percet várva. Ezt követően a jódtartalmú reakcióelegyet $300\text{-}500 \text{ cm}^3$ -es lombikba töltve haladéktalanul megtitráljuk a nátrium-tioszulfát mérőoldattal. Végpontjelzésre keményítőoldatot használunk (lásd Neomagnol aktív klórtartalmának meghatározását).

Beadandó a víz oxigéntartalma mmol/dm^3 -ben, illetve mg/dm^3 -ben.

Alkoholos jód-oldat (Solutio iodi alcoholica, Sol.iodi alcohol, Solutio jodi spirituosa) jód és jodidion tartalmának meghatározása

A gyógyszer-tári készítmény 4,8-5,2% jódot és 3,7-4,3% kálium-jodidot tartalmaz.

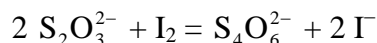
<i>Készítés:</i>	Kalium iodatum (KI)	40,00 g
	Iodum (I_2)	50,00 g
	Aqua destillata	100,00 g
	Alcoholum 96%	810,00 g

A 40 g vízben a kálium-jodidot, majd a jódot oldjuk. Az oldathoz még 60 g vizet, végül a 96%-os alkoholt elegyítjük.

Tartalmi meghatározások:

Jód:

Reakcióegyenlet:



Recept: A kiadott mintát veszteség nélkül 100,00 cm³-re hígítjuk etanol és víz 1:1 arányú elegyével. 10,00 cm³-t kimérünk az oldatból, majd pontosan ismert (kb. 0,05 mol/dm³) koncentrációjú nátrium-tioszulfát-mérőoldattal titráljuk. Amikor az oldat halványsárga színű, néhány csepp keményítőoldatot adunk a mintához és a kék szín eltűnéséig titráljuk. A megtitrált oldatot használjuk a további vizsgálathoz.

Jodid:

Reakcióegyenlet:



Recept: A megelőzően megtitrált folyadékot 5,0 cm³ 1 mol/dm³ kénsavval és 50 cm³ vízzel elegyítjük. Indikátor: 5 csepp I-metanilsárga-odat. A folyadékot késedelem nélkül 0,05 mol/dm³ ezüst-nitrát-mérőoldattal titráljuk. A végpont közelében a mérőoldatot cseppenként adagoljuk, míg a szürkés-kék szín ciklámenpiros lesz, és a csapadékra a festék kék színnel adszorbeálódik.

I atomtömeg = 126,91 g/mol

Beadandó: a kiadott mintában levő I₂ és I⁻ tömege, mg-ban.

Forrás: Magyar Gyógyszerkönyv. III. kötet. 1810. o.

3. CSAPADÉKOS TITRÁLÁS

0,05 mol/dm³ AgNO₃ mérőoldat készítése

Analitikai tisztaságú vegyszerből analitikai mérleggen mérjük be a szükséges mennyiséget.

Az AgNO₃ molekulatömege: 169,87 g/mol.

Irodalom: Schulek-Szabó 270.o.

NaCl-KBr porkeverék összetételének meghatározása Mohr szerint, indirekt módszerrel

Reakcióegyenletek:



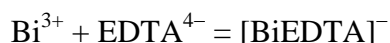
Recept: A kiadott porkeveréket dörzsmozsárba visszük, jól elporított anyagból keveset visszaviszünk a keveréket korábban tartalmazó edénybe és onnan mintegy "kiöblítjük" a kevés maradékot. Néhányszor elvégezzük ezt az öblítést, s közben egyre homogenizáljuk, porítjuk a keveréket.

A keverék kb. 0,50 g-nyi analitikai pontossággal mért részletét vízzel feloldjuk, majd maradék nélkül 100,00 cm³-es mérőlombikba mossuk át, s azt jelig töltjük. A törzsoldat 10,00 cm³-es részleteit 100 cm³-es titrálólombikba visszük, majd térfogatukat desztillált vízzel ~ 50 cm³-re egészítjük ki. Ezt követően a titrálás indikátorául szolgáló 5 %-os K₂CrO₄ 1-1 cm³-ét adjuk a mintákhoz, majd AgNO₃ mérőoldattal titrálunk. A végpont megállapítása a következő módon történhet. Egy mintát gyors, tájékozódó titrálással túltitrálunk. (A kezdetben leváló zöldessárga

Bi(III)ion meghatározása komplexometrián

Reakcióegyenlet:

A pH-t salétromsavval 0.8 -2.5 közötti értékre állítva:



