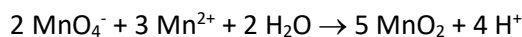






Het eindpunt van titraties met  $\text{KMnO}_4$  verschuift zeer traag ten gevolge van de onderstaande reactie :



Daarom wordt de titratie pas gestopt wanneer er in de oplossing een paarse kleur ontstaat die zeker 30 seconden blijft bestaan.

## 4 APPARATUUR EN MATERIAAL

- 4.1 Volpipetten
- 4.2 Maatkolven.
- 4.3 Waterbad: het toestel moet in staat zijn een temperatuur van 96 à 98 °C te bereiken en te behouden.
- 4.4 Buret:  $10 \pm 0,02$  ml
- 4.5 Proefbuizen : lengte 150 tot 200 mm, binnendiameter 25 tot 35 mm, wanddikte 0,5 tot 1 mm. De buizen worden enkel voor de bepaling van permanganaatindex gebruikt.

## 5 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

### 5.1 REAGENTIA

Alle gebruikte reagentia hebben een p.a. zuiverheidsgraad, het gebruikte water is ultra puur.

- 5.1.1 Geconcentreerd zwavelzuur,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (95-97 %,  $d = 1,84$  g/ml)
- 5.1.2 Natriumoxalaat ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ )
- 5.1.3 Kaliumpermanganaat ( $\text{KMnO}_4$ )

### 5.2 OPLOSSINGEN

- 5.2.1 Verdund zwavelzuur ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 2 mol/l  
Voeg langzaam en voorzichtig aan 500 ml ultra puur water 110 ml geconcentreerd zwavelzuur toe. Voeg langzaam kaliumpermanganaat oplossing (2 mmol/l) toe tot dat er een licht roze kleur blijft bestaan. Laat de oplossing afkoelen en leng aan tot 1 liter met ultrapuur water.
- 5.2.2 Natriumoxalaat gedurende 2 uur drogen bij 120 °C. Los hiervan 6.700 g op in een maatkolf van 1000 ml en leng aan tot aan de maatstreep. Deze oplossing is 6 maanden houdbaar, bewaard in het donker
- 5.2.3 Natriumoxalaat standaardoplossing ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) 5 mmol/l (0,01 N)  
Pipetteer 100 ml Natriumoxalaat stockoplossing in een maatkolf van 1000 ml en leng aan met water tot aan de maatstreep. Deze oplossing is 2 weken houdbaar, bewaard in het donker.

Opmerking: de in de handel verkrijgbare standaardoplossingen mogen ook gebruikt worden.

- 5.2.4 Kaliumpermanganaat stockoplossing ( $\text{KMnO}_4$ )  $\pm 20$  mmol/l  
Los 3.2 g kaliumpermanganaat op in water en leng aan tot 1000 ml. Verwarm de oplossing gedurende 2 uur op 90 tot 95 °C, daarna minstens 2 dagen koel bewaren. De heldere oplossing afgieten en bewaren in een donkere fles.

- 5.2.5 Kaliumpermanganaat standaardoplossing ( $\text{KMnO}_4$ )  $\pm$  2 mmol/l (0,01 N)  
 Pipetteer 100 ml Kaliumpermanganaat stockoplossing in een 1000 ml maatkolf. Leng aan met water tot aan de maatstreep.  
 In het donker bewaard is deze oplossing gedurende enkele maanden houdbaar. De juiste concentratie worde tijdens de analyse bepaald

## 6 PROCEDURE

### 6.1 REINIGEN VAN HET GLASWERK

Glaswerk dat voor de beschreven proef nog nooit eerder werd gebruikt, dient grondig gereinigd te worden door uitkoken met een aangezuurde kaliumpermanganaat oplossing.

De reiniging dient zo vaak herhaald te worden tot een lage, constante waarde wordt bekomen die bij een inname van 25 ml monster de 0,1 ml ( $V_{bl}$ ) niet overschrijdt .

### 6.2 BEPALING VAN DE BLANCOWAARDE

#### 6.2.1 WERKWIJZE

Bij elke analysereeks moet een blancowaarde bepaald worden. Er wordt 25 ml ultra puur in de proefbuis gepipetteerd i.p.v. 25 ml staal. Vervolg de analyse zoals in paragraaf 6.4 beschreven. Het verbruikte volume kaliumpermanganaatoplossing is  $V_0$ .

Deze oplossing wordt verder gebruikt voor de bepaling van de concentratie van de Kaliumpermanganaat standaardoplossing.

Opmerking :

Indien meer organisch materiaal aanwezig is dan equivalent met het toegevoegde kaliumpermanganaat (waarden groter dan 10 mg/l), merkt men dit reeds tijdens het opkoken door ontkleuring ( $\text{Mn}^{7+}$  is paars,  $\text{Mn}^{2+}$  is praktisch kleurloos). Men kan de proef onderbreken en met een verdund monster herbeginnen.

