

Konu 8

Potasyum permanganat çözeltilisinin ayarlanması ve Zimmermann-Reinhardt yöntemi ile Fe³⁺ tayini

0.02 M Permanganat çözeltilisinin ayarlanması

Yaklaşık molaritede hazırlanan permanganatı ayarlama için 105 °C'de etüvde 1.5–2 saat kadar kurutulmuş sodyum oksalattan hassas olarak 0.1–0.15 g civarında üç ayrı tartım alınarak ayrı ayrı erlenelere konur. Tartımlar yaklaşık 50 mL saf suyla çözülür ve 10 mL 3 M H₂SO₄ ilave edilir. Su banyosunda 60 °C'de iyice karıştırılarak Na₂C₂O₄'ın tamamen çözünmesi sağlanır. Oksalatlı çözeltiliye katalizör olarak küçük bir parça MnSO₄ kristali atılır. Daha sonra KMnO₄ çözeltilisi bürete dikkatlice aktarılır, mL seviyesi kaydedildikten sonra titrasyona başlanır.

Başlangıçta ilk damlaların rengi yavaş kaybolurken titrasyon sonuna doğru rengin kaybolması yavaşlar. Bundan sonra titrasyona daha dikkatle devam edilir. Son damlanın rengi kaybolmadan bir sonraki damla ilave edilmez. Şayet 30 saniye içerisinde renk kaybolmuyorsa titrasyon tamamlanmış demektir. Büretten son sarfiyat okunur ve başlangıçtaki mL seviyesinden çıkartılarak titrasyonda harcanan net hacim bulunur. Uzun süre bekleme ile erlendeki permanganat rengi kaybolur. Bunun çeşitli nedenleri vardır. Önemli olan mor rengin yaklaşık 30 saniye süreyle sabit kalmasıdır. Sodyum oksalatın kütlesinden ve harcanan potasyum permanganat çözeltilisi hacminden, potasyum permanganatın gerçek molaritesi hesaplanır.

Zimmermann-Reinhardt yöntemi ile Fe³⁺ tayini

Metot genellikle ortamda bol klorür iyonu bulunduğu zaman uygulanır. Fe³⁺ iyonlarını içeren gerçek bir numunede manganometrik demir tayini için orijinal numuneden belli bir hacim (15–20 mL) alınır ve ısıtılır. Ortamdaki Fe³⁺ iyonlarının tamamen Fe²⁺ 'ya indirgenmesi için sıcak çözeltiliye damla damla kalay(II) klorür çözeltilisi ilave edilir. Damlatma işlemine çözeltilinin FeCl₃ 'ten kaynaklanan sarı rengi kayboluncaya kadar devam edilir.

Renk kaybolduktan sonra iki damla daha SnCl₂ çözeltilisi ilave edilir. Çözelti oda sıcaklığına kadar soğutulur. Ortamdaki fazla SnCl₂ 'ü uzaklaştırmak için çözeltilinin üzerine 10 mL % 5'lik HgCl₂ çözeltilisi aniden dökülür.

Oluşan Hg₂Cl₂'nin ise sudaki çözünürlüğü çok az olduğundan ayrı bir faz halinde titrasyona iştirak etmez. HgCl₂ ilavesi ani olarak yapılmazsa Hg²⁺ iyonları metalik cıvaya kadar indirgenebilir. Metalik cıva da Fe³⁺'ü Fe²⁺'ye indirgediğinden hataya neden olur. Bu nedenle ortama başlangıçta bol miktarda HgCl₂ ilave edilir. Bu ilave ile ortamda ipek parlaklığında beyaz bir Hg₂Cl₂ kalomeli teşekkül eder. Şayet bu kalomel rengi siyah veya gri ise indirgeme işlemi düzgün yapılmamış demektir. Çözelti dökülerek işlem yeniden tekrarlanır.

Beyaz kalomel teşekkül etmişse bu çözelti 100 mL su ve 25 mL Zimmermann-Reinhardt çözeltilisi bulunan erlene aktarılır ve kap birkaç defa yıkanarak yıkama suları da erlene aktarılır. Bu çözelti bol miktarda MnSO₄, H₂SO₄ ve H₃PO₄ ihtiva ettiğinden, bol miktardaki Mn²⁺ iyonları permanganatın yükseltgenme potansiyelini düşürür ve bunun sonucunda ortamdaki klorür iyonlarının yükseltgenmesi güçleşir. Fosfat iyonları da Fe³⁺ iyonları ile renksiz Fe(PO₄)₂³⁻ kompleksini oluşturarak Fe³⁺'nin Cl⁻ iyonları ile verdiği sarı renkli FeCl₂⁻ kompleksinin oluşumunu önler ve böylece titrasyon sonunun rahat görünmesini sağlar. Sonra büretteki 0.02 M KMnO₄ ile titre edilir. Titrasyon sonu ortamdaki permanganat renginin kaybolmasından anlaşılır. Sarfiyat ve bilinen değerlerden orijinal numunedeki toplam demir miktarı gram ya da yüzde cinsinden hesaplanır.

Kullanılan Çözeltilerin Hazırlanması:

HgCl₂ çözeltilisi: 5.0 g HgCl₂ alınır saf suda çözülerek 100 mL'ye tamamlanır (% 5'lik çözelti).

SnCl₂ çözeltilisi: 1.5 g SnCl₂.2H₂O 10 mL 3M HCl'de çözülür. En iyisi SnCl₂.2H₂O'yu önce yarı yarıya seyreltilmiş HCl ile ısıtarak çözüp sonra 10 mL ye saf su ile tamamlanır. Soğukta çözünme güç olduğundan yavaş yavaş ısıtılarak çözülür.

Zimmermann-Reinhardt çözeltilisi: 3 g MnSO₄.4H₂O 15 mL suda çözülür. Çözme işleminden sonra süzme genellikle iyi netice verir. Bu çözeltiliye 7 mL der.H₂SO₄ ve 7 mL der.H₃PO₄ ve 18 mL saf su ilave edilir ve karıştırılır.