

## Aktív klór meghatározása jodometriás módszerrel

**A GYAKORLAT CÉLJA:** Az ivóvíz vizsgálatok során alkalmazott aktív klór meghatározásra vonatkozó szabványosított eljárások közül a jodometriás módszer megismerése.

### A MÉRÉSI MÓDSZER ELVE

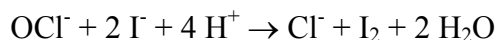
#### Fogalmak

A vízben jelenlévő összes, oxidáló hatású (enyhén savas közegben jodidokból elemi jódot felszabadító) klórvegyületet összes aktív klórnak nevezzük, amelynek koncentrációját – bármely klórforma esetében – a felszabadított, (illetve felszabadítani képes) jóddal egyenértékű  $\text{Cl}_2$  koncentrációjával fejezzük ki  $\text{mg}/\text{dm}^3$  mértékegységben. Szabad aktív klór a hipoklóros-sav ( $\text{HOCl}$ ), hipoklorit ion ( $\text{OCl}^-$ ) és oldott klórgáz ( $\text{Cl}_2$ ) alakjában jelenlévő aktív klór. Kötött aktív klór az összes aktív klórnak a nem szabad aktív klórként jelenlévő része (klóraminok).

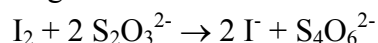
#### Módszerek

A mérési módszert a vizsgálandó minta aktív klórtartalmának előfordulási formája (szabad vagy kötött aktív klór) és mennyisége alapján választjuk ki. A szabad és a kötött aktív klór külön meghatározására csak a dietil-p-fenilén-diaminos (DPD) fotometriás és a DPD-s térfogatos módszer alkalmas. Az összes aktív klórtartalom mérésére a mangán-o-tolidines fotometriás, valamint a jodometriás módszerek használhatók. A fotometriás eljárások helyszíni fotometrálist igényelnek és zavaros minták vizsgálatára nem alkalmasak. Ugyanakkor fotometriásan  $0,02 - 3,0 \text{ mg}/\text{dm}^3$  koncentrációjú klór már meghatározható, míg térfogatos módszerekkel  $0,5 \text{ mg}/\text{dm}^3$  feletti koncentrációk esetén kaphatunk megbízható eredményt.

A jodometriás módszer lényege, hogy az aktív klór által felszabadított elemi jódot keményítő jelenlétében tioszulfát mérőoldattal titrálunk. Amennyiben az aktív klór hipoklorit ion formában van jelen, savas közegben az alábbi reakció szerint szabadítja fel az elemi jódot:



A képződött jód a tioszulfáttal elreagál:



Ez a reakció a jodometria alapegyenlete. A jodometriás módszer nagy koncentrációjú ( $> 1 \text{ mg}/\text{dm}^3$ ) aktív klórt tartalmazó vizek vizsgálata esetén igen pontos eredményt ad.

## SZÜKSÉGES ANYAGOK ÉS ESZKÖZÖK

tömény ecetsav

kristályos, analitikai tisztaságú KI ( $M_r=166,0$ )

$0,1 \text{ mol/dm}^3 \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  oldat

$1,667 \cdot 10^{-3} \text{ mol/dm}^3 \text{ KBrO}_3$  oldat

$200 \text{ g/dm}^3$  (20 %-os)  $\text{H}_2\text{SO}_4$

$50 \text{ g/dm}^3 \text{ NH}_4$ -molibdenát

desztillált víz

1 db  $250 \text{ cm}^3$ -es mérőlombik (a mérőoldat hígításához)

1 db  $25 \text{ cm}^3$ -es pipetta (a mérőoldathoz)

1 db  $20 \text{ cm}^3$ -es pipetta (kálium-bromát oldathoz)

2 db  $250 \text{ cm}^3$ -es főzőpohár (pipettázás segítésére)

1 db  $250 \text{ cm}^3$ -es csiszolt dugós Erlenmeyer lombik (a mérőoldat faktorozásához)

1 db  $2000 \text{ cm}^3$ -es mérőlombik (a vízminta elkészítéséhez)

1 db  $1000 \text{ cm}^3$ -es talpas gömblombik (a vízminta titrálásához)

1 db  $500 \text{ cm}^3$ -es mérőhenger (a vízminta kiméréséhez)

1 db  $25 \text{ cm}^3$ -es buretta (a mérőoldat faktorozásához)

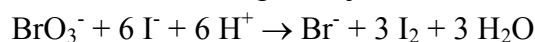
1 db  $10 \text{ cm}^3$ -es buretta (a vízminta vizsgálatához)

1 db bemérőcsónak (KI beméréséhez)

