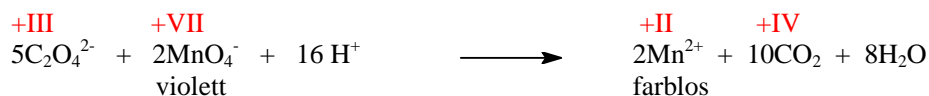


Permanganometrie (Redox titration)

Literatur: Script S. 165 - 177

Aufgabe:

Bestimmung der Masse an Oxalat-Ionen in einer wässrigen Lösung durch permanganometrische Titration.



Einführung:

In der Permanganometrie, in der Kaliumpermanganat als Maßlösung verwendet wird, nutzt man das große Oxidationsvermögen des MnO_4^- -Ions aus. Die überwiegende Anzahl der in der Permanganometrie für Titrationszwecke ausgenutzten Umsetzungen spielen sich in saurer Lösung ab. Im Praktikumsversuch wird mit Schwefelsäure angesäuert. Das Permanganat-Ion, in dem Mangan die Oxidationszahl +VII aufweist, wird unter Mitwirkung von 8 Wasserstoff-Ionen unter Aufnahme von 5 Elektronen, die das jeweilige Reduktionsmittel liefert (im Praktikumsversuch Oxalat-Ion), zum Mangan(II)-Ion reduziert. Oxalat wird zum Kohlenstoffdioxid oxidiert.

Die Titration erfolgt, in dem man die ausstehende eingestellte Kaliumpermanganat-Maßlösung mit exakt bekannter Konzentration $\{c = (\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}, t = (\text{dem Flaschenetikett zu entnehmen})\}$ in eine Bürette füllt. Bei dieser undurchsichtigen Lösung nimmt man die Ablesung am oberen Rand des Meniskus vor. Beim Einstellen auf die Nullmarke der Bürette muss diese Art der Ablesung bereits beachtet werden. Jede Oxalat-Probe wird mit Wasser verdünnt, mit Schwefelsäure angesäuert und auf 75 - 85 °C erwärmt, da in warmer schwefelsaurer Lösung die Oxidation des Oxalat-Ions zu Kohlenstoffdioxid ohne störende Nebenreaktionen nach der angegebenen Reaktionsgleichung verläuft. Man lässt unter ständigem kreisenden Umschwenken des Erlenmeyerkolbens Permanganat-Maßlösung in die heiße, saure Oxalat-Lösung eintropfen. Man wartet vor jeder neuen Permanganat-Zugabe so lange, bis die Lösung sich entfärbt. Anfänglich findet nämlich die Oxidation des Oxalat-Ions nur langsam statt. Die Reaktionsgleichung gibt nur das Anfangs- und Endstadium wieder. Die Reaktion verläuft in Wirklichkeit viel komplizierter, wobei das Mangan(II)-Ion eine Rolle als Katalysator spielt. Es ist anfänglich nur spurenweise vorhanden, entsteht aber im Verlauf der Titration in zunehmendem Maße. Nach Zugabe einiger Milliliter kann man die Permanganat-Maßlösung etwas schneller einfließen lassen. Um den Endpunkt nicht zu überschreiten, muss man sie gegen Ende der Titration wieder sehr langsam und vorsichtig eintropfen lassen. Der Endpunkt ist dadurch zu erkennen, dass die Permanganat-Maßlösung nicht mehr entfärbt wird, sondern der Lösung eine schwach rotviolette Färbung verleiht. Permanganat-Ionen besitzen eine hohe Farbstärke. Diesen Umstand und der Tatsache, dass das Mangan(II)-Ion schon in mäßig verdünnten Lösungen völlig farblos erscheint, verdanken wir es, dass die Permanganometrie ohne fremde Indikatorzusätze auskommt. Die Beobachtung, dass die schwache Rosafärbung einer titrierten Lösung nach einiger Zeit allmählich verschwindet, erklärt sich nicht nur aus dem Zutritt von oxidierbaren Staubteilchen aus der Luft, sondern auch dadurch, dass die im Verlauf der Titration entstandenen Mangan(II)-Ionen ihrerseits die Permanganat-Ionen langsam reduzieren.

Durchführung:

Der 100 ml-Maßkolben mit der Analysenlösung wird mit destilliertem Wasser bis zur Eichmarke aufgefüllt und gut durchgeschüttelt. 20 ml dieser Lösung (Aliquoter Teil) werden mit einer Vollpipette in einen 300 ml Erlenmeyerkolben pipettiert. Die Lösung wird auf 80 ml mit destilliertem Wasser verdünnt und mit ca. 10 ml Schwefelsäure $\{c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}\}$ angesäuert und mit einer Heizplatte

auf 75 - 85 °C erhitzt. Die Temperatur wird mit einem Thermometer kontrolliert, wobei darauf zu achten ist, dass bei der Herausnahme des Thermometers keine Analysenlösung verloren geht (Abspülen mit wenig destilliertem Wasser). Die heiße Analysenlösung wird mit einer 0,02 M Permanganat-Maßlösung titriert. Es werden vier Parallelbestimmungen durchgeführt. Aus dem Verbrauch an Permanganat-Maßlösung wird die Masse an Oxalat berechnet.

Ergebnisse der Titrations:

Verbrauch an KMnO_4 -Maßlösung [ml]
Titration 1
Titration 2
Titration 3
Titration 4
Mittlerer Verbrauch an KMnO_4 -Maßlösung [ml] =

Berechnung der Masse an Oxalsäure:

1 ml KMnO_4 $\{c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}\}$ entspricht 4,501 mg $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$

$x \text{ mg(Oxalsäure)} = x \text{ ml \{durchschnittlicher Verbrauch an } \text{KMnO}_4\text{-Maßlösung,}$
 $\bar{c} (\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}\} \cdot t (\text{KMnO}_4\text{-Maßlösung)} \cdot 4,501 \text{ mg (Oxalsäure)/ml Maßlösung} \cdot 5$
 (Zahl der Aliquote)