

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.

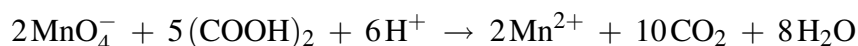
A titrálás folyamatában *ekvivalencia pontnak* vagy végpontnak hívjuk azt az állapotot, amikor a titráló oldat sztöchiometriai arányban van a titrálandóval, azaz

$$\frac{n_A}{\nu_A} = \frac{n_B}{\nu_B} .$$

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 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 permanganátion 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 határozzuk meg ismert mennyiségű oxálsav titrálásával, majd egy ismeretlen koncentrációjú oxálsavoldatot titrálunk meg feladatként.

Szükséges eszközök

100 cm³-es főzőpohár (2 db)

spriccflaska

100 cm³-es mérőlombik

Bunsen-állvány

25 cm³-es büretta

bürettafogó

10 cm³-es pipetta

Bunsen-égő

pipettázó labda

200 cm³-es bőnyakú Erlenmeyer-lombik (3 db)

vasháromláb

10 cm³-es mérőhenger

kerámiaháló

A gyakorlat kivitelezése

A bürettát fogjuk állványba, öblítsük át, töltsük fel vízzel és ellenőrizzük a büretta csapját. A csiszolatnak akadástmentesen kell elfordulnia és jól kell zárnia. Ellenkező esetben a csapot kivesszük és lemoszuk (esetleg

széntetrakloriddal 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 (0-ra állítást) csak közvetlenül a titrálás megkezdése előtt végezzük el.

A 100 cm³ térfogatú mérőlombikban lévő 10 cm³ térfogatú 0,5 mol/dm³ koncentrációjú oxálsavoldatot jelig töltjük vízzel és jól összerázzuk. Az oldatból Erlenmeyer-lombikba mérünk 10 cm³-t hasas pipettával¹, majd mérőhengerrel hozzámérünk 5 cm³ 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 Mn²⁺-ionok miatt kelően gyors lesz a reakció lejátszódása. 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.

A mérőlombikot alaposan kimossuk, vízzel átöblítjük és a technikusnak adjuk, aki 10 cm³ térfogatú ismeretlen koncentrációjú oxálsavoldatot tölt bele. Feladatunk ennek a koncentrációjának a meghatározása az ismert összetételű oxálsavoldat titrálásával azonos módon.

Mintaszámolás

Az oxálsavoldat koncentrációja (a hígítás után): $c_{\text{ox}} = c_{\text{ox},0} \cdot 10\text{cm}^3 / 100\text{cm}^3 = c_{\text{ox},0} / 10$

Az oxálsav anyagmennyisége a titráló lombikban: $n_{\text{ox}} = c_{\text{ox}} \cdot V_{\text{pipetta}}$

Az oxálsavval reagált permanganácion anyagmennyisége a reakció egyenlet alapján: $n_{\text{KMnO}_4} = 2n_{\text{ox}} / 5$

A mérőoldat koncentrációja: $c_{\text{KMnO}_4} = n_{\text{KMnO}_4} / V_{\text{büretta}}$

Az oxálsavoldat koncentrációjának meghatározásánál fordított sorrendben végezzük a számolást:

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

A permanganácionnal 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): $c_{\text{ox}} = n_{\text{ox}} / V_{\text{pipetta}}$

¹Mielőtt a pipettába a vizsgálandó oldatot felszívjuk, papírvattával töröljük szárazra a külsejét. Az oldatból egy keveset a pipetába 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.