1 db széles szájú hulladékátroló üvegedény

## ELVÉGZENDŐ FELADATOK LEÍRÁSA

**$0,01 \text{ mol/dm}^3 \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  oldat készítése és pontos koncentrációjának meghatározása (faktorozása).** A rendelkezésre álló nátrium-tioszulfát oldatból  $250,00 \text{ cm}^3$   $0,01 \text{ mol/dm}^3$  koncentrációjú oldatot készítünk, melynek pontos koncentrációját meg kell határozni. Ehhez pontos beméréssel készült kálium-bromát oldatot használunk, mely a gyakorlat elvégzéséhez rendelkezésre áll. A mérőoldat pontos koncentrációjának megállapításához  $20,00 \text{ cm}^3$   $1,667 \cdot 10^{-3} \text{ M KBrO}_3$  oldatot csiszolt dugós Erlenmeyer-lombikba pipettázunk és feloldunk benne  $1 \text{ g}$  kálium-jodidot. Az oldatot  $5 \text{ cm}^3$ ,  $200 \text{ g/dm}^3$  koncentrációjú kénsavval megsavanyítjuk és  $2$  csepp  $50 \text{ g/dm}^3$ -es ammónium-molibdenát katalizátort adunk hozzá. A lombikot bedugaszoljuk, majd két percre sötét helyre tesszük, majd a várakozás után  $0,01 \text{ mol/dm}^3$  nátrium-tioszulfát mérőoldattal halványsárga színig titráljuk. A végpont jelzésére kb.  $5$  csepp keményítőindikátort adunk az oldathoz, és elszíntelenedésig titráljuk. A faktorozás során megtitrált jód a  $\text{KBrO}_3$  és KI között lejátszódó



reakcióban képződik.

**Vízvizsgálat.** A meghatározandó vízmintát úgy készítjük, hogy a  $2000,00 \text{ cm}^3$ -es mérőlombikba kapott oldatot jelre töltjük desztillált vízzel, majd homogenizáljuk.  $1000 \text{ cm}^3$ -es talpas gömblombikba  $5 \text{ cm}^3$  ecetsavat és kb.  $1 \text{ g}$  kálium-jodidot teszünk. Mérőhengerrel

hozzámérünk  $500 \text{ cm}^3$ -t a vizsgálandó vízből és elegyítjük. Ha jól látható a sárga szín, elkezdjük a titrálást a nátrium-tioszulfát mérőoldattal, melyet a sárga szín csaknem teljes eltűnéséig folytatunk. Ekkor – illetve ha a sárga szín nem volt elég erős, mindjárt kezdetben –  $5 \text{ cm}^3$  keményítő-oldatot adunk az elegyhez, és folytatjuk a titrálást a kék szín eltűnéséig ( $V_m$ ,  $\text{cm}^3$ ). Három párhuzamos mérést végzünk. A gyakorlat során két vízmintát kapunk, mindkettőt a fenti eljárás szerint titráljuk meg. Az első esetén megkapjuk, hogy a vízminta mekkora térfogatú törzsoldat bemérésével készült. Ebben az esetben a vízminta hipoklorit koncentrációjának ismeretében(, melyet a titrálás során határozunk meg), ki kell számítani a törzsoldat koncentrációját és aktív klórtartalmát is. A felhasznált vízmintával azonos térfogatú klórmentes desztillált vízből készült vakpróbát az előbbiekkal azonos módon megcitrálunk ( $V_{\text{vak}}$ ,  $\text{cm}^3$ ).

**Az aktív klórtartalom kiszámítása.** A vizsgált víz aktív klórtartalmának kiszámításához a vízminta párhuzamos titrálásai során kapott értékek ( $V_m$ ) átlagából ki kell vonni a vakpróbára kapott fogyás ( $V_{\text{vak}}$ ) eredményét. Az így kiszámolt korrigált fogyásokból a mérőoldatok koncentrációjának és a lejátszódó reakciók ismeretében a klórtartalom kiszámítható.

#### **BENYÚJTANDÓ ADATOK, EREDMÉNYEK**

- A  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  oldat pontos koncentrációja
- A vizsgált vízminták összes aktív klórtartalma  $\text{mg}/\text{dm}^3$  egységben
- A vízminta készítéséhez használt törzsoldat koncentrációja ( $\text{mol}/\text{dm}^3$ ) és aktív klórtartalma ( $\text{mg}/\text{dm}^3$ )

#### **KÉRDÉSEK AZ ÖNÁLLÓ FELKÉSZÜLÉSHEZ**

- Definiálja az összes aktív klór fogalmát!
- Definiálja a szabad aktív klór fogalmát!
- Definiálja a kötött aktív klór fogalmát!
- Ismertesse a jodometriás aktív klór meghatározás lényegét! (nem konkrét recept!)
- Aktív klór meghatározásra milyen más módszereket ismer?