

Grundlagen der Chemie Teil 2

SS 2002

Annika Dettloff, Mtknr.: 200124116

Joanna Swidlinski, Mtknr.: 200124158

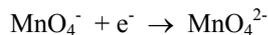
Praktikum vom 5.6.02

Versuch 20: Permanganometrie, Bestimmung von Eisen II in schwefelsaurer Lösung

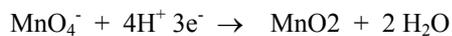
Theoretische Grundlagen:

Die Manganometrie gehört zu den am häufigsten angewandten Redox-Titrationsverfahren. Kaliumpermanganat ist ein starkes Oxidationsmittel, dessen Redoxpotential pH-abhängig ist.

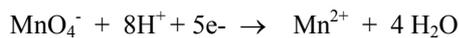
In stark alkalischem Medium verläuft die Reduktion zum Mangan (VI)



In schwach saurem bzw. alkalischem Gebiet scheidet sich Braunstein ab



In stark saurer Lösung entsteht Mangan(II)



Am häufigsten wird mit Permanganat im saurem Medium titriert. Bei der Titration erübrigt sich die Zugabe eines Indikators, da der Endpunkt durch den ersten Tropfen überschüssiger Permanganatlösung angezeigt wird. Die Färbung des Permanganations ist schon in einer Konzentration von 10^{-6} mol/l wahrnehmbar.

Eine der wichtigsten manganometrischen Titrationsen ist die Bestimmung von Eisen(II) nach Reinhardt-Zimmermann in in salzsaurer Lösung.

Verwendete Geräte:

Analysenwaage

Spatel

Wägeschiffchen

250ml Messkolben

250ml Flaschen

Glasfiltertiegel

100ml Messkolben

Pipetten

Erlenmeyerkolben

Bürette

Trockenschrank

Heizrührplatte

Thermometer

Verwendete Chemikalien:

Kaliumpermanganat

Natriumoxalat

Schwefelsäure

Eisen(II) salz

Arbeitsanweisung:

Herstellung einer Kaliumpermanganatlösung

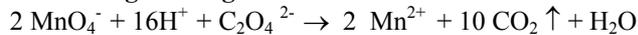
Siehe Skript

Grundlagen

Titereinstellung mit Natriumoxalat

Die Titereinstellung von Kaliumpermanganat mit Natriumoxalat beruht auf der Oxidation des Oxalations zu Kohlenstoffdioxid und verläuft in warmer schwefelsaurer Lösung innerhalb relativ weiter Grenzen der Wasserstoffionenkonzentration ohne störende Nebenreaktionen.

Reaktionsgleichung:



Da Natriumoxalat sehr rein zu erhalten ist und nicht bestrebt ist mit anderen Stoffen eine Verbindung einzugehen, ist es als Titersubstanz sehr gut geeignet.

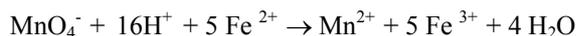
Arbeitsvorschrift:

Zur Bestimmung des genauen Titers der KMnO_4 -Lösung werden drei bis vier Proben von je 0,15-0,2 g getrocknetes Natriumoxalat abgewogen. Jede Probe wird in 200ml Wasser gelöst, mit 10ml Schwefelsäure angesäuert, auf 80°C erwärmt und mit Permanganatlösung bis zur bleibenden Rosafärbung titriert. Die Oxidation verläuft zu Beginn der Oxidation sehr langsam. Daher muss sehr langsam titriert werden. Vor jeder neuen Titratorzugabe muss gewartet werden, bis sich die Lösung entfärbt hat.

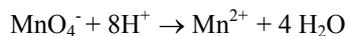
Bestimmung von Eisen in schwefelsaurer Lösung

Grundlagen:

Die Titration des Eisen(II) in schwefelsaurer Lösung erfolgt nach der Reaktionsgleichung:



Reduktion:



Oxidation:



Arbeitsvorschrift:

Es werden 10ml der Lösung vorgelegt, 10ml verdünnte Schwefelsäure hinzu gefügt und mit dest. Wasser auf 100-150 ml verdünnt. Der Endpunkt der Titration ist erreicht, wenn die Lösung noch eine Minute nach dem letzten Permanganatzusatz schwach orangefärbt bleibt. Die Farbe wird von Fe(III) hervorgerufen und kann durch Zugabe von Phosphorsäure gebunden werden, da ein farbloser Komplex entsteht. Die Endpunktbestimmung ist dann genauer durchzuführen.

Auswertung:

Einwaage Natriumoxalat:

- 1) 0,0616 g
- 2) 0,0686 g
- 3) 0,0648g

$m / c * M = V \rightarrow * 2$ theoretischer Verbrauch

$c = 0,1 \text{ mol/l}$

$M = 134,01 \text{ g/mol}$

- 1) 9,193 ml
- 2) 10,238 ml
- 3) 9,671 ml

Titrierter Verbrauch:

- 1) 8,9 ml
- 2) 9,9 ml
- 3) 9,3 ml

Titerbestimmung:

Theoretischer Verbrauch/ praktischer Verbrauch= Titer

- 1) 1,033
- 2) 1,034
- 3) 1,039

Eisen-Bestimmung:

Titrierter Verbrauch:

- 1) 9 ml
- 2) 8,55 ml
- 3) 8,56 ml

1 ml → 5,5847 mg
8,55 ml → x

x = 47,75 mg

Die Probe enthielt 47,75 g Eisen.