

Παρασκευή και τιτλοδότηση διαλύματος 0,02 M KMnO_4

Εργαστηριακή Άσκηση 1η

Σκοπός

Να ασκηθείτε στον τρόπο παρασκευής διαλύματος οξειδωτικού μέσου και να διαπιστώσετε την αναγωγική δράση της ουσίας κατά τη τιτλοδότηση.

Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια

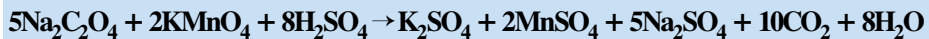
- | | |
|----------------------------|--------------------------------------|
| 1) Ογκομετρική φιάλη 1 L | 1) KMnO_4 |
| 2) Ποτήρι ζέσης των 250 mL | 2) $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ |
| 3) Ηθμός Gooch | 3) H_2SO_4 1:1 |
| 4) Προχοΐδα των 25 mL | |
| 5) Σιφώνια | |

Πορεία ανάλυσης

1. Ζυγίζονται 3,16 – 3,20 g KMnO_4 και διαλύονται με απιονισμένο νερό (θερμό) σε ποτήρι ζέσης.
2. Το διάλυμα αφήνεται ήπια να βράζει επί μία ώρα και εν συνεχεία μετά την παρέλευση ωρών και αφού έχει αφεθεί σε ηρεμία, καλυμμένο με ύαλο ωρολογίου διηθείται από ηθμό γυάλινο Gooch για την απομάκρυνση του σχηματιζόμενου MnO_2 .
3. Το διήθημα μεταφέρεται σε σκοτεινή φιάλη αντιδραστηρίου με γυάλινο πώμα.
4. Ακολουθεί η τιτλοδότηση του πρόσφατα παρασκευασμένου διαλύματος 0,02 M KMnO_4 που γίνεται με πρότυπο αναγωγικό μέσο το οξαλικό νάτριο.
5. Σε κωνική φιάλη των 250 mL φέρονται 0,2 g $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (το οποίο έχει προ-ξηρανθεί στους 105°C για 2 ώρες). Η μάζα διαλύεται σε 100 mL νερού, προσθέτουμε 10 mL H_2SO_4 1: 1 και θερμαίνουμε στους 60°C .
6. Ογκομετρούμε με ισχυρή ανάδευση με διάλυμα 0,02 M KMnO_4 μέχρι εμφάνισης ρόδινου χρώματος.

Έστω ότι η κατανάλωση του 0,02 M KMnO_4 είναι 29,8 mL.

Η αντίδραση τιτλοδότησης είναι:



5 mol	2 mol
5X134g	2 mol
670 g	2 mol
6,7 g	0,02 mol
6,7 g	1000mL 0,02M

Δηλαδή τα 0,2 g $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (οξαλικού νατρίου) που ζυγίστηκαν αντιστοιχούν θεωρητικά για την οξειδοαναγωγική αντίδραση σε 30 mL 0,02 M KMnO_4 , αφού:

Τα 1000 mL 0,02 M KMnO_4 οξειδώνουν 6,7 g $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	
X	0,2 g ;

$$X = 30\text{mL } 0,02 \text{ M } \text{KMnO}_4$$

$$\text{Τότε } \Sigma.\Delta = \frac{30}{29,8} 1,0067$$

Προσδιορισμός σιδήρου κατά Zimmermann

Εργαστηριακή Άσκηση 2η

Σκοπός

Να εξοικειωθείτε με την τεχνική των οξειδοαναγωγικών ογκομετρήσεων, ώστε να είστε σε θέση να πραγματοποιείτε ευαίσθητους χειρισμούς για να περατώνετε την άσκηση με επιτυχία.

Επιπλέον να αναπτύξετε τις απαραίτητες δεξιότητες για να εκτελείτε τον προσδιορισμό του σιδήρου με τη μέθοδο Zimmermann.

Βασικές γνώσεις

Με την επίδραση διάφορων οξειδωτικών οξέων για τη διαλυτοποίηση του προς ανάλυση δείγματος ο σίδηρος οξειδώνεται προς τη δισθενή του μορφή (Fe^{2+}) και στη συνέχεια στην τρισθενή (Fe^{3+}).

