

Klorid meghatározása talajoldatokból automatikus titráló készülékkel

TÖRÖK ISTVÁN

Országos Mezőgazdasági Minőségvizsgáló Intézet, Budapest

A kémiai analitikai feladatok megoldásánál egyre elterjedtebben alkalmaznak a laboratóriumokban automatikus titráló készülékeket. A leolvasásból a végpont észleléséből eredő hiba kiküszöbölhető és a mérés pontossága ezáltal növelhető.

A talajkémiai vizsgálatok során sokszor találkozunk olyan analitikai feladattal, amely hagyományos titrálással nem oldható meg. A klorid meghatározásánál az ismert AgNO_3 csapadékos titrálás végpont észlelése zavaros oldatok titrálása esetében hibát okoz. Különösen sárgás színű oldatoknál ez a végpontjelzés, amely egyéb tiszta oldatok esetében bevált módszer [1], itt nem adott megfelelő értéket.

A klorid meghatározására újabban a potenciometrikus titrálás megfelelőbb, ahol elektródával ellátott titráló készüléken a végpontjelzés elektromos úton történik [2].

Az újabb készülékek ionszelektív elektródával működtethetők, így a titrálás végpontjelzése automatikusan történik és ugyanabból az oldatból egymásmellett több ion is meghatározható.

Anyag és módszer

Méréseket végeztünk különböző összetételű talajkivonatok, illetve oldatok kloridtartalmának meghatározására, a Radelkis által gyártott OP-506 típusú automatikus titriméter alkalmazásával. Összehasonlító méréseket végeztünk csapadékos titrálással és az eredmények értékelésével meghatároztuk az automatikus titráló készülékkel végzett mérések hibáját. A méréseket klorid ionszelektív elektróda, valamint inert-sóhidás referencia elektród alkalmazásával végeztük.

A titrálás végpontmeghatározására mérjük különböző töménységű ezüst-nitrát és sósav oldatokban az elektródpotenciált, majd az értékeket grafikusán megrajzolva a két egyenes metszéspontja adja az ekvivalencia pontot. A végpontnak megfelelő potenciál a műszeren előre beállítható, majd a megfelelően előkészített oldatba behelyezzük az elektródákat és elindítjuk a titrálást. A bürettából az adagolás két adagolon keresztül történik, egy makro és mikro adagolon. Először mindkét adagoló működik, majd a végpont közelében a műszeren előre beállított értéknél a makro adagoló lezár. A mikro adagoló a végpont potenciál elérésekor megállítja a titrálást.

Ismert klorid tartalmú oldatok titrálását végeztük el a mérési pontosság meghatározásához. A mérési adatoknak a valódi értékből való átlagos eltérése 4 mgéé/l volt.

A titrálásoknál a maximális hiba 5%.
 A mérési adatok 20%-ában kaptunk 5%-os hibát
 30%-ában 2-5%
 50%-ában 2%-nál kisebb hibát.

A közepes hiba 1,6%, ami a talajtani vizsgálatoknál elfogadhatónak bizonyult.

1. táblázat

Talajoldatok klorid-meghatározásának adatai csapadékos és automatikus titrálással

(1) Sorszám	(2) Klorid mgéé/l	
	Csapadékos titrálás	Automatikus titrálás
1.	11,80	11,6
	12,0	11,5
	11,5	11,4
2.	11,1	11,2
	10,8	11,0
3.	10,0	10,0
	10,5	10,2
	10,3	10,2
4.	9,4	9,4
	9,2	9,4
5.	5,7	5,6
	5,0	5,7
	5,1	5,6
6.	15,0	15,0
	15,6	15,1
7.	7,0	6,8
	6,5	6,7
	6,3	7,0
8.	50,0	48,0
	47,0	47,0
9.	43,0	42,0
	40,0	41,0
	39,0	41,0
10.	69,0	68,0
	66,0	66,0

Összehasonlítást végeztünk csapadékos titrálással és automatikus titrálással kapott eredményekből a különböző talajoldatok esetében. A mérési adatokat az 1. táblázat tartalmazza.

Több párhuzamos mérést elvégezve, bebizonyosodott, hogy míg a csapadékos titrálások átlagos hibája 3%, vagy azt meghaladta, az automatikus

titrálásoknál a talajoldatok esetében sem kaptunk a tiszta oldatok mérésénél tapasztalt 1,6%-os közepes hibánál nagyobb hibát.

Összefoglalva megállapítható, hogy a talajoldatok kloridmeghatározása az ismertett műszerrel a hagyományos módszernél pontosabban és kevesebb idő ráfordítással oldható meg. Az ismertett módszer különösen sorozatméréseknél jól bevált.

Ö s s z e f o g l a l á s

Méréseket végeztünk talajoldatokból klorid-ion meghatározására.

