

Kloridionok mérése Mohr-módszerrel

- Az ampulla tartalmát veszteség nélkül egy maximum 50 cm³-es főzőpohárba átmoszuk.
- Az oldatot a főzőpohárból egy 100,00 cm³-es mérőlombikba maradéktalanul átmoszuk, desztillált vízzel jelre állítjuk a lombikot, majd homogenizáljuk az oldatot.
- Egy 10,00 cm³-es pipettát átmosunk az elkészített törzsoldattal, majd az átmosott pipettával 10,00 – 10,00 cm³-t pipetázunk a törzsoldatból egy-egy titrálólombikba (4 párhuzamos).
- Az oldatokat kb. 50 cm³-re hígítjuk desztillált vízzel.
- 1 cm³ 5 %-os K₂CrO₄-oldatot (indikátor) adunk hozzájuk.
- Az oldatokat 0,1 M koncentrációjú AgNO₃-oldattal sárgás-vörösbarna szín megjelenéséig titráljuk.
- A mérést háromszor megismételjük.

Bromidionok meghatározása Volhard-módszerrel

- Az ampulla tartalmát veszteség nélkül egy maximum 50 cm³-es főzőpohárba átmoszuk.
- Az oldatot a főzőpohárból egy 100,00 cm³-es mérőlombikba maradéktalanul átmoszuk, desztillált vízzel jelre állítjuk a lombikot, majd homogenizáljuk az oldatot.
- Egy 10,00 cm³-es pipettát átmosunk az elkészített törzsoldattal, majd az átmosott pipettával 10,00 – 10,00 cm³-t pipetázunk a törzsoldatból egy-egy titrálólombikba (4 párhuzamos).
- Az oldatokhoz 20,00 - 20,00 cm³ 0,1 M AgNO₃-oldatot adunk, sárgás színű AgBr csapadék válik ki.
- 5 cm³ 10 %-os salétromsavval megsavanyítjuk az oldatokat.
- 1 cm³ vas(III)-indikátort adunk hozzájuk.
- 0,1 M NH₄SCN-oldattal addig titráljuk, míg a csapadék feletti folyadék vörösbarna színű nem lesz. Végpont közelében erősen rázogtatni kell az oldatot, hogy a csapadékra adszorbeált ezüstion deszorbeálódjon
- A mérést háromszor megismételjük.

Ólomionok meghatározása

- Az ampulla tartalmát veszteség nélkül egy maximum 50 cm³-es főzőpohárba átmoszuk.
- Az oldatot a főzőpohárból egy 100,00 cm³-es mérőlombikba maradéktalanul átmoszuk, desztillált vízzel jelre állítjuk a lombikot, majd homogenizáljuk az oldatot.
- Egy 10,00 cm³-es pipettát átmosunk az elkészített törzsoldattal, majd az átmosott pipettával 10,00 – 10,00 cm³-t pipetázunk a törzsoldatból egy-egy titrálólombikba (4 párhuzamos).
- Az oldatokhoz hozzáadunk 1 cm³ 2 M-os salétromsavat és desztillált vízzel 50 cm³-re egészítjük ki őket.
- 2-3 csepp 0,1 %-os xilenolnarancs indikátort adunk hozzá, az oldatokat homogenizáljuk.
- Az oldatokhoz addig adunk szilárd hexametilén-tetraamint a pH beállításához, amíg az oldat élénk lila színű nem lesz.
- 0,05 M EDTA oldattal színállandóságig titráljuk (citromsárga).
- Ha átcsapáskor nem 1-2 cseppre vált át az oldat, adjunk hozzá további hexametilén-tetraamint, ha visszalilul, tovább titráljuk sárga színre..
- A mérést háromszor megismételjük.