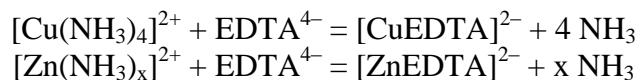
Recept: A kiadott salétromsavas ismeretlen maradék nélkül 100,00 cm³-es mérőlombikba mossuk, a hidrolízis megakadályozására 10 cm³ 10%-os salétromsavat adunk hozzá, majd a mérőlombikot jelre töltjük. Az így előállított törzsoldat 10,00 cm³-ét az 0,01 M EDTA-mérőoldattal titráljuk. Indikátorként 1-4 csepp xilenolnarancsoldatot használunk és állandó sárga színig titrálunk.

Atomtömeg: Bi: 209,00 g/mol.

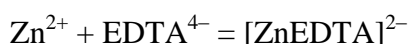
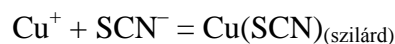
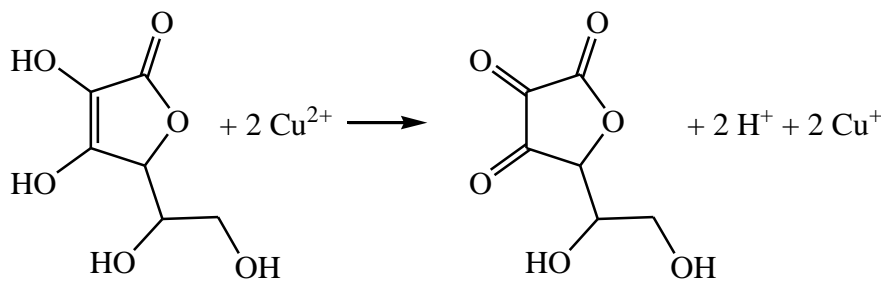
Forrás: Schulek-Szabó 323.o.

Cu(II)- és Zn(II)ionok meghatározása egymás mellett komplexometrián

1. minta reakciói:



2. minta reakciói:



Recept: Az ampullában kiadott ismeretlen maradék nélkül 100,00 cm³-es mérőlombikba mossuk és jelig töltjük. A cink(II) és a réz(II) együttes mérésére a törzsoldat 5,00 cm³-es részleteit desztillált vízzel 40-50 cm³-re hígítjuk.

2 cm³ 25 %-os ammóniaoldattal meglúgosítjuk és 0,1-0,2 g szilárd hígítású murexid indikátort használva állandó ibolyáig titráljuk.

A cink(II) mérésére 10,00 cm³-es részletekhez kb. 0,5 g aszorbinsavat adunk. Oldódás után 10 cm³ 0,1 mol/dm³ koncentrációjú KSCN oldatot adunk hozzá és a rézionokat CuSCN alakjában leválasztjuk. A csapadékos folyadékot desztillált vízzel 50 cm³-re hígítjuk és a cink(II)ionokat 1 g hexametilén-tetramin puffer mellett titráljuk. Indikátorként 0,1 g szilárd hígítású metiltimolkéket használunk. Színátcsapás: kékből állandó sárgába.

A csapadék jelenléte miatt a színváltozás észlelése nehéz.

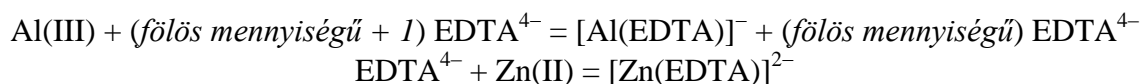
Atomtömegek: Cu: 63,54 g/mol; Zn: 65,38 g/mol.

Forrás: Schulek-Szabó 329.o.

Sajó: Komplexometria: 187.,136.,138.o.

Al(III)ion meghatározása komplexometrián

A meghatározás egyenletei:



Recept: Az ampullában kiadott ismeretlent maradék nélkül 100,00 cm³-es mérőlombikba mossuk és jelig töltjük. 10,00 cm³-es részleteit sósavval pH = 2-3 értékre állítjuk be. A reakcióelegyhez 20,00 cm³ 0,01 mol/dm³ koncentrációjú EDTA mérőoldatot csurgatunk majd az elegyet néhány percig forraljuk. A komplex kialakulása érdekében a még forró oldathoz 2-3 csepp fenolftalein indikátor jelenlétében annyi 5 %-os ammónia oldatot csepegtetünk, míg az rózsaszínű lesz. Az elegyet 1-2 percig ismét forraljuk. Lehűtjük, néhány csepp 5 %-os sósavval átsavanyítjuk és 1-2 g szilárd hexametiltetramint (urotropint) adunk hozzá. Az oldatot desztillált vízzel 50-60 cm³-re kiegészítve, az EDTA fölösleget pontosan ismert, kb. 0,01 mol/dm³ koncentrációjú cink(II) mérőoldattal visszatitráljuk.