Έτσι γίνεται κατανοητό ότι η προσδιοριζόμενη ουσία – ο σίδηρος – κατά την ογκομέτρηση πρέπει να βρίσκεται σε μια και μόνο βαθμίδα οξείδωσης.

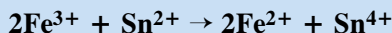
Αν κατά τη διαλυτοποίηση του δείγματος έχει χρησιμοποιηθεί HCl τότε το KMnO_4 οξειδώνει τα Cl^- προς Cl_2 και προκαλείται σφάλμα στην ογκομέτρηση. Στην περίπτωση αυτή η ογκομέτρηση γίνεται παρουσία διαλύματος $\text{MnSO}_4 - \text{H}_3\text{PO}_4 - \text{H}_2\text{SO}_4$ το οποίο παρεμποδίζει την αντίδραση αυτή και λέγεται αντιδραστήριο Zimmermann.

Στην αρχή αυτή βασίζεται ο προσδιορισμός Fe^{3+} .

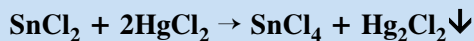
Ο ρόλος των ουσιών που αποτελούν το αντιδραστήριο Zimmermann είναι ειδικός και καθορισμένος.

- 1) Το MnSO_4 παρεμποδίζει την αντίδραση των Cl^- .
- 2) Το H_2SO_4 οξινίζει το διάλυμα.
- 3) Το H_3PO_4 αντιδρά με το Fe και αποχρωματίζει το κίτρινο διάλυμα του Fe^{3+} σχηματίζοντας σύμπλοκο.

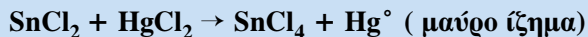
Ο ευρισκόμενος λοιπόν με την τρισθενή μορφή σίδηρος ανάγεται σε δισθενή με διάλυμα SnCl_2 (αναγωγικό):



Για την αποφυγή σφαλμάτων, η περίσσεια του SnCl_2 οξειδώνεται με διάλυμα HgCl_2 (δεν οξειδώνει το σίδηρο γιατί δεν είναι τόσο ισχυρό οξειδωτικό μέσο).



Σχηματίζεται ένα λευκό μεταξώδες ίζημα οφειλόμενο στον Hg_2Cl_2 . Στη φάση αυτή η ανάδευση πρέπει να είναι γρήγορη, για να μην πραγματοποιηθεί η αντίδραση:



Η αντίδραση αυτή είναι ανεπιθύμητη και στην περίπτωση που συμβεί η διαδικασία πρέπει να επαναληφθεί.

Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα

1. Διάλυμα KMnO_4 0,02 M (0,1 N).
2. H_2SO_4 1:1
3. H_3PO_4
4. HgCl_2
5. HCl
6. $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
7. Διάλυμα σιδήρου άγνωστης περιεκτικότητας.
8. Προχοΐδα των 25 mL και σιφώνιο των 10, 25, 50 mL.
9. Κωνική φιάλη των 250 και 500 mL.
10. Ογκομετρική φιάλη 500 και 1000 mL

Παρασκευή απαιτούμενων διαλυμάτων

- 1) Διάλυμα SnCl_2 : Διαλύονται 5 g σε 10 mL HCl και αραιώνονται μέχρι τα 100 mL.
- 2) Διάλυμα HgCl_2 : Παρασκευάζεται κορεσμένο διάλυμα.
- 3) Διάλυμα Zimmermann: Διαλύονται 67 g κρυσταλλικού $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ σε 500 mL H_2O . Προσθέτουμε 138 mL H_3PO_4 και 130 mL H_2SO_4 . Το όλο διάλυμα αραιώνεται μέχρι 1 λίτρο.

Πορεία ανάλυσης

- 1) Σε κωνική φιάλη των 500 mL θερμαίνονται 50 mL διαλύματος σιδήρου μέχρι τους 90°C και ανάγεται με διάλυμα SnCl_2 κατά σταγόνες, μέχρι να εξαφανιστεί το κίτρινο χρώμα.

