**Geïntegreerde Proef: Fe-bepaling via Permanganometrie**

**Voorwoord:**

Ik ben Jonas en zit in 6TC. Ik heb als geïntegreerd project de bepaling van ijzer in een staal via permanganometrie. Ik ben blij dat ik een analytische GIP kreeg. Analytische chemie is iets wat mij aanspreekt en waar ik me graag verder in verdiep.

**Principe van de proef:**

Het doel van deze proef is om het Fe2+-gehalte in een staal/oplossing te bepalen.

Het Fe2+-gehalte in een staal of oplossing kan bepaald worden door Fe te laten reageren met KMnO4, dit is permanganometrie.

Een KMnO4-oplossing is niet stabiel. Het heeft een sterk oxiderend vermogen. Zelfs in zuivere toestand wordt het snel verminderd door de minste organische stof. Hierdoor is de concentratie van een KMnO4-oplossing niet exact gekend.

Deze concentratie kan nauwkeurig bepaald worden door KMnO4 te laten reageren met een oertiterstof. Een stof met een nauwkeurig gekende samenstelling waarvan een stabiele oplossing kan worden bereid. Om KMnO4 te stellen kan ik gebruik maken van oxaalzuurdihydraat, (COOH)2.2H2O.

**Stellen van een KMnO4-oplossing:**

De concentratie van de KMnO4-oplossing wordt bepaald door de oplossing te titreren met oxaalzuur; dit is het stellen van de KMnO4-oplossing. In een zuur milieu (H2SO4) wordt KMnO4 door oxalaationen kwantitatief gereduceerd met vorming van koolstofdioxide en mangaansulfaat.

Om een gekende oxaalzuuroplossing te bekomen, wordt x gram oxaalzuurdihydraat nauwkeurig afgewogen en opgelost in een gekend volume water. Nadien wordt van deze stockoplossing een verdunning gemaakt.

In de titratie zal bij het stoichiometrisch punt (S.P.) een stoichiometrische hoeveelheid KMnO4 gevoegd zijn bij de oxaalzuuroplossing. Let op, deze hoeveelheden oxaalzuur en kaliumpermanganaat zijn niet aan elkaar gelijk bij het stoichiometrisch punt omwille van een verschillende reactie coëfficiënt. Om dit in te zien moet ik de reactievergelijking uitschrijven en te balanceren, dit is een redoxreactie.

Met de bekomen voorgetallen kan ik de molaire concentratie van de KMnO4-oplossing berekenen. De reactie van KMnO4 met oxaalzuur is een zeer trage reactie. Om de reactiesnelheid te verhogen kan je de titratie uitvoeren bij hogere temperatuur (t > 55 °C) en kan een katalysator toegevoegd te worden. Deze katalysator is Mn2+, één van de reactieproducten. Daarom laat men bij het begin van de titratie een paar druppels KMnO4 heel langzaam reageren met het oxaalzuur. Wanneer het KMnO4 weg gereageerd is (volledige ontkleurd) is de katalysator Mn2+ in voldoende mate gevormd en kan de titratie met een normale snelheid verder gezet worden tot het S.P. bereikt is.

Zoals reeds besproken bij de permanganometrie kan het intens paars gekleurde KMnO4 gebruikt worden als S.P.-detector (zelfindicatie). Dit wil zeggen dat men moet titreren tot een zo gering mogelijke paars-kleuring. De geringste kleuring wijst op een overmaat aan KMnO4. Een bijkomende eis, specifiek voor deze titratie, is dat de kleur minstens dertig seconden zichtbaar moet blijven vooraleer als indicatie van het S.P. te mogen beschouwd worden. Verdwijnt de kleur binnen de 30s , dan wijst dit op een vertraagde reactie van KMnO4 met het oxaalzuur, wellicht te wijten aan een te lage temperatuur van de te titreren oplossing in de erlenmeyer. Warm dan opnieuw op tot t > 55 °C. Verdwijnt daarentegen de kleur bij het S.P. bij langer wachten dan 30 s, dan hoeft men hiermee geen rekening te houden, daar dit het gevolg is van een nevenreactie van overtollig KMnO4:

2 MnO4-(aq) + 3 Mn2+ (aq) + 2 H2O (vl)  5 MnO2 (v) + 4 H+ (aq)

**De titratie van een Fe2+-oplossing (permanganometrie):**

Het Fe2+-gehalte in een Fe2+-oplossing wordt bepaald via permanganometrie. In een zuur milieu (H2SO4) wordt Fe2+ door KMnO4 geoxideerd tot Fe3+.