Kalcium- és magnéziumionok meghatározása együttesen

Kalciumionok

- Az ampulla tartalmát veszteség nélkül egy maximum 50 cm³-es főzőpohárba átmoszuk.
- Az oldatot a főzőpohárból egy 100,00 cm³-es mérőlombikba maradéktalanul átmoszuk, desztillált vízzel jelre állítjuk a lombikot, majd homogenizáljuk az oldatot.
- Egy 10,00 cm³-es pipettát átmosunk az elkészített törzsoldattal, majd az átmosott pipettával 10,00 – 10,00 cm³-t pipettázunk a törzsoldatból egy-egy titrálólombikba (3 párhuzamos).
- Az oldatokat kb. 50 cm³-re hígítjuk desztillált vízzel.
- 5 cm³ 1 M-os NaOH-oldattal beállítjuk a pH-t (kb. 12-re, nem kell megmérni).
- Késhegynyi Patton-Reeder indikátort adunk hozzá.
- 0,05 M-os EDTA oldattal halvány rózsaszínből égszínkék színre titráljuk (színállandóságig). Ez lesz a fogyás 1, amiből a kalciumionok mennyisége határozható meg.
- A mérést még kétszer megismételjük.

Kalcium- és magnéziumionok

- A törzsoldattal átmosott 10,00 cm³-es pipettával 10,00 – 10,00 cm³-t pipettázunk egy-egy titrálólombikba (3 párhuzamos).
- Az oldatokat kb. 50 cm³-re hígítjuk desztillált vízzel.
- 2-3 cm³ ammóniás pufferoldattal beállítjuk a pH-t (kb. 10, nem kell megmérni).
- Késhegynyi Eriokrómfekete T indikátort adunk hozzá.
- 0,05 M-os EDTA oldattal halvány rózsaszínből égszínkék színre titráljuk (színállandóságig). Ez lesz a fogyás 2, amiből a kalcium- és magnéziumionok együttes mennyisége határozható meg.
- A mérést még kétszer megismételjük.

Keményítő indikátor készítése

- Főzőpohárban kb. 100 cm³ desztillált vizet felforraltunk (Ez kb. 25 embernek elég).
- Eközben egy kisméretű főzőpohárba kimérünk kb. 1 g keményítőt és 1-2 cm³ desztillált vízben szuszpendáljuk.
- A felforralt desztillált vízbe beleöntjük a szuszpendált keményítőt és alaposan elkeverjük.
- A lehűlt oldat használható a titrálásokhoz.

Tioszulfát-oldat készítése és faktorozása

Oldatkészítés

- Kimérünk mérőhengerbe 100 cm³ 1 M-os Na₂S₂O₃-oldatot és egy 1000,00 cm³-es mérőlombikba töltjük.
- Desztillált vízzel jelre állítjuk és homogenizáljuk az oldatot.
- Egy 1 l-es, desztillált vízzel kimosott, lehetőség szerint nem barna folyadéküvegbe töltjük át.
- Az elkészített oldatot felcímkézzük, a vegyület névleges koncentrációja, dátum, labornap és a csoport száma szerepeljen rajta, az oldatot a szekrényben tároljuk!

Faktorozás

- **Csiszolat, dugós** Erlenmeyer-lombikba pipettázunk 10,00-10,00 cm³ 1/60 M-os KIO₃ oldatot. (4 párhuzamos)
- Az oldatokat kb. 30 cm³-re hígítjuk desztillált vízzel.
- Az oldatokban kb. 1 g szilárd kálium-jodidot feloldunk.
- Az oldatokat kb. 1-2 cm³ 20 %-os sósavval megsavanyítjuk és gyorsan lezárjuk a lombikokat.
- 5 perc várakozás után a dugóra és a csiszolatra kivált jódot desztillált vízzel az oldatba mossuk.
- Az oldatokat 0,1 M-os Na₂S₂O₃-oldattal halványsárga színig titráljuk.
- 1 cm³ keményítő indikátort adunk hozzá és addig titráljuk tovább, míg az oldat elszíntelenedik.
- (Keményítő nélkül is meg lehet titrálni, barnából sárgán át színtelenig.)
- A mérést még háromszor megismételjük.

