

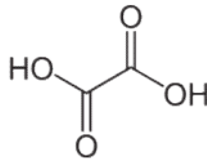
## 6. Quantitative anorganische Analyse

- 6.4 Manganometrie: Oxalatbestimmung durch Redox Titration
  - 6.4.2 + 3 Oxalat-Bestimmung und Titerbestimmung

### Einführung

Die Manganometrie wird bei der quantitativen Analyse verwendet. Um den Oxalat-Gehalt der Analysenlösung zu bestimmen, wird mit  $\text{KMnO}_4$  titriert. Da  $\text{KMnO}_4$  seinen Titer nicht konstant hält wird vor der Analyse der Titer mit der Ursubstanz Oxalsäure durchgeführt. Bei der Oxidation von Oxalsäure handelt es sich um eine autokatalytische Reaktion. Das bedeutet, dass das  $\text{Mn}^{2+}$  welches die Oxidation katalysiert durch die Reduktion von  $\text{MnO}_4^-$  gebildet wird. Charakteristisch für eine autokatalytische Reaktion ist ein langsamer Beginn doch gegen Ende eine gesteigerte Geschwindigkeit. Anfangs liegt wenig Katalysator vor, da dieser im Laufe der Reaktion erst gebildet wird. Bei der Durchführung ist daher gegen Ende darauf zu achten vorsichtig zu arbeiten.

Strukturformel der Oxalsäure



### Experimentelle Durchführung

Chemikalien: Analyselösung, 0,1N Oxalsäure-Lsg. ( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ), 0,1N Kaliumpermanganatlsg. ( $\text{KMnO}_4$ ), konzentrierte Schwefelsäure ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )

Materialien: Erlenmeyerkolben, Bürette, Stativ, Becherglas, Pipetten, Kochplatte

#### Durchführung:

*Titerbestimmung:* 10ml einer etwa 0,1N Oxalsäure werden mit entionisiertem Wasser auf 150ml aufgefüllt und mit 10ml verdünnter  $\text{H}_2\text{SO}_4$  angesäuert. Nach Erwärmen auf 60-80°C wird die Lösung mit  $\text{KMnO}_4$  titriert.

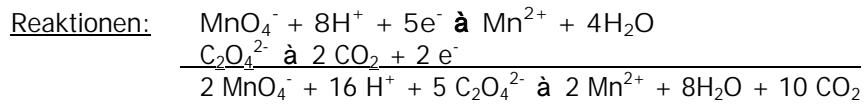
*Analyse:* In einen 300ml Erlenmeyerkolben wird 25ml Analyselösung gegeben, mit entionisiertem Wasser auf 150ml aufgefüllt und mit verdünnter  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -Lösung angesäuert. Zur Herstellung der Schwefelsäure wird 1 Volumenanteil  $\text{H}_2\text{SO}_4$  zu 3 Volumenanteilen entionisiertem Wasser gegeben. Die Lösung wird auf 60-80 °C erhitzt und mit 0,1N Kaliumpermanganatlösung titriert. Die Titration erfolgt unter ständigem Rühren mit einem Magnetrührer und einem Rührfisch. Nach jedem Tropfen  $\text{KMnO}_4$  soll die Entfärbung der Lösung abgewartet werden bevor der nächste Tropfen fällt. Die Titration wird beendet sobald ein Tropfen eine mind. 15 Sekunden lange Rosafärbung verursacht und sich die Lösung nicht mehr entfärbt.

### Ergebnis

*Titer:* Pro Versuch werden 9,9ml, 9,9ml, sowie 10,0ml bis zum Farbumschlag benötigt.  
à Mittelwert: 9,93ml

*Analyse:* Pro Versuch werden 13,8ml, 13,9ml, sowie 13,9ml bis zum Farbumschlag benötigt.  
à Mittelwert: 13,867ml

## Schlussfolgerung



Bei der Titration mit  $\text{KMnO}_4$  handelt es sich um eine Redox titration ohne weiteren Indikator. Dies kommt durch die intensive Färbung von Kaliumpermanganat.  $\text{MnO}_4^-$  ist ein starkes Oxidationsmittel, es färbt die wässrige Lösung dunkelviolett. Die reduzierte Form,  $\text{Mn}^{2+}$ , hingegen hellrosa. Sobald  $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$  vollständig oxidiert und das Permanganat nicht mehr reduziert wird, tritt eine deutliche rosa Färbung auf.

## Rechnung:

*Titer:*

$$\begin{aligned} c(\text{KMnO}_4) &= c(\text{Oxalsäure}) \cdot V(\text{Oxalsäure}) / V(\text{KMnO}_4) \\ &= 0,1 \text{ mol} \cdot 10 \text{ ml} / 9,93 \text{ ml} \\ &= 0,1 \text{ mol} \\ f &= c / c_0 = 0,1 / 0,1 = 1 \end{aligned}$$

*Analyse:*

$$\begin{aligned} \text{Äquivalente } X &= V \cdot c = V \cdot f \cdot c_0 \\ &= 0,013867 \text{ l} \cdot 1 \cdot 0,1 \text{ Val/l} \\ &= 1,3867 \cdot 10^{-3} \text{ Val} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Stoffmenge } n &= X / \text{Wertigkeit} \\ &= 0,0013867 / 2 \\ &= 6,9335 \cdot 10^{-4} \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\text{Molmasse } M = 88,02 \text{ g/mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Masse } m &= M \cdot n \\ &= 88,02 \text{ g/mol} \cdot 6,9335 \cdot 10^{-4} \text{ mol} \\ &= 0,06103 \text{ g} \\ &= 61,03 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\text{Gesamtmasse} = 4 \cdot m = 244,11 \text{ mg}$$

## Literatur

Praktikum Chemie für Biologen: Anorganische, Organische und Physikalische Chemie für Biologen, von Holger Fleischer, erschienen WS 2004/05, Institut für Anorganische Chemie und Analytische Chemie Johannes Gutenberg-Universität Mainz