

OXÁLSAVOLDAT KONCENTRÁCIÓJÁNAK MEGHATÁROZÁSA TITRÁLÁSSAL

Cél

A titrálás technikájának megismerése, a buretta és a pipetta használatának elsajátítása mellett egy oxálsav-törzsolat koncentrációjának pontos meghatározása.

Elméleti háttér

A titrálás egy térfogatomérésen 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.

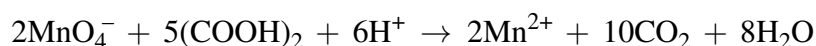
A titrálás folyamatában *ekvivalencia pontnak* vagy végpontnak hívjuk azt az állapotot, amikor a titráló oldat sztöchiometriai arányban van a titrálandóval, azaz

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

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

A mennyiségi analitikában alkalmazott mérőoldatok 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 a bemérés alapján nem lehet pontos koncentrációjú mérőoldatot készíteni, ezért a gyakorlat során először a mérőoldat koncentrációját határozza meg ismert mennyiségű oxálsav titrálásával, majd egy ismeretlen koncentrációjú oxálsavoldatot fog megtitrálni.

Szükséges eszközök

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

A gyakorlat kivitelezése

A titrálóberendezés összeállítása

1. A bürettát fogja állványba bürettafogóval. Ellenőrizze a büretta csapját. A csiszolatnak akadásmentesen kell elfordulnia és jól kell zárnia. Ellenkező esetben vegye ki a csapot és mossa meg. Ha szükséges tisztítsa meg a furatot és törölje szárazra papírvattával. A csapot vékonyan kenje be vazelinnel és helyezze vissza a csiszolatba és forgassa meg néhányszor. A zsírozás akkor jó, ha a csiszolat átlátszó lesz.
2. Öntsön valamennyi kálium-permanganát-oldatot egy 100 cm³ térfogatú, tiszta és száraz főzőpohárba, mert ezzel fogja a mérőoldatot a bürettába tölteni. (Amennyiben rendelkezésre áll, használhatja a kálium-permanganát-oldat mellé biztosított tiszta főzőpoharat is.)
3. Helyezzen a büretta alá egy főzőpoharat, amely a hulladékoldat gyűjtésére szolgál. Zárja a büretta csapját. Öblítse át a bürettát egy kis mennyiségű kálium-permanganát-oldattal néhányszor. Töltse fel a bürettát. Győződjön meg róla, hogy nincs légbuborék a bürettában.
Tippek: Soha ne öntse vissza a titrálószert a tárolóüvegebe, mert beszennyezheti azt. A hulladékot öntse a kihelyezett hulladéktartályba.
4. Helyezzen egy fehér csempét vagy papírlapot az asztalra, a büretta alá a jobb végpontjelzés érdekében.
5. Helyezze a Bunsen égőt az asztalra, távol a bürettától. Helyezze a vasháromlábát és a kerámiahálót az égő fölé.

A mérőoldat koncentrációjának meghatározása

1. A 100 cm³ térfogatú mérőlombikban lévő 10 cm³ térfogatú 0,500 mol/dm³ koncentrációjú oxálsavoldatot töltsen jelig desztillált vízzel, majd rázza össze.
2. Öntsön kis mennyiségű oxálsavoldatot egy 100 cm³ térfogatú tiszta és száraz főzőpohárba.
3. Készítsen elő 3 Erlenmeyer-lombikot az asztalra és pipettázzon 10-10 cm³ oxálsavoldatot a lombikokba a rendelkezésre álló hasas vagy automata pipettával.

(a) Hasas pipetta esetén:

Papírvattával törölje szárazra a pipetta külsejét. Az oxálsavoldatból egy keveset szívjon a pipettába a pipettalabda segítségével és óvatosan forgatva csorgassa végig a pipetta falán, ezzel átöblítve azt a mérendő oldattal. A pipettát helyezze az oxálsavoldatba. A pipettalabdával szívja fel az oldatot. Emelje ki az edényből és kívülről törölje szárazra majd a labda segítségével állítsa jelre. Az oldattal teli pipettát helyezze az Erlenmeyer-lombik fölé és a labda segítségével a pipettát függőleges tartva és a hegyét a lombikhoz érintve engedje bele az oldatot a lombikba. Ha a pipetta alján is van jelzés (kétjelű pipetta), akkor csak az alsó vonalig engedje be az oldatot a lombikba.

