

**CHEMIA ŚRODKÓW BIOAKTYWNYCH I KOSMETYKÓW
PRACOWNIA CHEMII ANALITYCZNEJ**

Ćwiczenie

Manganometryczne oznaczanie Fe²⁺

WYKONANIE ĆWICZENIA

Manganometryczne oznaczanie żelaza(II)

Jony Fe^{2+} utleniane są ilościowo podczas miareczkowania mianowanym roztworem KMnO_4 w środowisku kwaśnym do jonów Fe^{3+}



Podczas miareczkowania jonów Fe^{2+} w obecności jonów chlorkowych może zachodzić uboczna reakcja utleniania chlorków roztworem KMnO_4 do wolnego chloru lub chloranu(I). W celu uniknięcia tej niekorzystnej reakcji dodaje się przed miareczkowaniem żelaza mieszaninę Reinhardta-Zimmermanna, w której skład wchodzi H_2SO_4 , H_3PO_4 i MnSO_4 . Obecność znacznej ilości Mn^{2+} obniża potencjał utleniający KMnO_4 na tyle, że nie zachodzi utlenianie Cl^- . Obecny w mieszaninie kwas H_3PO_4 wiąże w bezbarwny kompleks jon Fe^{3+} oraz wpływa na obniżenie potencjału utleniającego układu $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$. Przed miareczkowaniem należy żelazo całkowicie zredukować do Fe^{2+} za pomocą roztworu SnCl_2 dodając go w małym nadmiarze. Nadmiar SnCl_2 usuwa się dodając roztwór HgCl_2 . W wyniku tej reakcji rtęć(II) utlenia cynę (II) sama redukując się do Hg(I) i wytrąca jako trudnorozpuszczalny Hg_2Cl_2 w postaci białego jedwabistego osadu. Osad ten nie reaguje z roztworem KMnO_4 . Jeżeli w roztworze stężenie Sn^{2+} jest zbyt duże zamiast jedwabistego osadu może powstać osad szary zawierający rozdrobnioną rtęć metaliczną. Taka postać rtęci może reagować z manganianem (VII).

Stosowany sprzęt laboratoryjny:

kolby stożkowe 300 ml,

kolba miarowa 100 ml,

pipeta pełna 20 lub 25 ml,

biureta 50 ml, statyw,

palnik, siatka ceramiczna, trójnóg

cyliny miarowe,

pipeta miarowa.

Stosowane odczynniki i roztwory:

SnCl_2 ok. 15% roztwór HCl,

HgCl_2 5% roztwór wodny,

mieszanina Zimmermana – Reinhardta,

mianowany roztwór KMnO_4 ~0.02 mol/l.

Opis manganometrycznego oznaczenia żelaza

1. Badany roztwór żelaza rozcieńczyć wodą w kolbie miarowej o pojemności 100 cm^3 do kreski i dokładnie wymieszać. Przy pomocy pipety pełnej ($20\text{-}25\text{ cm}^3$) przenieść porcję roztworu do kolby Erlenmajera o pojemności 300 cm^3 .
2. Roztwór ogrzać prawie do wrzenia, następnie dodawać z pipety roztwór SnCl_2 , aż do odbarwienia badanego roztworu.
3. Roztwór ostudzić do temperatury poniżej 298 K , dodać szybko 10 cm^3 HgCl_2 . Powinien powstać biały jedwabisty osad. Jeśli roztwór jest szary, analizę należy powtórzyć.
4. Próbkę rozcieńczyć dodając ok. 100 cm^3 wody.
5. Dodać 25 cm^3 roztworu mieszaniny Zimmermana –Reinhardta.
6. Miareczkować mianowanym roztworem KMnO_4 do trwałego, słabo różowego zabarwienia utrzymującego się 30 s.
7. Wykonać minimum 3 równoległe oznaczenia.
8. Obliczyć masę żelaza korzystając ze wzoru:

gdzie:

V_{PR} - objętość KMnO_4 odpowiadająca PR [ml]

C - miano KMnO_4 [mol/l]

0,0558 – masa milimola żelaza [g/mmol]

w – współmierność kolby i pipety

Wyniki oznaczenia zebrać w tabeli, której wzór przedstawiono poniżej:

Nr próbki	objętość roztworu KMnO_4 V_{PR} [ml]	stężenie KMnO_4 C [mol/l]	współmierność w	masa Fe^{2+} [g]	średnia masa Fe^{2+} [g]*
1					
2					
3					

* średnia masa po odrzuceniu wyników wątpliwych

9. Jako wynik analizy przedstawić średnią arytmetyczną 3 wyników, jeśli różnica pomiędzy nimi nie przekracza 0.5 %.

10. W przypadku wyniku wątpliwego, wynik należy odrzucić i wykonać kolejne oznaczenie.