- 2) Ψύχουμε και προσθέτουμε 10 mL κορεσμένου διαλύματος HgCl_2 .
- 3) Αραιώνουμε μέχρι τα 300 mL.
- 4) Προσθέτουμε 25 mL διαλύματος Zimmermann.
- 5) Ογκομετρούμε με διάλυμα 0,02 M KMnO_4 μέχρι εμφανίσεως ρόδινου χρώματος.

Αντίδραση- Υπολογισμός



10 Fe^{2+}	2 mol
10x56 g	2 mol
560 g	2 mol
5,6 g	0,02 mol
5,6 g	1000mL 0,02M
0,0056 g	1 mL 0,02 M

Συνεπώς:

1 mL διαλύματος 0,02 M KMnO_4 οξειδώνει 0,0056 g Fe

Προσδιορισμός H_2O_2 (μέθοδος οξειδοαναγωγής)

Εργαστηριακή Άσκηση 3η

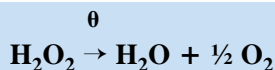
Σκοπός

Να είσθε σε θέση να βρίσκετε την περιεκτικότητα (σε όγκους) του διαλύματος H_2O_2 χρησιμοποιώντας τις γνώσεις και τις δεξιότητές σας στις οξειδοαναγωγικές ογκομετρήσεις.

Αρχή της μεθόδου

Η αρχή του προσδιορισμού αυτού βασίζεται στην αναγωγική δράση του H_2O_2 , όταν βρίσκεται σε επαφή με ισχυρά οξειδωτικά σώματα (KMnO_4), παρουσία όξινου περιβάλλοντος (H_2SO_4).

Το H_2O_2 φέρεται στο εμπόριο με την ονομασία της περιεκτικότητας 10, 30, 40 κλπ όγκων. Δηλαδή διάλυμα 100 όγκων H_2O_2 δηλώνει ότι 1 mL διαλύματος αυτού αποδίδει διασπώμενο $100 \text{ cm}^3 \text{ O}_2$ σε Κ.Σ.



Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα

1. Διάλυμα KMnO_4 0,02 M.
2. Διάλυμα H_2SO_4 4,5 M.
3. Διάλυμα H_2O_2 άγνωστης περιεκτικότητας.
4. Προχοΐδα των 25 mL και σιφώνιο των 25 mL.
5. Κωνική φιάλη των 250 mL.
6. Νερό αποσταγμένο.

Πορεία ανάλυσης

- 1) Σε κωνική φιάλη των 250 mL φέρονται με σιφώνιο 25 mL διαλύματος H_2O_2 .
- 2) Αραιώνουμε με αποσταγμένο νερό μέχρι τα 100 mL περίπου.
- 3) Προσθέτουμε 5 – 10 mL H_2SO_4 .
- 4) Ογκομετρούμε με KMnO_4 μέχρι εμφανίσεως μόνιμης ρόδινης χροιάς στο άγνωστο διάλυμα.
- 5) Έστω ότι η κατανάλωση για την πλήρη οξείδωση του H_2O_2 είναι 3,4 mL KMnO_4 .

Αντίδραση προσδιορισμού



5X34 g

2 mol

Υπολογισμοί

Τα 1000 mL 0,02 M KMnO_4 οξειδώνουν 1,7 g H_2O_2
3,4 X;

$$X = \frac{1,7 \times 3,4}{1000} = 0,0578 \text{ g } \text{H}_2\text{O}_2$$

Στα 25 mL διαλύματος περιέχονται 0,0578 g H_2O_2
100 X;

$$X = \frac{0,0578 \times 100}{25} = 0,23 \text{ g } \text{H}_2\text{O}_2$$

Άρα η περιεκτικότητα του διαλύματος σε H_2O_2 είναι 0,23% w/v

Παρατηρήσεις

- 1) Στο εμπόριο το διάλυμα H_2O_2 έχει περιεκτικότητα 30% w/w δηλαδή 100 όγκων (perhydrol).
- 2) Διάλυμα H_2O_2 3% w/w (10 όγκων) παρέχεται για φαρμακευτική χρήση με τη κοινή ονομασία **οξυζενέ**.