Tippek: Pipetázáskor mindig nyomja mélyen az oldatba a pipettát, mert a bekerülő levegőtől az oldat a pipettalabdába szökhet. Ne fektesse le a pipettát, amíg a pipettalabda rajta van. Ne nyúljon a pipetta hegyéhez pusztán kézzel.

(b) Automata pipetta esetén:

A dugattyú elforgatásával állítsa be a kívánt mennyiséget. Helyezze a tiszta és száraz hegyet a pipettára. Nyomja a dugattyút az első ütközésig. Helyezze a hegyet az oxálsavoldatba. Tartsa a pipettát függőleges helyzetben, majd lassan engedje el a dugattyút. A pipettát helyezze az Erlenmeyer-lombikba. Lassan nyomja a dugattyút az első ütközésig, majd a másodikig, hogy lehetőleg az összes oldatot kinyomja (valamennyi oldat maradhat a pipettahegyben).

Tippek: Ne tegye a pipettát le az asztalra úgy, hogy a pipettahegy rajta van.

4. Mindhárom lombikba mérjen mérőhengerrel 5-5 cm³ térfogatú 20 tömegszázalékos kénsavoldatot.

Titrálás

1. Állítsa nullára a mérőoldatot a bürettában. Mivel az oldat sötét színű, a felső menizkuszt vegye mindig figyelembe a buretta leolvasásánál és a 0-ra állításnál.
2. Tegye az egyik előkészített Erlenmeyer-lombikot az asztalra a buretta alá úgy, hogy a buretta hegye a lombik belsejébe essen. A bürettából adjon pár csepp mérőoldatot az Erlenmeyer-lombikba.
3. Melegítse fel az Erlenmeyer-lombikot 50-60 °C-ra Bunsen égővel a fémállványon. A nagyobb hőmérsékleten gyorsabban képződött Mn^{2+} -ionok katalizálják a folyamatot és így kellően gyors lesz a reakció szobahőmérsékleten is.
4. Titráláskor a lombikot egyik kezében tartva, állandó rázogatós közben csepegtesse a bürettából a mérőoldatot a lombikba. A permanganát lila színe eltűnik az oxálsavval történő reakció során. Az ekvivalencia pontot a megmaradó halvány ibolya szín jelzi.
Tipp: A mérőoldatot először gyorsan adjuk a titrálandóhoz, a végponthoz közel azonban csak cseppenként adagoljuk. Időről időre döntse meg a lombikot, és mossa le a lombik faláról a mérőoldatcseppeket spriccflasszával. Az utolsó (tört) cseppet érintse a lombik falához, és mossa az oldatba. A hulladékot a hulladékgyűjtő edényekbe helyezze.
5. A végpontban jegyezze le a fogyott mérőoldat térfogatát.
6. Töltse fel a bürettát az új méréshez és állítsa jelre.
7. Ismétlje meg a titrálást még legalább kétszer, hogy legyen legalább három párhuzamos mérése. Számítsa ki a fogyások átlagát és jegyezze le az eredménylapra.

Tipp: Az első titrálás lehet pontatlan. A második és a harmadik titrálás során a mérőoldatot mérsékeltén gyorsan adja az oxálsavoldathoz a végpont előtt kb. 1,00 cm³-ig. Majd cseppenként adja a mérőoldatot, hogy a végpontot pontosan megkaphassa.

Az ismeretlen koncentrációjú oxálsavtörzsoldat analízise

1. A mérőlombikot mossa ki alaposan, vízzel öblítse át és adja oda a technikusnak, aki 10 cm³ térfogatú ismeretlen koncentrációjú oxálsavtörzsoldatot tölt bele.
2. Hígítsa az ismeretlent 100 cm³-re és homogenizálja az oldatot.
3. Az előzőekben leírtak szerint mérjen össze három mintát.
4. Titrálja meg a mintákat az előzőekben leírtak szerint.
5. Számítsa ki az oxálsavtörzsoldat koncentrációját.

Mintaszámolás

A mérőoldat kálium-permanganát koncentrációjának meghatározása

Az oxálsavoldat koncentrációja (a hígítás után): $c_{ox} = c_{ox,0} \cdot 10 \text{ cm}^3 / 100 \text{ cm}^3 = c_{ox,0} / 10 = 0,0500 \text{ mol/dm}^3$

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

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

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

Az ismeretlen koncentrációjú oxálsavoldat analízise

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

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

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

Az oxálsavtörzsoldat koncentrációja: $c_{ox,0} = \frac{c_{ox} \cdot 100 \text{ cm}^3}{10 \text{ cm}^3} = c_{ox,0} \cdot 10$