

Redoxi titrálás potenciometriás végpontjelzéssel Vastartalom meghatározása aszkorbinsavon

Eszközök: mV-mérő készülék (pH/mV-méter), kalomel elektród, platinaelektród, keverő keverőpálcával, buretta, 250 cm³-es főzőpohár, 250, 100 cm³-es mérőlombik, 25 cm³-es pipetta

Anyagok: aszkorbinsav, kálium-jodát mérőoldat, HCl, keményítő-indikátor

A Fe³⁺-ionokat az aszkorbinsav híg savas közegben elektron átadásával Fe²⁺-ionokká redukálja. Az aszkorbinsavból dehidroaszkorbinsav képződik.



Készítsünk 250 cm³ 0,02 mol/dm³ koncentrációjú aszkorbinsav mérőoldatot. Az ehhez szükséges aszkorbinsavat (M: 176,13 g/mol) gyorsmérlegen mérjük ki. (A számított mennyiségnél 1-2% többet mérünk be (0,885 g/250 cm³).

Az aszkorbinsav pontos koncentrációjának meghatározása

A kálium-jodát alkalmas az aszkorbinsav pontos koncentrációjának meghatározására (magasabb hőmérsékleten is bomlás nélkül szárítható). Az 1/60-ad mol/dm³ koncentrációjú oldat felel meg 0,05 mol/dm³ koncentrációjú aszkorbinsav-oldatnak.

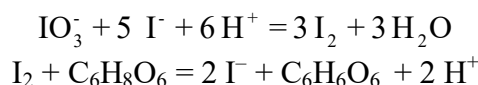
Az 1/60-ad mol/dm³ koncentrációjú KIO₃-mérőoldat (+KI) készen van.

Automata buretta segítségével egy Erlenmeyer-lombikba kimérünk 5,0 cm³ KIO₃-mérőoldatot, 1 cm³ 5 mol/dm³ koncentrációjú sósavval megsavanyítjuk és a kivált jódot a beállítandó aszkorbinsav oldattal (keményítő indikátor mellett) megtitráljuk. (A keményítő indikátort közvetlenül az egyenértékpont előtt, a halványsárga színű oldathoz adjuk!)

A pontos koncentráció számítása:

$$\frac{0,02 \cdot 12,5}{V}, \text{ ahol } V \text{ a fogyott aszkorbinsav-oldat térfogata cm}^3\text{-ben}$$

A keményítőoldatot lehetőleg frissen készítjük (kb. 0.2 g keményítőt kevés vízzel összedörzsölünk, majd a pépet kb. 100 cm³ forró vízben felhígítjuk (az oldat kevés szalicilsavval konzerválható). Ebből a keményítő oldatból 1 cm³-t adunk a titrálendő oldathoz a titrálás vége felé, amikor annak színe már csak halvány sárga.



Az aszkorbinsav bomlékony, minden nap újra meg kell határozni a pontos koncentrációját.

Vastartalom meghatározása:

Beadunk 1 db 100 cm³-es mérőlombikot. A mintát tartalmazó mérőlombikot jelig töltjük, homogenizáljuk. Pipettával 25,0 cm³ mintát mérünk egy főzőpohárba, majd ioncserélt vízzel kb. 80-100 cm³-re hígítjuk. Kb. 50-60°C-ra melegítjük, majd belemerítjük a Pt-kalomel elektródpárt. Az aszkorbinsav mérőoldatot cm³-ként adagolva elkezdjük a titrálást. Három párhuzamos titrálást végzünk.

Excel táblázatkezelővel elkészítjük a titrálási görbéket. Az inflexiós pontot a kinyomtatott titrálási görbéken grafikus úton határozzuk meg. A három titrálás egyenértékpontjainak átlagával számolunk.

Beadandó az ismeretlen minta Fe³⁺ tartalma (g/dm³-ben) a felvett titrálási görbékkel együtt.