Indikátor: 0,1 - 0,3 g szilárd hígítású metiltimolkék. Az oldat színváltozása: sárgából kezdődő kékbe (vigyázzunk, itt nem állandó színig titrálunk).

Atomtömegek: Al: 26,98.

Forrás: Schulek-Szabó 325.o.

Sajó: Komplexometria: 116.,136.o.

Alumínium-acetát-tartarát-oldat (Aluminium aceticum tartaricum solutum, Alum.acet.tart. sol.) alumínium-tartalmának meghatározása

A készítmény 0,58-0,65% alumíniumot tartalmaz alumínium-acetát-tartarát alakjában.

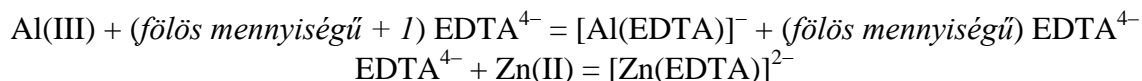
<i>Készítése:</i>	Aluminium sulfuricum solutum 25%	300,00 g
	Aqua destillata	605,00 g
	Calcium carbonicum	36,00 g
	Acidum aceticum dilutum 20%	135,00 g
	Acidum tartaricum	qu.s

Az alumínium-szulfát-oldatot a megadott mennyiségű vízzel hígítjuk. Az oldathoz részletekben, állandó kevergetés közben szórjuk hozzá a kalcium-karbonátot, majd a heves pezsgés megszűnte után részletekben, kevergetés közben öntjük hozzá a 20%-os hígított ecetsavat. A folyadékot gyakran felkeverve szobahőmérsékleten addig hagyjuk állni, míg a gázfejlődés megszűnik, a csapadék pedig leülepszik. A folyadék tisztáját leöntjük, a csapadékot pedig vászonszűrőre gyűjtve enyhén kipréseljük. Az egyesített folyadék minden 100 g-jában 1,75 g bórkősavat oldunk. Az oldatot végül papírszűrőn megsűrjük.

25%-os alumínium-szulfát-oldatot így készítünk, hogy közelítőleg 30%-os oldatot készítünk és ennek Al₂(SO₄)₃·18H₂O tartalmát az Aluminium sulfuricum cikkely [II.745./11] szerint megállapítjuk. Az oldat minden 25 g-ját annyi grammra hígítjuk, ahány százalék Al₂(SO₄)₃·18H₂O-t tartalmaz a hígítandó oldat.

Az alumínium tartalmi meghatározása:

A meghatározás egyenletei:



Recept: A kiadott ismeretlenből pontosan mért, kb. 0,50 g készítményt Erlenmeyer-lombikban 15,0 cm³ vízzel hígítunk. Az oldathoz 10,00 cm³ 0,05 mol/dm³ EDTA-mérőoldatot és 30,0 cm³

vizet adunk, majd 3 percig forraljuk. A lehűtött oldatban 2,0 g hexametiltetramint és 0,1-0,2 g I-metiltimolkéket oldunk. Az EDTA fölöslegét cink-szulfát mérőoldattal (0,01 mol/dm³) addig titráljuk, míg az oldat sárga színe kékesre nem változik.

Atomtömeg: alumínium = 26,98 g/mol.

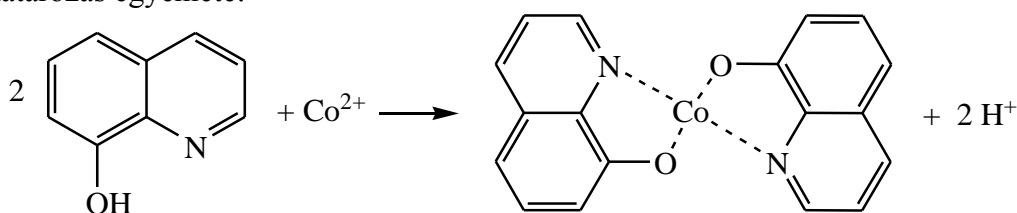
Beadandó: a kiadott mintában lévő Al tömege mg-ban

Forrás: Magyar Gyógyszerkönyv. III. kötet. 1715. o.