**Werkwijze:**

**Stellen van de KMnO4-oplossing:**

De concentratie van de kaliumpermanganaatoplossing (KMnO4) wordt bepaald door titratie met oxaalzuur. 50 L stockoplossing bevat 3152 g oxaalzuurdihydraat ((COOH)2.2 H2O).

* Pipetteer 10 ml van deze oxaalzuur-stockoplossing in een maatkolf van 100 ml en leng aan met gedestilleerd water tot de ijkstreep. Zorgvuldig mengen is belangrijk. Als het homogeniseren niet goed gebeurt, kan dit aanleiding geven tot grote meetfouten.
* Spoel de pipet en pipetteer 10 ml van deze verdunde oxaalzuuroplossing in een erlenmeyer van 250 ml.
* Voeg 20 ml gedestilleerd H2O (maatcilinder) en 10 ml verdund H2SO4 (maatcilinder) toe.
* Verwarm tot 70-80 °C (vastnemen met de hand is dan nog net mogelijk).
* Titreer vervolgens onmiddellijk met KMnO4. Begin met 1 druppel. Voeg de tweede pas toe als de eerste volledig ontkleurd is (Dit kan een tijdje duren). Titreer in het begin dus zeer traag, anders ontstaat er MnO2 (dit is een bruine neerslag).
* Na het toevoegen van enkele druppels kan de titratie met normale snelheid en onder voortdurend omschudden verder gezet worden tot het ontstaan van een juist zichtbare paarse kleur die gedurende 30 seconden blijft. Belangrijk: De temperatuur bij het eindpunt van de titratie moet groter zijn dan 55 °C. Als dat niet zo is moet het terug opgewarmd worden.
* Titratie herhalen tot er 3 overeenstemmende resultaten zijn.

**De titratie van de Fe2+-oplossing:**

De concentratie van de Fe2+-oplossing wordt bepaald door titratie met een kaliumpermanganaatoplossing.

* Pipetteer (zuivere, voorgespoelde pipet) 10 ml van de Fe2+-oplossing in een erlenmeyer van 250 ml.
* Voeg 20 ml gedestilleerd H2O (maatcilinder) en 10 ml verdund H2SO4 (maatcilinder) toe.
* Titreer vervolgens met de gestelde KMnO4-oplossing. Voeg druppelsgewijs en onder voortdurend omschudden KMnO4 toe tot het ontstaan van een juist zichtbare paarse kleur.
* Titratie herhalen tot er 3 overeenstemmende resultaten zijn.

**Benodigdheden:**

**Chemicaliën/stoffen:**

* Kaliumpermanganaat (KMnO4)
* Fe2+-staal of oplossing
* oxaalzuurdihydraat [(COOH)2.2H2O]
* Zwavelzuur [H2SO4 (zuur milieu)]
* Gedestilleerd water (gedestilleerd H2O)

**Materiaal:**

* Pipet
* Erlenmeyer (250 ml)
* Maatcilinder (10, 25,100 ml)
* Buret
* Statief, klemmen, …
* Analytische balans

**H- en P-zinnen:**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Stoffen** | **H-zinnen** | **P-zinnen** |
| Kaliumpermanganaat (KMnO4) | H272-302-410 | P210-273-301+312 |
| Oxaalzuurdihydraat [(COOH)2.2H2O] | H312-302 | P302+352-312 |
| Zwavelzuur (H2SO4) | H314 | P280, 260, 304+340, 303+361+352, 310, 305+351+338, 301+330+331 |