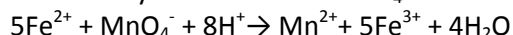
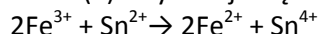


## 11B. Manganometryczne oznaczanie Fe

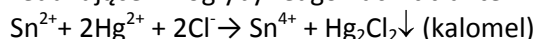
Celem ćwiczenia jest oznaczenie zawartości jonów żelaza w roztworze wodnym poprzez miareczkowanie mianowanym roztworem  $\text{KMnO}_4$ . Zachodzi następująca reakcja:



W tej metodzie jony żelaza(III), zawarte w badanej próbce, trzeba najpierw zredukować do jonów żelaza(II). Wykonuje się to najprościej przy pomocy chlorku cyny(II), zgodnie z następującą reakcją:



Środowisko reakcji jest silnie kwaśne od stężonego  $\text{HCl}$ . Ponieważ jony  $\text{Fe}^{3+}$  tworzą z chlorkami brunatne kompleksy, więc zabarwienie roztworu wskazuje na obecność w nim utlenionej postaci żelaza.  $\text{SnCl}_2$  dodajemy zatem aż do odbarwienia roztworu, plus 2-3 krople nadmiaru (na wszelki wypadek). Nadmiar chlorku cyny(II) usuwa się za pomocą roztworu chlorku rtęci(II), bowiem jony  $\text{Sn}^{2+}$  też mają właściwości redukujące i mogłyby reagować z titrantem. Zachodzi wtedy następująca reakcja:



Kalomel jest bardzo słabo rozpuszczalny w wodzie, więc nie będzie reagował z nadmanganianem.

Do tak przygotowanego roztworu wprowadza się mieszaninę Reinhardta-Zimmermana, składającą się z:

- siarczynu(VI) manganu(II) - obniża potencjał utleniający układu  $\text{MnO}_4^- / \text{Mn}^{2+}$ , co uniemożliwia utlenienie jonów chlorkowych do wolnego chloru:  $2\text{MnO}_4^- + 16\text{H}^+ + 10\text{Cl}^- \rightarrow 5\text{Cl}_2 + 2\text{Mn}^{2+} + 8\text{H}_2\text{O}$
- kwasu ortofosforowego – fosforany tworzą bezbarwne kompleksy z jonami  $\text{Fe}^{3+}$ , co ułatwia określenie końca miareczkowania. Same jony  $\text{Fe}^{3+}$  powstające w czasie miareczkowania zabarwiają roztwór na żółto,
- kwasu siarkowego(VI) – zapewnia odpowiednie pH.

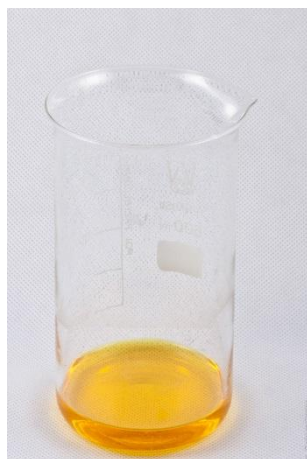
### Procedura

Otrzymane do analizy dwie identyczne próbki roztworu  $\text{FeCl}_3$  (w zlewkach o minimalnej objętości  $600 \text{ cm}^3$ ) zakwaszyć za pomocą  $10 \text{ cm}^3$  stężonego  $\text{HCl}$  (pod dygestorium, używając cylindra miarowego) i ogrzać prawie do wrzenia – tworzy się brunatny  $\text{FeCl}_4^-$ . Do gorącego roztworu wprowadzić kroplami 10% r-r chlorku cyny(II) (z wkraplacza) intensywnie mieszając do momentu zaniku żółtego zabarwienia, po czym dodać jeszcze 2-3 krople nadmiaru  $\text{SnCl}_2$ . Ochłodzić roztwór do temperatury pokojowej (pod dygestorium), po czym dodać  $10 \text{ cm}^3$  5% roztworu chlorku rtęci(II). Jeżeli osad zszarzeje (powinien być biały), analizę trzeba powtórzyć od początku, bowiem wydzieliła się metaliczna rtęć (taką próbkę należy wylać do odpowiednich zbiorników na odpady rtęci!).