Rézionok meghatározása

- Az ampulla tartalmát veszteség nélkül egy maximum 50 cm³-es főzőpohárba átmoszuk.
- Az oldatot a főzőpohárból egy 100,00 cm³-es mérőlombikba maradéktalanul átmoszuk, desztillált vízzel jelre állítjuk a lombikot, majd homogenizáljuk az oldatot.
- Egy 10,00 cm³-es pipettát átmosunk az elkészített törzsoldattal, majd az átmosott pipettával 10,00 – 10,00 cm³-t pipetázunk a törzsoldatból egy-egy **csiszolatos, dugós** Erlenmeyer-lombikba (4 párhuzamos).
- Az oldatokhoz hozzáadunk 5 cm³ 5 %-os ecetsavat.
- Az oldatokat kb. 50 cm³-re hígítjuk desztillált vízzel.
- Az oldatokban feloldunk kb. 1 g szilárd kálium-jodidot és gyorsan bedugaszoljuk a lombikokat.
- 5 perc várakozás után a dugóra és a csiszolatra kivált jódot desztillált vízzel az oldatba mossuk.
- Az oldatokat 0,1 M-os Na₂S₂O₃-oldattal halványsárga színig titráljuk.
- 1 cm³ keményítő indikátort adunk hozzá és addig titráljuk tovább, míg az oldat elszíntelenedik. A mérést még háromszor megismételjük.

Fenoltartalom meghatározása Koppeschar-módszerrel

- Az ampulla tartalmát veszteség nélkül egy maximum 50 cm³-es főzőpohárba átmoszuk.
- Az oldatot a főzőpohárból egy 100,00 cm³-es mérőlombikba maradéktalanul átmoszuk, desztillált vízzel jelre állítjuk a lombikot, majd homogenizáljuk az oldatot.
- Egy 10,00 cm³-es pipettát átmosunk az elkészített törzsoldattal, majd az átmosott pipettával 10,00 – 10,00 cm³-t pipetázunk a törzsoldatból egy-egy **csiszolatos, dugós** Erlenmeyer-lombikba (4 párhuzamos).
- Az oldatokhoz hozzáadunk 20,00 cm³ 1/60 M-os KBrO₃ oldatot, majd kb. 100 cm³-re egészítjük ki desztillált vízzel. Az oldatokban feloldunk kb. 1 g kálium-bromidot.
- Az oldatokhoz 10 cm³ 20 %-os sósavat adunk hozzá és gyorsan bedugaszoljuk.
- 10 perc várakozás után gyorsan kb. 1 g szilárd kálium-jodidot adunk, és újra lezárjuk a lombikot.
- Összerázzuk az oldatot, ezután 5 percet várunk, majd a csiszolatról és a dugóról is belemossuk az oldatba a kivált jódot.
- Az oldatokat 0,1 M-os Na₂S₂O₃-oldattal halványsárga színig titráljuk.
- 1 cm³ keményítő indikátort adunk hozzá és addig titráljuk, míg az oldat elszíntelenedik.
- Ha a csapadék sárgás marad vagy az indikátor hozzáadása után szürkés marad, bedugaszoljuk a lombikot, alaposan összerázzuk és a csiszolatok bemosása után tovább folytatjuk a titrálást.
- A mérést még háromszor megismételjük.

Permanganát-oldat készítése és faktorozása

Oldatkészítés

- Táramélegesen kimérünk 3,20-3,25 g kálium-permanganátot egy 200 cm³-es főzőpohárba.
- Desztillált vízben amennyire lehet, feloldjuk, az oldódást kevergetéssel segítjük (üvegbottal).
- Az oldatot dekantálva egy 1000,00 cm³-es mérőlombikba töltjük.
- Ezt addig ismételtjük, amíg a szilárd anyag teljes mennyisége feloldódik.
- A mérőlombikot jelre állítjuk és homogenizáljuk.
- Egy kitisztított, 1 l-es barna folyadéküvegbe töltjük át az oldatot és legalább 1 hétig állni hagyjuk.
- Felcímkézzük, a vegyület névleges koncentrációja, dátum, labornap és a csoport száma szerepeljen rajta, az oldatot a szekrényben tároljuk.

Faktorozás

- Egy tölcsérbe kevés kvarcgyapotot teszünk és ezen keresztül egy tiszta 1 l-es barna folyadéküvegbe szűrjük le az oldatunkat.
- 10,00 cm³ 0,05 M-os oxálsav oldatot pipettázunk titrálólombikba és kevés desztillált vízzel felhígítjuk, majd hozzáadunk 20 cm³ 1 M-os kénsavat.
- A feltöltött bürettából 2-3 csepp 0,02 M-os permanganát-oldatot engedünk a titrálólombikba (ez is már fogyás része).
- A rózsaszínű oldatot addig melegítjük kevertetés közben, míg el nem tűnik a színe.
- Ezután melegen tovább titráljuk a permanganát-oldatunkkal a halvány rózsaszín megjelenéséig. Akkor értük el a végpontot, ha a szín legalább 30 másodpercig megmarad.
- A mérést még háromszor megismételjük.

