

Manganometryczne oznaczanie manganu

Stosowany sprzęt laboratoryjny

biureta o pojemności 50 cm³, 3 kolby stożkowe o pojemności 500 cm³, pipeta pełna 20 cm³, kolba miarowa o pojemności 100 cm³, pipeta miarowa 20 cm³, mały lejek, statyw, biureta

Stosowane odczynniki i roztwory

30% roztwór wodny ZnSO₄

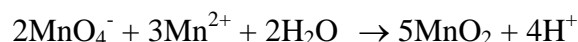
stężony roztwór NH₃·H₂O

stężony roztwór HNO₃

mianowany roztwór KMnO₄ 0,02 mol/dm³

Podstawa metody

Manganometryczna metoda oznaczania manganu wykorzystuje reakcję utleniania jonów Mn(II) manganianem(VII) w środowisku obojętnym:



W rzeczywistości w tych warunkach powstaje mieszanina manganianów(IV) manganu(II) Mn(HMnO₃)₂·MnO₃ o zmiennym składzie, w wyniku czego część jonów Mn²⁺ pozostaje nieutleniona, co powoduje zaniżenie wyników analizy.

W celu uniknięcia powyższego efektu należy prowadzić miareczkowanie na gorąco, wprowadzając do badanego roztworu znaczne ilości Zn(II), które wytrącają manganian(IV) cynku (Zn(HMnO₃)₂), w ten sposób cała ilość manganu(IV) przeprowadzana jest do osadu i nie przeszkadza w dalszym toku analizy.

Wykonanie oznaczenia Mn²⁺:

Otrzymaną próbkę do analizy dopełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Następnie odpipetować pipetą pełną o pojemności 20 cm³ (25 cm³) analizę do trzech kolbek stożkowych o pojemności 500 cm³. Każdą próbkę rozcieńczyć do 200 cm³, dodać 20 cm³ 30% roztworu ZnSO₄ i wkraplać stężony amoniak do momentu pojawienia się zmętnienia (wystarczy 1-2 krople). Dodać 1 kroplę stężonego HNO₃ do zaniku zmętnienia. Ogrzać analizę do wrzenia i dodać z biurety jednorazowo 20 cm³ mianowanego roztworu KMnO₄. Roztwór w kolbce stożkowej ogrzać do wrzenia i energicznie mieszając miareczkować mianowanym roztworem KMnO₄ tak długo, aż klarowna po odstaniu ciecz nad osadem będzie zabarwiona na różowo.

Pierwsza próbka jest zwykle przemiareczkowana. Podczas kolejnych oznaczeń należy dodawać od razu prawie całą potrzebną do osiągnięcia PK objętość roztworu manganianu(VII) potasu (a nie 20 cm³), po czym dokończyć miareczkowanie dodając kroplami titrant.

Sposób przedstawienia wyników

Zawartość manganu w próbce obliczamy z zależności:

$$m = 1,5 \cdot V \cdot c \cdot 0,0549 \cdot f$$

gdzie:

V - objętość zużytego titranta

c - miano roztworu KMnO_4 (w mol/dm^3)

f - współmierność kolby z pipetą

Przyjmując, że precyzja oznaczenia nie może być mniejsza niż 1%,
sprawdzić, jaka jest różnica w oznaczonych masach manganu
pomiędzy poszczególnymi próbkami:

$\frac{ m_1 - m_2 }{m_1} \cdot 100\%$	$\frac{ m_1 - m_2 }{m_2} \cdot 100\%$	$\frac{ m_2 - m_3 }{m_2} \cdot 100\%$
$\frac{ m_2 - m_3 }{m_3} \cdot 100\%$	$\frac{ m_1 - m_3 }{m_3} \cdot 100\%$	$\frac{ m_1 - m_3 }{m_1} \cdot 100\%$

Jeśli różnica pomiędzy wynikami poszczególnych oznaczeń w
żadnym przypadku nie przekracza dopuszczalnej granicy
przedstawić wynik końcowy analizy jako średnią arytmetyczną
wyników trzech równoległych oznaczeń:

$$\bar{m} = \frac{m_1 + m_2 + m_3}{3}$$

Jeśli tak nie jest, zalecane jest wykonanie kolejnego oznaczenia.