

CHEMIA ŚRODKÓW BIOAKTYWNYCH I KOSMETYKÓW
PRACOWNIA CHEMII ANALITYCZNEJ

Ćwiczenie 6

Manganometryczne oznaczenia H₂O₂

Ćwiczenie obejmuje:

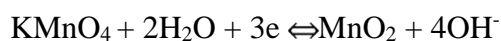
1. Oznaczenie miana roztworu KMnO₄
2. Manganometryczne oznaczanie H₂O₂

WYKONANIE ĆWICZENIA

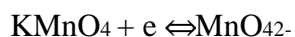
1. Oznaczanie miana roztworu KMnO_4 na $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

Roztwór KMnO_4 posiada silne właściwości utleniające dlatego należy do utleniaczy najczęściej stosowanych w praktyce. Dodatkową jego zaletą jest wyraźna barwa dzięki czemu odpada konieczność stosowania wskaźników (KMnO_4 jest autoindykatorem). Zaletą tego odczynnika jest też jego stosunkowo niska cena. Przebieg redukcji manganianu (VII) zależy od odczynu środowiska. W środowisku kwaśnym KMnO_4 redukuje się do manganu (II): $\text{KMnO}_4 + 8\text{H}_2\text{O} + 5\text{e} \Leftrightarrow \text{Mn}^{2+} + 4\text{H}_2\text{O}$

W środowisku obojętnym lub słabo kwaśnym zachodzi redukcja do Mn^{4+} (MnO_2):



W środowisku mocno zasadowym redukcja zachodzi tylko do manganianu(VI):

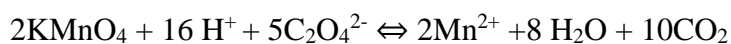


W praktyce laboratoryjnej używa się najczęściej KMnO_4 o stężeniu 0,02 mol/l, 0,002 mol/l. Nie można otrzymać mianowanego roztworu manganianu (VII) przez rozpuszczenie ściśle odważonej ilości soli w znanej objętości wody, ponieważ KMnO_4 zawsze zawiera domieszkę MnO_2 . Przed przystąpieniem do ustalania miana należy roztwór KMnO_4 dokładnie przesączyć w celu usunięcia MnO_2 . Jest to konieczne gdyż znajduje się on w postaci drobnej zawiesiny w roztworze. W środowisku kwaśnym wchodzi on w reakcję z reduktorem zwiększając miano roztworu. MnO_2 katalizuje również samorzutny rozkład KMnO_4 : $4\text{MnO}_4^- + 2\text{H}_2\text{O} \Leftrightarrow 4\text{MnO}_2 + 4\text{OH}^- + 3\text{O}_2$

W roztworach obojętnych proces rozkładu przebiega bardzo powoli, przyspieszają go jednak obecność MnO_2 , Mn^{2+} oraz jonów H^+ , toteż rozkład zachodzi szybciej w roztworach kwaśnych. Zachodzi on szybciej również w podwyższonej temperaturze. Czynnikiem przyspieszającym jest również światło, dlatego należy roztwory manganianu (VII) przechowywać w butelkach z ciemnego szkła.

Miano roztworu KMnO_4 nastawia się na substancję wzorcową, którą jest stały $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

W czasie mianowania zachodzi następująca reakcja:



Stosowany sprzęt laboratoryjny:

kolby stożkowe 300 ml, biureta
50 ml, statyw, palnik, siatka
ceramiczna, trójnóg cylinder
miarowy.

Stosowane odczynniki i roztwory:

Na₂C₂O₄ stały, wysuszony,
Roztwór KMnO₄ ~0.02 mol/l, H₂SO₄
2 mol/l.

Opis mianowania roztworu KMnO₄ (0.02 mol/l)

1. Na wadze analitycznej odważyć 0,25–0,30g Na₂C₂O₄ wysuszonego w temperaturze 383K.
2. Odważkę rozpuścić w 50 ml wody i dodać 15 ml 2 mol/l H₂SO₄. Otrzymany roztwór ogrzać do temperatury 343–353K.
3. Miareczkować przygotowanym roztworem KMnO₄. Początkowo wprowadzać roztwór bardzo powoli do każdorazowego odbarwienia się roztworu miareczkowanego. Gdy już w roztworze nagromadzi się wystarczająca ilość jonów Mn²⁺, redukcja manganianu (VII) potasu następuje bardzo szybko i wówczas należy energicznie mieszając miareczkować do słabo różowego zabarwienia, utrzymującego się ok. 30 s.
4. Stężenie molowe nastawionego roztworu KMnO₄ oblicza się uwzględniając stechiometrię reakcji ze wzoru:

$$C_{KMnO_4} = \frac{(2 \cdot m)}{0.13402 \cdot V_{KMnO_4} \cdot 5}$$

gdzie: m – masa odważki Na₂C₂O₄ [g]

V_{KMnO₄} – objętość KMnO₄ [ml]

0,13402 – masa milimola Na₂C₂O₄ [g/mmol]

5. Uzyskane wyniki należy zapisać w załączonej na końcu skryptu tabeli, a następnie dokonać oceny statystycznej uzyskanej serii pomiarowej- opracowanie grupowe wg wzoru umieszczonego na końcu skryptu.