#### 6.2.2 BEREKENING VAN DE BLANCOWAARDE

$$V_{bl} = V_0 - V_x$$

$V_0$  Het verbruikte volume oplossing bij de bepaling van de blancowaarde

$V_x$  Volumecorrectiefactor rekening houdend met de exacte concentratie van de kaliumpermanganaat standaardoplossing

$$V_x = \frac{(V_{\text{NaOx}} \times N_{\text{NaOx}}) - (V_{\text{KMnO}_4} \times N_{\text{KMnO}_4})}{N_{\text{KMnO}_4}}$$

$V_{\text{NaOx}}$  Volume natriumoxalaat toegevoegd bij de bepaling van  $V_0$  (5,0 ml)

$N_{\text{NaOx}}$  Normaliteit van de natriumoxalaatoplossing ( 0,01 N)

$V_{\text{KMnO}_4}$  Volume  $\text{KMnO}_4$  toegevoegd bij de bepaling van  $V_0$  (5,0 ml)

$N_{\text{KMnO}_4}$  Normaliteit van de  $\text{KMnO}_4$ -oplossing (bepaald in paragraaf 6.3)

**6.2.3 BEPALING VAN DE CONCENTRATIE VAN DE KALIUMPERMANGANAAT STANDAARDOPLOSSING**

Voeg aan de oplossing die bekomen werd tijdens de blancobepaling (paragraaf 6.2) 5 ml natriumoxalaat standaardoplossing ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) 0,01N toe. Titreer de oplossing met kaliumpermanganaat standaardoplossing ( $\text{KMnO}_4$ )  $\pm 0,01\text{N}$  bij een temperatuur van  $80\text{ }^\circ\text{C}$  (indien nodig terug opwarmen) tot een licht roze kleur gedurende 30 seconden blijft bestaan. Het verbruikte volume kaliumpermanganaatoplossing is  $V_2$ .

$$N_{\text{KMnO}_4} = \frac{(V_{\text{NaOX}} \times N_{\text{NaOX}})}{V_2}$$

$V_{\text{NaOX}}$  Volume natriumoxalaat toegevoegd bij de bepaling van  $V_2$  (5,0 ml)

$N_{\text{NaOX}}$  Normaliteit van de natriumoxalaatoplossing ( 0,01 N)

Opmerking: De getitreeerde oplossingen blijven het beste in de proefbuizen staan tot deze terug gebruikt worden.

**6.3 BEPALING VAN DE PERMANGANAATINDEX**

Stalen met een hoge permanganaatindex moeten verdund worden tot dat ze tussen 0,5 mg/l en 10 mg/l gelegen zijn.

Pipetteer 25,0 ml  $\pm 0,25$  ml van het staal (of verdunde staal) in de proefbuis en voeg 5 ml zwavelzuur ( 2 mol/l) toe. Homogeniseer de oplossing.

De proefbuis in het warme waterbad zetten en gedurende 10 minuten laten opwarmen, daarna 5 ml Kaliumpermanganaat standaardoplossing ( $\text{KMnO}_4$ )  $\pm 0,01\text{N}$  toevoegen.

Na 10 minuten  $\pm 15$  seconden 5 ml natriumoxalaat standaardoplossing ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) 0,01N toevoegen en wachten tot de oplossing kleurloos is geworden.

De nog warme oplossing met kaliumpermanganaat standaardoplossing ( $\text{KMnO}_4$ )  $\pm 0,01\text{N}$  titreren tot een licht roze kleur gedurende 30 seconden blijft bestaan. Het verbruikte volume kaliumpermanganaatoplossing is  $V_1$ .

**7 BEREKENING**

De permanganaatindex,  $I_{\text{Mn}}$  uitgedrukt in mg  $\text{O}_2/\text{l}$  wordt als volgt berekend

$$I_{\text{Mn}} = \frac{V_1 - V_0}{V_2} \times f$$

met

$I_{\text{Mn}}$  permanganaatindex in mg  $\text{O}_2/\text{l}$

$V_0$  volume verbruikte kaliumpermanganaat oplossing bij de blanco bepaling (paragraaf 6.2.1), in ml

$V_1$  volume verbruikte kaliumpermanganaat oplossing bij de titratie van het monster (paragraaf 6.4), in ml

$V_2$  volume verbruikte kaliumpermanganaat oplossing bij de bepaling van de concentratie van de kaliumpermanganaatoplossing (paragraaf 6.3), in ml

F omrekeningsfactor = 16

Men aanvaardt waarden voor eenzelfde monster die niet meer dan 10 % van mekaar verschillen.

## 8 KWALITEITSCONTROLE

Bij inname van 25 ml monster mag  $V_{bi}$  de 0,1 ml niet overschrijden.

Duplometingen mogen niet meer dan 10% van elkaar verschillen.

Bij elke meetreeks wordt een controlemonster (bv. resorcinol) geanalyseerd of een duplo analyse uitgevoerd.

## 9 REFERENTIES

- NBN EN ISO 8467: 1995 Water quality – Determination of permanganate index (ISO 8467:1993)
- Bestimmung des Permanganat-Index, DIN 38409/H5, 1995, Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung, VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 2002