

VOORBEELD MEETRAPPOR

ST7042TA – Practicum chemie voor TA

MEETRAPPOR

*Bepaling van het aantal molekulen kristalwater
in Mohr's zout*



Naam..... (studienummer.....)

Proef uitgevoerd met:
Datum uitvoering:
Datum meetrappor:

1. Inleiding

In dit experiment wordt met behulp van een kaliumpermanganaat (KMnO_4)-oplossing, het aantal molekulen kristalwater van Mohrs zout bepaald door de hoeveelheid aanwezige ijzer te bepalen.

Eerst wordt de concentratie van de kaliumpermanganaat oplossing bepaald en vervolgens wordt de hoeveelheid ijzer in Mohrs zout bepaald.

2. Concentratiebepaling van de kaliumpermanganaat oplossing met oxaalzuur.

Oxaalzuur is een zeer stabiele, zuivere stof een zgn. oertiterstof, waarmee nauwkeurig de concentratie van een titrant kan worden bepaald, in dit geval een kaliumpermanganaat oplossing. Van deze kaliumpermanganaat oplossing is bekend dat de concentratie ongeveer 0.02 M is.

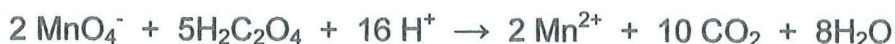
Werkwijze:

Er werd ca. 0.63 gram oxaalzuur op 3 decimalen afgewogen. Dit werd opgelost met demiwater en overgebracht in een maatkolf van 100 mL. De maatkolf werd aangevuld tot de ijkstreep en de oplossing werd gehomogeniseerd. Voor de titratie werd 25 mL van deze oplossing gepipetteerd in een erlenmeyer van 500 mL en hieraan werden resp. 200 mL demiwater en 20 mL 3 M zwavelzuur toegevoegd.

De oplossing werd tot 75°C verwarmd, er werd een spateltje MnSO_4 toegevoegd (om de reactie sneller te laten starten) en onder roeren werd getitreerd met de KMnO_4 oplossing. Tijdens de titratie daalde de temperatuur tot ca. 65°C .

De titratie werd in duplo uitgevoerd. Bij een verschil van meer dan 0.5 mL tussen de eerste twee titraties zou nog een derde titratie moeten worden uitgevoerd.

De volgende reactie treedt op tijdens de titratie:



Opmerking: de reactie treedt op in zuur milieu (H^+)

3. Bepaling van het aantal molekulen kristalwater in Mohrs zout.

Mohrs zout is een dubbelzout met formule $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ waarvan alleen het ijzer ion reageert met kaliumpermanganaat. Het ijzer moet aanwezig zijn als Fe(II) omdat dit door het permanganaat geoxideerd wordt tot ijzer(III).

De volgende reactie treedt op:



Opmerking: de reactie treedt op in zuur milieu (H^+)

Werkwijze:

Er werd ca. 4 gram Mohrs zout afgewogen op 3 decimalen. Dit werd opgelost in ca. 60 mL demiwater en vervolgens kwantitatief overgebracht in een maatkolf van 100 mL. De maatkolf werd aangevuld tot de ijkstreep en gehomogeniseerd. Van de ontstane oplossing werd 15 mL gepipetteerd in een erlenmeyer van 200 mL.

Hieraan werd 20 mL zwavelzuur 1M toegevoegd. De oplossing werd onder roeren getitreerd met een gestelde kaliumpermanganaat-oplossing. De bepaling werd in duplo uitgevoerd. Een derde titratie was niet nodig, omdat de twee eerste titraties minder dan 0.5 mL verschilden.

4. Waarnemingen.

4.1 De titerstelling van $KMnO_4$.

Afgewogen hoeveelheid oxaalzuur ($C_2O_4H_2 \cdot 2H_2O$): 0.632 gram

Titratie: Aan het begin van de titratie is de oplossing kleurloos. Als alle oxalaat-ionen gereageerd hebben wordt de oplossing lichtpaars/roze door de overmaat aan permanganaat-ionen. Dit is het eindpunt van de titratie.

