

# OXÁLSAVOLDAT KONCENTRÁCIÓJÁNAK MEGHATÁROZÁSA TITRÁLÁSSAL (6)

## Bevezetés

A titrálás egy térfogatmérésen alapuló mennyiségi analitikai eljárás, amelyben egy anyag (*titrálandó oldat*) koncentrációját egy ismert koncentrációjú reagens (*titráló oldat, mérőoldat*) adagolásával határozzuk meg. Alapja egy ismert gyors, kényelmesen kezelhető kémiai reakció



amely alapján A anyag ismert mennyiségéből B anyag ismeretlen anyagmennyisége számítható.

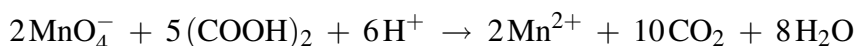
A titrálás folyamatában *ekvivalencia pontnak* vagy *végpontnak* hívjuk azt az állapotot, amikor a titráló oldat sztöchiometriai arányban van a titrálandóval, azaz

$$\frac{n_A}{v_A} = \frac{n_B}{v_B} .$$

Az ekvivalencia pont jelzésére általában indikátort használunk, amely megfelelő kiválasztás alapján az ekvivalencia pontban éles színváltást mutat.

A mennyiségi analitikában alkalmazott titráló oldatok közül soknak a koncentrációját nem lehet pontosan beállítani az oldatkészítés során, így ezek pontos koncentrációját ismert mennyiségű, nagy tisztaságú anyagok titrálásával határozzuk meg. (Ezt az eljárást faktorozásnak is hívjuk.)

A gyakorlat során oxálsavoldatot titrálunk kénsavas közegben kálium-permanganát-oldattal. A köztük savas közegben lejátszódó



reakció ugyan szobahőmérsékleten lassú folyamat, melegítés hatására megfelelő reakciósebesség érhető el. A képződő  $\text{Mn}^{2+}$ -ionok katalizáló hatása miatt pedig a titrálás előrehaladtával még gyorsabb is lesz a reakció.

A titráláshoz külön indikátort nem kell használni, mivel a permanganácion ibolya színe a mérőoldat feleslegében az első csepp hozzáadásával észlelhető. Szilárd kálium-permanganátból beméréssel nem tudunk készíteni mérőoldatot pontos koncentrációban, ezért először annak pontos koncentrációját ismert mennyiségű oxálsav titrálásával a technikus meghatározta. A gyakorlat során egy ismeretlen koncentrációjú oxálsavoldat titrálása a feladat az ismert koncentrációjú kálium-permanganát oldattal.

## Szükséges eszközök

100 cm <sup>3</sup> -es főzőpohár (2 db)	spriccflaska
100 cm <sup>3</sup> -es mérőlombik	Bunsen-állvány
25 cm <sup>3</sup> -es büretta	bürettafogó
10 cm <sup>3</sup> -es pipetta	Bunsen-égő
pipettázó labda	vasháromláb
200 cm <sup>3</sup> -es bőnyakú Erlenmeyer-lombik (3 db)	kerámiaháló
10 cm <sup>3</sup> -es mérőhenger	

## A gyakorlat kivitelezése

A bürettát fogjuk állványba, öblítsük át, töltsük fel vízzel és ellenőrizzük a büretta üvegcsapját (tefloncsapnál az alábbi eljárás elhagyható). A csiszolatnak akadástmentesen kell elfordulnia és jól kell zárnia. Ellenkező

esetben a csapot kivesszük és lemossuk (az üvegcsapot esetleg acetonnal zsírtalanítjuk), a furatot is kitisztítjuk, szárazra töröljük papírvattával. A csapot vazelinnal vékonyan bekenjük és visszahelyezzük a csiszolatba és néhányszor megforgatjuk. A zsírozás akkor jó, ha a csiszolat átlátszó lesz.

A bürettát kevés mérőoldattal néhányszor átöblítjük, majd teljesen feltöltjük úgy, hogy a furatában ne maradjon légbuborék. A beállítást (más néven a 0-ra állítást) csak közvetlenül a titrálás megkezdése előtt végezzük el.

A  $100\text{ cm}^3$  térfogatú mérőlombikban lévő ismeretlen koncentrációjú oxálsavoldatot jellegesen vízzel és jól összerázzuk. Az oldatból Erlenmeyer-lombikba mérünk  $10\text{ cm}^3$ -t hasas pipettával<sup>1</sup>, majd mérőhengerrel hozzámérünk  $5\text{ cm}^3$  20 tömegszázalékos kénsavoldatot.

Titráláskor a lombikot egyik kezünkben tartva állandó rázogatózás közben csepegtetjük a bürettából a mérőoldatot a lombikba. Az első néhány csepp mérőoldat hozzáadása után felmelegítjük az oldatot, így mind a magasabb hőmérséklet, mind a képződött  $\text{Mn}^{2+}$ -ionok miatt kellemesen gyors lesz a reakció lefutása. A titráláskor eleinte gyorsan adagolhatjuk a titráló oldatot, majd az átcsapás (ekvivalencia pont) közelében cseppenként adagoljuk. A titrálás vége felé a lombikot megdöntve forgassuk meg, hogy a falára fröccsent apró cseppeket is belemossuk. A büretta csapjáról az utolsó (tört)cseppet a lombik falához érintve vesszük le és belemossuk az oldatba. Az ekvivalencia pontot a megmaradó halvány ibolya szín jelzi, amely jobban észlelhető, ha a lombik alá fehér papírlapot vagy csempét rakunk.

A végpontban lejegyezzük a fogyott mérőoldat térfogatát. A bürettát az új méréshez feltöltjük és jelre állítjuk. Három párhuzamos mérést végzünk, és ezek átlagából számoljuk ki a kálium-permanganát-oldat koncentrációját.

## Mintaszámolás

A permanganátion anyagmennyisége:  $n_{\text{KMnO}_4} = c_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{\text{büretta}}$

A permanganáttal reagált oxálsav anyagmennyisége a reakció egyenlet alapján:  $n_{\text{ox}} = 5n_{\text{KMnO}_4}/2$

Az oxálsavoldat koncentrációja a pipettában (és a lombikban a hígítás után):  $c_{\text{ox}} = n_{\text{ox}}/V_{\text{pipetta}}$ .

---

<sup>1</sup>Mielőtt a pipettába a vizsgálandó oldatot felszívjuk, papírvattával töröljük szárazra a külsejét. Az oldatból egy keveset a pipettába szívunk a gumi gömb segítségével és megforgatva végigcsorgatjuk a pipetta falán, ezzel átöblítjük a pipettát a mérendő oldattal. A pipettázáskor mindig nyomjuk mélyen az oldatba a pipettát, mert ha az oldat kifogy alóla, a bekerülő levegőtől az oldat a gumi gömbbe szökhet.