Nitritionok meghatározása

- Az ampulla tartalmát veszteség nélkül egy maximum 50 cm³-es főzőpohárba átmoszuk.
- A főzőpohárból egy 100,00 cm³-es mérőlombikba maradéktalanul átmoszuk és desztillált vízzel jelre állítjuk a lombikot, majd homogenizáljuk az oldatot.
- A törzsoldattal átmosott 10,00 cm³-es pipettával 10,00 – 10,00 cm³-t pipetázunk egy-egy titrálólombikba. (4 párhuzamos)
- Az oldatokhoz 20,00 cm³ 0,02 M-os kálium-permanganát-oldatot pipetázunk hozzá.
- Az oldatokat 10 cm³ 1 M kénsavval megsavanyítjuk, majd 15 percig állni hagyjuk.
- Az idő letelte után az oldatokhoz 20,00 cm³ 0,05 M-os oxálsavat adunk.
- Az oxálsav feleslegét 0,02 M-os permanganát oldattal titráljuk halvány rózsaszínre. A titrálás során a permanganátot NEM szabad túl gyorsan hozzáadni az oxálsavhoz (ismétlő mérések esetén sem), az első 2-3 cm³-t cseppenként kell hozzáadni, és megvárni, hogy eltűnjön az oldat színe.
- A titálás végpontját akkor értük el, ha a szín legalább 30 másodpercig megmarad.
- A mérést még háromszor megismételjük.

Sósavoldat készítése és faktorozása

Oldatkészítés

- Kimérünk mérőhengerbe 100 cm^3 1 M-os sósavoldatot és egy $1000,00\text{ cm}^3$ -es mérőlombikba töltjük.
- **Kiforralt** desztillált vízzel jelre állítjuk az oldatot és homogenizáljuk.
- Egy 1 l-es, desztillált vízzel kimosott folyadéküvegbe töltjük át.
- Az oldatot a szabályok szerint felcímkézzük, és a szekrényben tároljuk.

Faktorozás

- Külön titrálólombikokba kb. 100-100 mg kálium-hidrogénkarbonátot bemérünk analitikai mérlegen visszaméréssel – a mérőcsónak tömegét lemérjük a sóval együtt, majd a titrálólombikba átöntés után ismét lemérjük a mérőcsónak (és a benne visszamaradt só) tömegét, így a kettő tömeg különbsége adja a valós bemérést (a mérőcsónakot ezután papírtörlővel tisztára töröljük).
- A lombikokba kimért sót kb. 30 cm^3 **kiforralt** desztillált vízben feloldjuk.
- Az így elkészített oldatokhoz 2-3 csepp metilvörös indikátort adunk hozzá.
- A sárga oldatokat hagymavörös színig titráljuk a 0,1 M-os sósavval.
- Ezután az oldatot kevertetés mellett melegítjük, míg vissza nem sárgul.
- Külső vízűtéssel a csapnál visszahűtjük az oldatot szobahőmérsékletre – vigyázzunk, ne menjen bele a csapvíz a lombikba!
- Tovább folytatjuk a titrálást hagymavörös szín eléréséig. Ha 2-3 csepp szükséges az átcsapáshoz, akkor feljegyezzük a fogyást. Ha ennél több, akkor a melegítéstől megismételjük a lépéseket addig, amíg 2-3 csepp hatására érzük el a kívánt színt.
- A mérést még háromszor megismételjük.