Titratiegegevens:

	Beginstand buret	Eindstand buret	toegevoegde mL a M $KMnO_4$
Titratie 1	0.00	22.63	22.63
Titratie 2	23.00	45.92	22.92

De beide titraties verschillen minder dan 0.5 mL, dus er hoeft geen derde titratie te worden uitgevoerd.

4.2 De bepaling van ijzer in Mohrs zout.

Afgewogen hoeveelheid Mohrs zout: 3.982 gram

Titratie: Aan het begin van de titratie is de oplossing kleurloos. Als alle ijzerionen gereageerd hebben wordt de oplossing lichtpaars/roze door de overmaat aan permanganaat-ionen. Dit is het eindpunt van de titratie.

Titratiegegevens:

	Beginstand buret	Eindstand buret	toegevoegde mL 0.023 M $KMnO_4$
Titratie 1	1.00	14.40	13.40
Titratie 2	15.00	28.34	13.34

De beide titraties verschillen minder dan 0.5 mL, dus er hoeft geen derde titratie te worden uitgevoerd.

5. Berekeningen en resultaten.

5.1 De titerstelling van $KMnO_4$.

Er is 0.632 gram oxaalzuur opgelost in 100 mL.

De molekulmassa van $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O = 126$ g/mol. Hieruit volgt dat er $0.632/126 = 5.02 \cdot 10^{-3}$ mol oxaalzuur in 100 mL zit, dus de concentratie van de oxaalzuur oplossing is 0.0502 mol/L.

Bij het equivalentiepunt geldt: Aantal mmol oxaalzuur = aantal mmol permanganaat

Aantal mmol oxaalzuur = $0.0502 \cdot 25.00 = 1.3000$ mmol.

Gemiddeld getitreerd aan $\text{MnO}_4^- = 22.78$ mL.

Uit de reactievergelijking bij onderdeel 2 blijkt dat 2 mol MnO_4^- reageert met 5 mol $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, dus dat betekent dat er $1.3000 \cdot 2/5 = 0.5200$ mmol MnO_4^- aanwezig is.

De concentratie van MnO_4^- wordt dan $0.5200 / 22.78 = 0.0228$ Mol/L.

5.2 De bepaling van ijzer in Mohrs zout.

De molekuulmassa van Mohr's zout zonder kristalwater is 283.85 g/mol. De molekuulmassa van ijzer is 55.85 g/mol.

Het theoretische percentage ijzerionen in Mohr's zout zonder kristalwater is $55.85/283.85 \cdot 100\% = 19.68\%$

Uit titratie 1 en 2 blijkt dat het gemiddelde aantal toegevoegde mL KMnO_4 13.37 mL is.

Hieruit volgt: aantal mmol $\text{MnO}_4^- = 13.37 \cdot 0.023 = 0.3075$ mmol.

Uit de reactievergelijking bij onderdeel 3 blijkt:

1 mol MnO_4^- reageert met 5 mol Fe dus er is $5 \cdot 0.3075 = 1.5376$ mmol Fe

Omgerekend naar mg Fe is dit: $1.5376 \cdot 55.85 = 85.8750$ mg Fe. Dit zit in 15 mL.

In 100 mL zit dan $100/15 \cdot 85.8750 = 572.500$ mg Fe = 0.5725 gram Fe

Er is afgewogen: 3.884 gram Mohrs zout en opgelost in 100 mL, dus het percentage aan Fe in Mohrs zout is :

$0.5725 / 3.982 \cdot 100\% = 14.38\%$

Dit is minder dan het theoretisch percentage ijzerionen. Hieruit volgt dat er dus zeer waarschijnlijk kristalwater aan het Mohrs zout zit, waardoor het gehalte lager uitkomt.

Factor: $19.68\% / 14.38\% = 1.369$; met deze factor moet de molekuulmassa van Mohrs zout **zonder aq** vermenigvuldigd worden : $1.369 \cdot 283.85 = 388.59$ gram.

Aantal gram kristalwater is dus: $388.59 - 283.85 = 104.74$ g

1 mol $\text{H}_2\text{O} = 18$ gram dus $104.74 / 18 = 5.82$ mol H_2O .

Resultaat: het aantal molekulen kristalwater is 6.