5. GRAVIMETRIÁS FELADATOK

Co(II) meghatározása gravimetriás módszerrel 8-hidroxi-kinolinnal (oxin) Berg szerint

A meghatározás egyenlete:



Recept: A kiadott Co(II)ionokat tartalmazó mintát maradék nélkül 100,00 cm³-es mérőlombikba visszük és desztillált vízzel jelig töltjük. Az így nyert törzsoldat 10,00 cm³-es részleteit 250 cm³-es főzőpohárba pipettázzuk. A csapadék leválasztásához legmegfelelőbb pH (~5) beállítása céljából a mintákhoz 4-4 g Na-acetátot és 5-5 cm³ 20 (v/v) %-os ecetsavat adunk, majd térfogatukat desztillált vízzel ~100 cm³-re egészítjük ki. A reakcióelegyeket ~60 °C-ra melegítjük, majd állandó kevergetés közben adagolt 10 cm³ 2 %-os alkoholos oxin oldattal leválasztjuk a kobalt(II)-oxinát csapadékot. A csapadékos oldatot felforraljuk, majd ülepedés után (előzőleg 180 °C-on hevített, majd lehűtve analitikai mérlegen bemért) G3 jelű üvegszűrőn szűrjük. A csapadékot forró desztillált vízzel mossuk (~50 cm³ mintánként) majd 180-200 °C-on súlyállandóságig (kb.2 óra hosszat) szárítjuk. A szárítószekrényből kivett szűrőtégelyeket 10-15 percig levegőn hűlni hagyjuk, majd exsikkátorba helyezük és teljes lehűlés után (következő héten) analitikai mérlegen mérjük.

A kobalt atomtömege: 58,93 g/mol; $M_{\text{CoC}_9\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_2} = 347,23$ g/mol

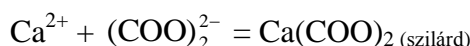
Forrás: Erdey: A kémiai analízis súlyszerinti módszerei. II. 418.o.

Kalcium meghatározása CaC₂O₄·H₂O alakjában

Ammónium-oxalát hatására kalciumionokat tartalmazó forró oldatból jól szűrhető és mosható kalcium-oxalát-monohidrát csapadék válik le, vizoldhatósága kicsiny ($L = 2,6 \cdot 10^{-9}$).

Híg ecetsavas közegben (pH = 3) a kalcium kvantitatíven leválik, ezért az eljárás alkalmas a kalciumionnak magnéziumiontól való elválasztására is.

A meghatározás egyenlete:



Recept: A készített 100,00 cm³ törzsoldat 10,00 cm³-es részletét desztillált vízzel 100 cm³-re hígítjuk, 3 g ammónium-kloridot és 10 cm³ 1 mol/dm³ koncentrációjú ecetsavat adunk hozzá.

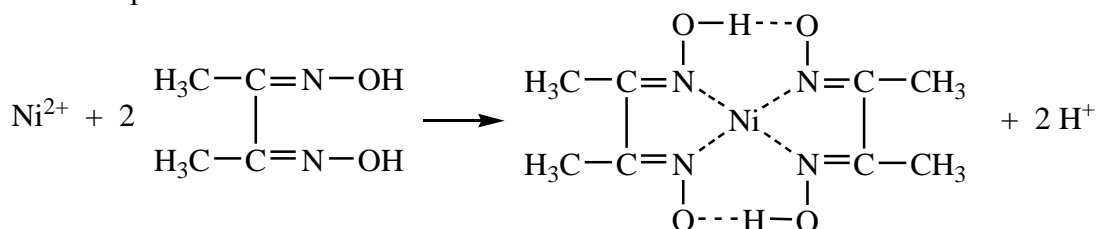
A forrásig melegített oldathoz osztott pipettával cseppenként 20 cm³ ammónium-oxalát-oldatot adunk. A csapadékos oldatot ezután még 1-2 percig forrásban tartjuk. Óraüveggel lefedve 2-3 órahosszán át állni hagyjuk, majd a csapadékot G4-es szűrőre gyűjtjük, 50 cm³ hideg vízzel mossuk és 3 órán át 100 °C-on szárítjuk.

$M_{\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}} = 146,11 \text{ g/mol}$; a kalcium atomtömege: 40,08 g/mol

Meghatározandó a vizsgálandó oldat kalciumiontartalma mg-ban.