Rozcieńczyć próbki wodą destylowaną do ok.  $400 \text{ cm}^3$  i dodać ok.  $50 \text{ cm}^3$  mieszaniny Reinhardta-Zimmermana. Tak przygotowany roztwór miareczkować mianowanym  $0.02 \text{ M}$  roztworem  $\text{KMnO}_4$  (przygotowanym według instrukcji 10A), mieszając stale bagietką, do momentu uzyskania lekko różowego zabarwienia pochodzącego od nadmiaru odczynnika miareczkującego, nieznikającego przez przynajmniej 15 sekund.



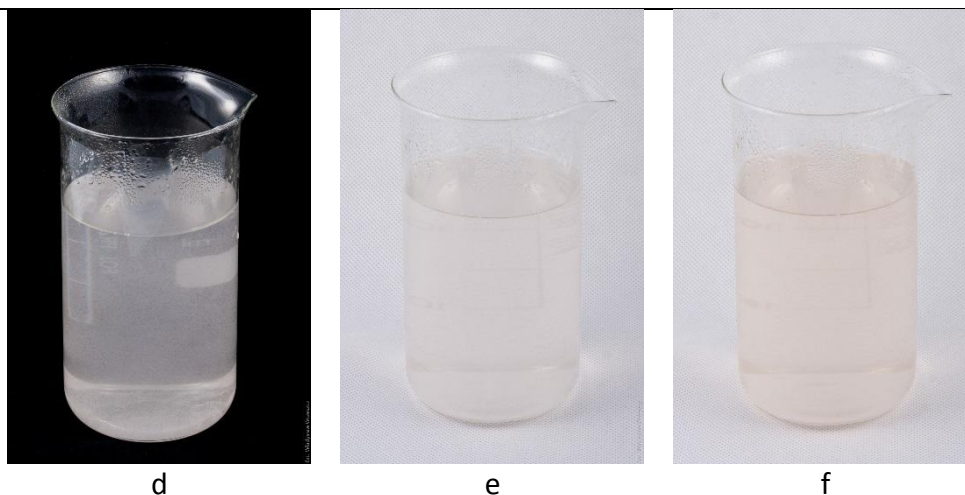
a



b



c



Manganometryczne oznaczanie żelaza: a) próbka wydana do analizy, b) próbka zakwaszona stężonym kwasem solnym, c) roztwór niedomiareczkowany, d,e) PK miareczkowania, f) roztwór przemiareczkowany. Fot. dr W. Wrzeszcz.

### Obliczenia

Korzystając z uzyskanych wyników doświadczalnych, tj. objętości  $\text{KMnO}_4$  zużytych w miareczkowaniach, stężenia  $\text{KMnO}_4$  oraz stechiometrii reakcji pomiędzy  $\text{Fe(II)}$  i  $\text{KMnO}_4$ , obliczyć średnią masę  $\text{Fe}$  zawartą w badanych próbkach, wyrażoną w gramach.

Zawartość żelaza ( $m_{\text{Fe}}$ ) w próbce obliczyć ze wzoru:

$$m_{\text{Fe}} = 5c_{\text{KMnO}_4} V_{\text{KMnO}_4} M_{\text{Fe}} [\text{g}]$$

gdzie:

$c_{\text{KMnO}_4}$  - stężenie mianowanego roztworu  $\text{KMnO}_4$  [ $\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ ]

$V_{\text{KMnO}_4}$  - średnia objętość roztworu  $\text{KMnO}_4$  (z dwóch miareczkowań) [ $\text{dm}^3$ ]

$M_{\text{Fe}} = 55.85$  [ $\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$ ]

### Sprawozdanie

Sprawozdanie powinno zawierać następujące elementy:

- imię i nazwisko osoby przeprowadzającej analizę,
- datę analizy,
- reakcje,
- wszystkie otrzymane wyniki miareczkowań,
- obliczoną średnią masę jonów  $\text{Fe}$  w pierwotnej próbce,
- ewentualny komentarz.

Literatura: podręczniki

## Sprawozdanie

Imię i nazwisko:		Data:		
Temat:	<b>Manganometryczne oznaczanie żelaza</b>			
Miano użytego roztworu $\text{KMnO}_4$ [M]				
$M_{\text{Fe}}$ [g/mol]				
Wskaźnik:				
Reakcje:				
Wzór na obliczenie zawartości Fe				
Lp.	$V_{\text{KMnO}_4}$ [ $\text{cm}^3$ ]	Uwagi	Średnia $V_{\text{KMnO}_4}$ [ $\text{cm}^3$ ]	$M_{\text{Fe}}$ [g]
1.				
2.				
3.				
4.				