

2011/2012 õa keemiaolümpiaadi
LÖPPVOORU PRAKTILINE TÖÖ

9. ja 10. klass

Nitritisalduse permanganomeetriline määramine

Sissejuhatus

Kaaliumpermanganaat (KMnO_4) on happelises keskkonnas tugev oksüdeerija, mida kasutatakse paljude redokstiitrimiste juures. KMnO_4 titrandina kasutamisel on plussiks tema intensiivne värvus, mistõttu eraldi indikaatori kasutamine ei ole vajalik. KMnO_4 ei ole põhiaine omadustega, mistõttu tema täpne kontsentratsioon tuleb määrata põhiaine (näiteks oblikhappega – $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$) tiitrimise teel.

Nitritioonide määramine permanganomeetriliselt tagasiitrimise meetodil

Põhimõte

Nitritioonid (NO_2^-) oksüdeeruvad KMnO_4 toimel nitraatioonideks (NO_3^-). NO_2^- otsene määramine KMnO_4 -ga tiitrimisel on ebatäpne. Seetõttu viiakse analüüs läbi järgmiselt. Kõigepealt oksüdeeritakse lahuses sisalduvad NO_2^- -ioonid KMnO_4 liia juuresolekul. Seejärel lisatakse liias oblikhappe lahust. Oblikhappe liig määratakse KMnO_4 lahusega tiitrimisel.

Töö käik

Proovi analüüsiks pipeteerida 300 cm^3 -sse Erlenmayeri kolbi $25,00\text{ cm}^3$ kaaliumpermanganaadi lahust ($0,1399\text{ M}$) ning lisada umbes 15 cm^3 1:4 lahjendatud väävel-hapet (lisamiseks kasutada tsentrifuugiklaasi, millega mõõta $10 + 5\text{ cm}^3$ lahust).

Sellesse segusse pipeteerida $10,00\text{ cm}^3$ proovilahust. Kolb sulgeda korgiga ning lasta seista 10-15 minutit nitritioonide täielikuks oksüdeerumiseks.

Kolbi lisada $25,00\text{ cm}^3$ $0,02500\text{ M}$ oblikhappelahust. Loksutada hoolega (vältides lahuse väljapaiskumist kolvist) ning tiitrida oblikhappe liig kaaliumpermanganaadi lahusega kuni roosa värvuse püsijäämiseni. See reaktsioon toimub küllalt aeglaselt ning tiitrimise lõpp-punktis peab lahuse roosakas (heleroosa) värvus püsima jääma mitmeks minutiks.

Tiitrida kolme kokkulangeva tulemuse saamiseni.

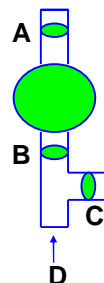
Täitke vastuste leht.

Näpunäiteid

1. KMnO_4 lahuse intensiivse värvuse tõttu ei ole enamasti võimalik võtta büretilt lugemist meniski alumise osa järgi. Võtke lugemist meniski ülemise osa järgi!
2. Selleks, et vältida anumate segiminekut, tähistage markeri abil oma klaasnõud.
3. Pärast büreti täitmist võtke lehter büreti otsast ära!

4. Mõelge hoolega läbi, milliseid klaasvahendeid on vaja töö käigus pesta destilleeritud veega ja milliseid on vaja loputada järgmise lahusega.
5. Kitlit ja kaitseprille tuleb kanda kogu laboris viibimise ajal!
6. Vastus anda nelja tüvenumbri täpsusega.

Pipetipumba (kummipirni) kasutamine



1. Avame sulguri **A** ja vajutame pumbast õhu välja. Sulguri **A** sulgemisel jääb pumba vaakum.
 2. Asetame pipeti avasse **D**.
 3. Asetame pipeti mõõtekolvis olevasse lahusesse, avame sulguri **B**. Hõrenduse (vaakumi) tõttu täitub pipett lahusega. Kui vedeliku tase jõuab märgist umbes sentimeetri võrra kõrgemale, sulgeme sulguri **B**. Alles seejärel võtame pipeti kolvist välja.
 4. Sulguri **C** ettevaatliku avamise ja sulgemisega laseme vedeliku meniski täpselt kriipsu peale. (Väljavoolav lahus lasta jääkide nõusse.)
 5. Asetame pipeti kolbi nõnda, et pipett toetuks kolvi seina vastu või puudutaks lahuse pinda. Avame sulguri **C** ja laseme vedelikul pipetist välja voolata.
- Tähelepanu!** Pumba hoidke nii, et vedelik sinna sisse ei pääseks.