Nikkel(II)ionok meghatározása dimetil-glioximmal

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



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.

Recept: A semleges törzsoldat analitikai pontossággal mért 0,1-0,2 g nikkel-dimetil-glioximnak megfelelő részletét 400 cm³-es főzőpohárban desztillált vízzel 150 cm³-re hígítjuk. A forrásig melegített reakcióelegybe vékony sugárban 60 cm³ 96 %-os etil-alkoholban oldott, 1 %-os dimetil-glioximot csurgatunk. Az oldathoz annyi 5 %-os ammóniaoldatot öntünk, hogy annak szaga érezhető legyen. A csapadékot még melegen G3-as szűrőtégelyre gyűjtjük. A kihűlt oldatból a dimetil-glioxim fölöslege hosszabb állás után kiválhat! A csapadékot 50 cm³ 30-40 °C-os vízzel mossuk, majd 2 órán át 120 °C-on szárítjuk és mérjük.

A Ni (C₈H₁₄N₄O₄) képlettömege: 288,92 g/mol; a nikkel atomtömege: 58.69 g/mol

Kis mennyiségű vas(III) elválasztása króm(III)-tól extrakcióval. A króm(III) tartalom meghatározása gravimetriás módszerrel króm(III)-oxid alakjában

Kis koncentrációban előforduló anyag(ok) elválasztására és egyben dúsítására gyakran alkalmazott eljárás az extrakció, melynek lényege, hogy vizes fázisból, azzal nem elegyedő szerves fázisba oldjuk át az adott anyag(oka)t. A szerves fázisba történő átoldódást gyakran olyan komplexképzővel segítjük elő, amelynek a szerves oldószerben jóval nagyobb az oldhatósága, mint a vizes oldatban, s ugyanez vonatkozik a vizsgált fémmel alkotott komplexére is. Megfelelő komplexképző és a legalkalmasabb pH kiválasztásával az eljárás szelektivitása is növelhető.

Esetünkben kis mennyiségű vasat (króm(III)-hoz viszonyítva 1-2 %) krómtól választunk el, s így az a króm súlyszerinti mennyiségi meghatározását nem zavarja. Extrahálószerként jól használhatjuk a 8-hidroxi-kinolin (oxin) 0,10 mol/dm³ koncentrációjú kloroformos oldatát. A vas(III)ionok az oxinnal könnyen képeznek széles pH tartományban (2,5 < pH < 11) nagy stabilitású komplexet, míg a króm(III)-komplex inert, így csak magasabb hőmérsékleten, az oldat forralásánál képződik. Így a vizsgálandó vizes oldatot a kloroformos oxinoldattal összerázva a vas gyakorlatilag teljes egészében átoldódik a kloroformos fázisba, a króm pedig a vizes oldatban marad. A vas koncentrációja a kloroformos fázis közvetlen, vagy hígítás után történő fotometriálásával gyorsan meghatározható, a króm koncentrációját pedig bármely klasszikus analitikai eljárással is meghatározhatjuk. A gyakorlaton a vasnak csak az extrahálását végezzük el, a krómnak meghatározzuk a koncentrációját.

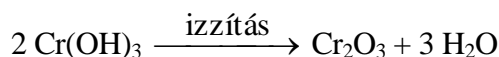
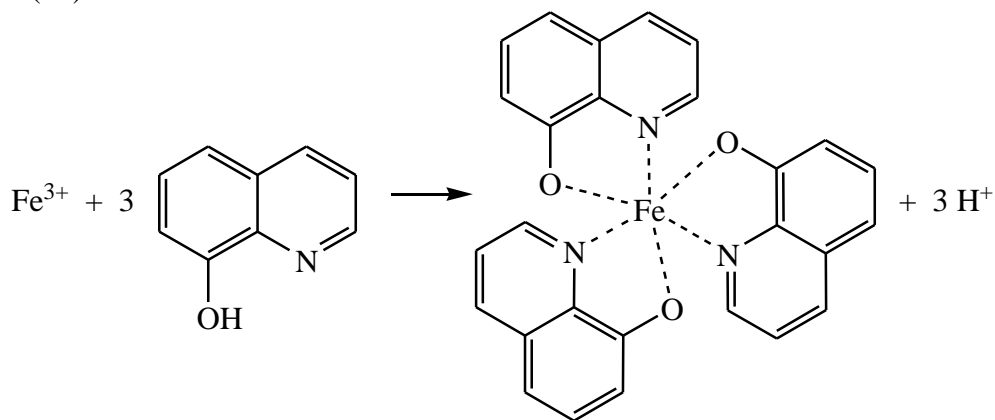
Az eljárás leírása