Ismertettük az alkalmazott OP-506 Radelkis gyártmányú titráló készüléket, amely ionszelektív elektródával felszerelve gyors és pontos mérések elvégzésére alkalmas.

Méréseket végeztünk a meghatározások pontosságának kiszámítására. Az átlagos közepes mérési hiba az automatikus titráló készüléknél 1,6%-nak adódott.

Az ismertett műszer talajoldatok kloridtartalmának meghatározására alkalmas.

Több összehasonlító mérést végeztünk különböző kémiai összetételű talajok kloridtartalmának meghatározására csapadékos, valamint automatikus titrálási metodikával.

Zavaros, színes oldatok esetében a csapadékos titrálás végpontjelzése hibát okoz, az automatikus titrálási metodika ezt kiküszöböli és a mérések munka és idő igénye sokkal kisebb. Az ismertett metodika sorozatméréseknél kiválóan alkalmazható.

I r o d a l o m

- [1] SCHULEK, E. & SZABÓ, Z.: A kvantitatív analitikai kémia elvi alapjai és módszerei. Tankönyvkiadó. Budapest. 1971.
 [2] TÖREN, E. C. & BUCK, R. P.: Potentiometric Titrations. Anal. Chem. **42**. 284–304 R. 1970.

Érkezett: 1972. március 8.

Determination of Chloride Content of Soil Solutions by Automatic Titration Equipment

I. TÖRÖK

National Institute for Agricultural Quality Testing, Budapest (Hungary)

Summary

Measurements have been performed to determine chloride ions in soil solutions. We have described the titration equipment of the firm RADELKIS, type OP-506, supplied with ion selective electrodes, which is suitable to carry out measurements quickly and precisely.

We have made measurements to calculate the precision of the determinations. The mean average error of observation for the automatic titration equipment was 1,6%.

The instrument is suitable for the determination of the chloride content of soil solutions.

Several comparative measurements have been made to determine the chloride contents of different chemical compositions by precipitation as well as automatic titration.

In the case of cloudy, coloured solutions, the end point of the precipitation titration is not well expressed, whereas the automatic titration method eliminates this difficulty, and its time and work consumption is considerably lower.

The above mentioned method is well applicable for serial analyses.

Table 1. Chloride content of soil solutions determined by precipitation-, and automatic titration. (1) Number. (2) Chloride mg/l, precipitation and automatic titration.

Dosage du chlorure des solution de sol à l'aide de l'équipement de titrage automatique

I. TÖRÖK

Institut National pour la Qualification des Produits Agraires, Budapest (Hongrie)

Résumé

Les ions de chlorure étaient dosés des solution de sol à l'aide de l'équipement de titrage de marque hongrois OP-506 RADELKIS, fournit d'une électrode sélective aux ions, apte à faire des mesurages rapides et précises.

On a fait aussi des mesurages pour vérifier l'exactitude des dosages. L'avérage des erreurs moyennes des mesurages était 1,6 pourcent pour l'équipement automatique de titrage.

Par des mesurages comparatives on pouvait doser la teneur en chlorure des sols de différentes compositions chimiques, à l'aide des méthodes de titrage automatique et à précipitation.

Au cas des solutions troubles et colorées, l'indication du point final n'est pas toujours définie chez la titrage à précipitation. Chez la méthode automatique de titrage ces difficultés sont éliminées et l'exigence en travail et en temps des dosages est beaucoup plus moins. En outre, elle peut être excellentement employée pour des analyses en séries.

Tableau 1. Données analytiques des dosages de chlorure des solutions de sol avec les méthodes de titrage automatique et à précipitation. (1) No. des échantillons de sol. (2) Chlorure, meq/l, titrage à précipitation et automatique.

Определение хлоридов в почвенном растворе автоматической титровальной установкой

И. ТЁРЁК

Государственный институт по контролю за качеством почв и сельскохозяйственных продуктов, Будапешт (Венгрия)

Резюме

Провели измерения для определения ионов хлорида в почвенном растворе.

Описали использованную титровальную установку типа OP-50, Radelkis, которая будучи снабженной ионноселективным электродом может быть применена для быстрых и точных измерений.

Провели измерения для расчета точности определений. Средняя ошибка измерений автоматической титровальной установки — 1,6%-ов.

Описанный прибор пригоден для определения содержания ионов хлорида в почвенном растворе.

Провели многочисленные измерения для определения содержания ионов хлорида в почвах с различным химическим составом, полностью автоматизированным методом титрования и капельным методом.

В случае мутных, окрашенных растворов определение конечной точки титрования при капельном титровании может привести к ошибке, но автоматическое титрование устраняет это, затрата труда и времени значительно ниже. Описанная методика может быть успешно применена при серийных измерениях.

Табл. 1. Данные определения хлоридов в почвенном растворе методами капельного и автоматического титрования. (1) Номер по порядку. (2) Ионы хлоридов в мг. экв./л, капельное и автоматическое титрование.