Karbonát- és hidrogénkarbonát-tartalom meghatározása Warder-módszerrel

Karbonát-ionok

- Az ampulla tartalmát veszteség nélkül egy maximum 50 cm³-es főzőpohárba **kiforralt vízzel** átmoszuk.
- A főzőpohárból az oldatot egy 100,00 cm³-es mérőlombikba maradéktalanul átmoszuk és frissen **kiforralt**, lehűtött desztillált vízzel jelre állítjuk a lombikot, majd homogenizáljuk az oldatot.
- A törzsoldattal átmosott 10,00 cm³-es pipettával 10,00 – 10,00 cm³-t pipettázunk egy-egy titrálólombikba. (4 párhuzamos)
- Hozzáadunk kb. 4 g szilárd nátrium-kloridot és kb. 20 cm³-ra hígítjuk az oldatot **kiforralt vízzel**.
- Az oldathoz 5-6 csepp fenolftalein indikátort adunk.
- Az oldatot halvány rózsaszínig (majdnem a szín teljes eltűnéséig) titráljuk 0,1 M-os sósavval. Ez lesz a fogyás 1, amiből a karbonátionok mennyisége határozható meg.

Hidrogénkarbonát-ionok

- Újra feltöltjük a bürettát sósavval, jelreállítjuk.
- Az első lépésben megtitrált oldatot elszíntelenedésig titráljuk (de szigorúan csak addig), így jobban látható majd a másik indikátor színe.
- Az oldathoz ezután 2-3 csepp metilvörös indikátort teszünk.
- Az oldatot 0,1 M-os sósavval titráljuk halvány piros színig.
- Ezután az oldatot kevertetés mellett melegítjük, míg vissza nem sárgul (szén-dioxidot kiűzzük).
- Az oldatot folyóvízhűtéssel a vízcsapnál visszahűtjük szobahőmérsékletre az oldatot – vigyázzunk, ne menjen bele a csapvíz a lombikba!
- Tovább folytatjuk a titrálást hagymahéj színig. Ha 2-3 csepp szükséges az átcsapáshoz, akkor feljegyezzük a fogyást. Ha ennél több, akkor a melegítéstől megismételjük a lépéseket addig, amíg 2-3 csepp hatására érjük el a piros színt. Ez lesz a fogyás 2, amiből a karbonátionok és hidrogénkarbonátionok együttes mennyisége határozható meg.
- A mérést még háromszor megismételjük.

Nátrium-hidroxid oldat készítése és faktorozása

Oldatkészítés

- Az oldatot a laborvezetőtől kell kérni
- 100 cm³ 1 M-os nátrium-hidroxid oldatot először egy mérőhengerrel kimérjük, majd egy 1000,00 cm³-es mérőlombikba töltjük. **Kiforralt** desztillált vízzel jelre állítjuk és homogenizáljuk.
- Egy 1 l-es, desztillált vízzel kimosott **nem csiszolatos** folyadéküvegbe töltjük át.
- Felcímkézzük a szabály szerint és a szekrényben tároljuk.

Faktorozás

- 10,00 - 10,00 cm³ 0,1 M-os sósav oldatot pipettázunk titrálólombikokba. (4 párhuzamos)
- Az oldatokat kb. 30 cm³-re hígítjuk **kiforralt** desztillált vízzel, 2-3 csepp metilvörös indikátort adunk hozzájuk.
- Az oldatokat 0,1 M-os nátrium-hidroxid oldattal hagymavörös színig titráljuk.
- A mérést még háromszor megismételjük.

Ecetsavtartalom meghatározása

- Az ampulla tartalmát veszteség nélkül egy maximum 50 cm³-es főzőpohárba átmoszuk.
- A főzőpohárból egy 100,00 cm³-es mérőlombikba maradéktalanul átmoszuk és **kiforralt** desztillált vízzel jelre állítjuk a lombikot, majd homogenizáljuk az oldatot.
- A törzsoldattal átmosott 10,00 cm³-es pipettával 10,00 – 10,00 cm³-t pipettázunk egy-egy titrálólombikba. (4 párhuzamos)
- Kb. 30 cm³-re hígítjuk az oldatot **kiforralt** desztillált vízzel, és hozzáadunk 5-6 csepp fenolftalein indikátort.
- Óvatos kevertetés közben – a szén-dioxid beoldódás minimalizálásának érdekében – a 0,1 M-os nátrium-hidroxid oldattal a halvány rózsaszín megjelenéséig titráljuk. Akkor értük el a végpontot, ha a szín kb. 10-20 másodpercig megmarad.
- A mérést még háromszor megismételjük.