A kiadott mintát 100,00 cm³-re töltjük fel, majd az oldat kivett kis részletében ammónium-tiocianáttal és éterrel meggyőződünk a vastartalomról. A mintából 50 cm³-t egy legalább 100 cm³-es választótölcsérbe pipettázunk, majd 20 cm³ kloroformos oxinoldatot (0,1 mol/dm³) adunk hozzá. Összerázzuk a két fázist, majd további három percen át rázogatójuk. Ezután hagyjuk, hogy a két fázis kettéváljon, kitisztuljon, majd az alsó kloroformos fázist leengedjük. A vizes fázisból néhány cm³ mintát veszünk, s megvizsgáljuk, tartalmaz-e még vas(II)ionokat. Ha a próba negatív, a vizes fázist négyszer egymás után 20-20 cm³ tiszta kloroformmal rázzuk össze, hogy az oxin vizes fázisba áttolódott kis mennyiségét eltávolítsuk. (Ez zavarná a króm meghatározását.) Ha próba pozitív, akkor előbb újból megismételjük az oxinos extrakciót.

A csak krómot tartalmazó vizes fázisból ammóniával választjuk le a króm(III)-hidroxidot, amelyet hevítéssel króm-trioxiddá alakítunk. Az eljárás a következő: A krómot tartalmazó vizes fázis 20,00-20,00 cm³-ét magas, 250 cm³-es főzőpohárba visszük, s desztillált vízzel 200 cm³-re hígítjuk. Feloldunk az oldatokban 3,0-3,0 g NH₄Cl-ot, s 70-80 °C-ra melegítjük azokat. A forró oldatok pH-ját 1 térfogat tömény ammóniaoldat: 3 térfogat víz elegyével 6-8 közötti értékre állítjuk. (Ez a művelet a leválasztás "legérzékenyebb" része, mert kisebb pH-nál a leválás nem teljes, nagyobb pH-nál viszont a csapadék amminkomplex és hidroxokomplex képződése folytán részben oldódik, sokszor kolloid is képződik, ami a szűrést nagyon megnehezíti.) Helyesen úgy járunk el, hogy az ammóniaoldatot kis részletekben (0,5-1,0 cm³) pipettából adagoljuk, s ügyeljünk arra, hogy a főzőpohár falára ammóniaoldat ne kerüljön. Az oldat fölött a légtérben maradt ammóniát óvatos ráfúvással eltávolítjuk, majd megszagoljuk az oldatot. Ha gyenge ammóniaszag érezhető, a pH megfelelő. Ilyenkor a csapadék jól tömörödik, gyorsan ülepszik. A csapadékos oldatokat vízfürdön 70-80 °C-ra melegítjük, majd ezen a hőmérsékleten u.n. "fehér dobozos" Macherey-Nagel sima analitikai szűrőpapíron szűrjük. 2%-os ammóniával 7-esre állított pH-jú NH₄NO₃-oldattal a csapadékot kloridmentesre mossuk (AgNO₃ próba).

A mosófolyadék lecsöpögtetése után szűrőpapírt a csapadékkal olyan porcelán tégelybe tesszük át, amelyeket előzőleg 800-950 °C-on kiizzítottunk, majd lemértünk. A papír szélét ráhajtjuk a csapadékra, a tégelyt drótháromszögre helyezük, Bunsen-égővel óvatosan előbb kiszárítjuk, majd elégetjük a szűrőpapírt. A tégelyeket izzítókemencébe helyezük, és súlyállandóságig hevítjük 800-950 °C-on (kb.2 óra hosszat). A kihevített már Cr₂O₃-ot tartalmazó – tégelyeket a kemencéből kivéve 10-15 percig hagyjuk hűlni, majd exsikkátorba helyezük, s a teljes kihűlés után (kb.félóra) mérjük.

Extrakció során a képződő [Fe(oxinát)₃] komplex a szerves fázisba kerül, a vizes fázisban marad a Cr(III).



Eredményként a teljes krómmennyiséget adjuk meg mg-okban.

Atomtömeg Cr = 51,996 g/mol, $M_{\text{Cr}_2\text{O}_3} = 151,99$ g/mol

Forrás: Schulek-Szabó 390.o.

Erdey: A kémiai analízis súlyszerinti módszerei. II. 373.o.