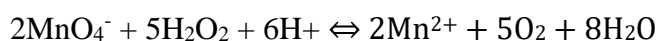
Nr próbki	objętość roztworu KMnO ₄ V _{PR} [ml]	stężenie KMnO ₄ C [mol/l]	współmierność w	masa Mn ²⁺ [g]	średnia masa Mn ²⁺ [g]*
1					
2					
3					

* średnia masa po odrzuceniu wyników wątpliwych

9. Jako wynik analizy przedstawić średnią arytmetyczną 3 wyników, jeśli różnica pomiędzy nimi nie przekracza 1 %.

3. Manganometryczne oznaczanie H₂O₂

Oznaczenie jest przykładem miareczkowania oksydometrycznego, w którym H₂O₂ pełni rolę reduktora. Zakwaszony roztwór nadtlenu wodoru miareczkuje się mianowanym roztworem KMnO₄. Oznaczenie przebiega wg następującej reakcji:



W kwasowym środowisku nadtlenek wodoru redukuje manganian(VII) potasu do jonów manganu(II), przy czym uwalnia się tlen. Reakcja jest katalizowana przez jony Mn²⁺, wobec czego pierwsze dodane jony manganianu(VII) potasu odbarwiają się bardzo powoli, natomiast gdy stężenie jonów Mn(II) w roztworze zwiększy się wzrasta także szybkość reakcji (roztwór odbarwia się bardzo szybko). Pojawienie się blado różowego zabarwienia wskazuje punkt końcowy miareczkowania.

Stosowany sprzęt laboratoryjny:

kolby stożkowe 300 ml,

kolba miarowa 100 ml, pipeta

pełna 20 lub 25 ml, biureta

50 ml, statyw.

Stosowane odczynniki i roztwory:

mianowany roztwór KMnO_4 , ~ 0.02 mol/l, roztwór

H_2SO_4 2 mol/l.

Opis manganometrycznego oznaczenia nadtlenu wodoru.

1. Kolbę miarową z badana próbką dopełnić do kreski wodą destylowaną i delikatnie wymieszać.
2. Pobrać pipetą do kolby stożkowej 20-25 cm^3 roztworu próbki, dodać 10 cm^3 roztworu kwasu siarkowego (VI) i miareczkować roztworem mianowanego manganianu(VII) potasu do chwili pojawienia się blad różowego zabarwienia pochodzącego od 1 kropli nadmiaru manganianu (VII).
3. Oznaczenie wykonać przynajmniej 3 razy.
4. Oznaczoną zawartość H_2O_2 w g obliczyć z zależności:

$$m_{\text{H}_2\text{O}_2} = V \cdot C \cdot \frac{5}{2} \cdot 0.034015 \cdot w$$

gdzie:

C- stężenie molowe mianowanego KMnO_4 [mol/l]

V – objętość zużytego roztworu KMnO_4 [ml]

0.034015 – masa milimola H_2O_2 [g/mmol] w

- współmierność kolby i pipety

5. 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 H_2O_2 [g]	średnia masa H_2O_2 [g]*
1					
2					
3					

*po odrzuceniu wyników wątpliwych

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

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

Grupa.....
Data.....

Oznaczenie miana roztworu KMnO_4

Identyfikator	Numer oznaczenia	Miano KMnO_4 [mol/l]	Identyfikator studenta	Numer oznaczenia	Miano KMnO_4 [mol/l]
	1			31	
	2			32	
	3			33	
	4			34	
	5			35	
	6			36	
	7			37	
	8			38	
	9			39	
	10			40	
	11			41	
	12			42	
	13			43	
	14			44	
	15			45	
	16			46	
	17			47	
	18			48	
	19			49	
	20			50	
	21			51	
	22			52	
	23			53	
	24			54	
	25			55	
	26			56	
	27			57	
	28			58	
	29			59	
	30			60	

studenta

Ocena statystyczna serii pomiarowej oznaczania miana roztworu.....

- Wartość średniej arytmetycznej wynosi :

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i = \dots\dots\dots$$

- Wartość mediany wynosi:

$$M = \dots\dots\dots$$

- Wartość dominanty wynosi:

$$D = \dots\dots\dots$$

- Wariancja w ocenianej serii pomiarowej wynosi:

$$V = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1} = \dots\dots\dots$$

- Odchylenie standardowe:

$$s = \sqrt{V} = \dots\dots\dots$$

- Względne odchylenie standardowe:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \cdot 100\% = \dots\dots\dots$$

- Przedział ufności:

$$\bar{x} - \frac{t}{\sqrt{n}} \cdot s < \mu < \bar{x} + \frac{t}{\sqrt{n}} \cdot s$$

- Dla poziomu ufności P=95% ($\alpha=0.05$) i k=n-1

$$t = \dots\dots\dots \quad \frac{t}{\sqrt{n}} = \dots\dots\dots \quad \dots\dots < \mu < \dots\dots$$

Wartość prawdziwa miana roztworu.....zawiera się z prawdopodobieństwem 95% w przedziale:±.....