6. Discussie en conclusie.

6.1 De concentratiebepaling van KMnO_4 .

Uit de bepaling komt een nauwkeurige concentratie van 0.0228 Mol/L voor de Kaliumpermanganaat oplossing. Dit ligt zeer goed in de verwachtingen, aangezien de concentratie in de buurt van 0.02 Mol/L zou moeten komen.

6.2 De bepaling van ijzer in Mohrs zout.

Volgens de literatuur is de molekuulformule van Mohrs zout $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. De systematische naam is ammonium-ijzer(II) sulfaat hexahydraat (eng.: Ferrous ammonium sulfate hexahydrate). Hexa = 6. De gevonden waarde komt dus goed overeen met de literatuurwaarde.

De lichte afwijking bij het aantal mol kristalwater kan ontstaan zijn door de volgende onnauwkeurigheden tijdens het uitvoeren van de bepaling:

- Afweegfout
- Pipetteerfout
- Fout bij overbrengen van de oplossing in de maatkolf
- Fout bij aanvullen van de maatkolf
- Titratiefout / afleesfout buret

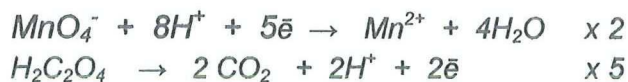
Deze zelfde onnauwkeurigheden kunnen opgetreden zijn bij de titerstelling van het kaliumpermanganaat, omdat hierbij ook ongeveer dezelfde handelingen zijn uitgevoerd.

7. Beantwoording van de vragen.....

8. Wat voor soort reactie is de titratie reactie in onderdeel 1 van het voorschrift?
9. Wat voor soort reactie is de titratie reactie in onderdeel 2 van het voorschrift?
10. Waarom moet het ijzer in de vorm van ijzer(II) aanwezig zijn en niet als ijzer(III)?
11. Ga na of dit ook klopt in de molecuulformule van Mohrs zout.
12. Bereken hoeveel mol Fe(II) was opgelost in 100 mL oplossing.
13. Leg uit waarom geen indicator gebruikt is bij de titraties.
14. Waarom moeten de reacties in onderdeel 1 en 2 aangezuurd worden met zwavelzuur en niet met bijvoorbeeld zoutzuur of salpeterzuur?

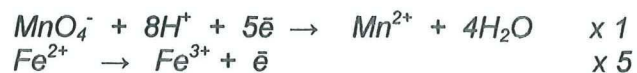
Antwoord vraag 1:

De reactie is een redoxreactie, waarbij oxalaat de reductor is en permanganaat de oxidator. Bij de twee halfvergelijkingen vindt elektronenoverdracht plaats:



Antwoord vraag 2:

De reactie is net als bij vraag 1 een redoxreactie. Hierbij is ijzer(II) de reductor en permanganaat is de oxidator:



Antwoord vraag 3:

Het ijzer moet in de vorm van ijzer(II) aanwezig zijn omdat het geoxideerd wordt door MnO_4^- tot ijzer(III). Als het niet aanwezig is in deze vorm kan de reactie niet plaatsvinden.

Antwoord vraag 4:

$2x \text{NH}_4^+ = 2+$ en $2x \text{SO}_4^{2-} = 4-$ dus nettolading is 2-; dat betekent dat de lading van Fe 2+ moet zijn.

Antwoord vraag 5:

Uit de berekeningen bij onderdeel 4 blijkt dat in 100 mL oplossing 0.5477 gram Fe zit. Dit is $0.5477 / 55.85 = 9.81 \cdot 10^{-3}$ mol ijzer.

Antwoord vraag 6:

Bij deze titraties heeft de kaliumpermanganaat oplossing (titrant) een paarse kleur. Wanneer alle oxaalzuur of ijzerionen "op" zijn is het equivalentiepunt bereikt en zal er bij elke druppel die hierna nog wordt toegevoegd een overmaat aan permanganaationen zijn waardoor de paarse kleur ontstaat. De titratie moet dus gestopt worden zodra er een blijvende lichtpaarse kleur ontstaat in de oplossing.

Antwoord vraag 7:

Bij zoutzuur is Cl⁻ een sterke reductor en bij salpeterzuur is NO₃⁻ een oxidator. Beide kunnen dus de reactie beïnvloeden.