

Permanganometrie

Unter einer *Redox titration* versteht man ein maßanalytisches Verfahren dem eine Redoxreaktion zugrunde liegt. Diese Methode lässt sich immer dann anwenden wenn die zu untersuchende Probe oxidierende oder reduzierende Eigenschaften aufweist. Eine Form der Redox titration ist die Permanganometrie.

Geräte:

250mL Erlenmeyerkolben, Bürette (weiß- oder braunglas), Messkolben, Magnetrührer, Präzisionswaage

Chemikalien:

Kaliumpermanganat puriss. (C, N, O, Xi)



Natriumoxalat (Xi)



Schwefelsäure 1M (C)



Durchführung:

Herstellung einer 0,1N Kaliumpermanganatlösung:

Zur Herstellung einer 0,1N (Äquivalentkonzentration resp. 0,02M Stoffmengenkonzentration) Lösung werden etwa 3,2g reines Kaliumpermanganat auf einer Waage eingewogen und in einem Messkolben auf 1000mL aufgefüllt. Die nun erhaltene etwa 0,1N Kaliumpermanganatlösung wird jetzt 1 Stunde auf dem Wasserbad erwärmt und anschließend durch einen Glassintertiegel filtriert; ersatzweise kann die Lösung auch 14 Tage bei Seite gestellt werden. Die Erwärmung dient dazu möglicherweise vorhandene organische Verunreinigungen sowie Staubteilchen zu zerstören welche die Titerkonstanz beeinflussen könnten.

Einstellung einer 0,1N Kaliumpermanganatlösung:

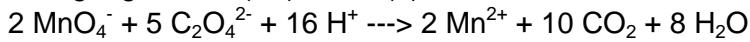
Um einen genauen Wert für den Titer zu erhalten wird die Maßlösung eingestellt, also eine genaue Gehaltsbestimmung durchgeführt. Hierzu wird zuerst wasserfreies Natriumoxalat im Trockenschrank bei 230°C getrocknet um Spuren von Wasser zu entfernen. Von der Substanz wird anschließend eine Menge von 150-200mg (zB. 0,1872g) abgewogen, der Wert notiert und die Probe in einen 500mL Erlenmeyerkolben überführt. Es wird mit etwa 200mL Wasser, 10mL verdünnter Schwefelsäure versetzt und auf 80°C erwärmt. Die Permanganat-Maßlösung wird jetzt in die Bürette gefüllt (Abgelesen wird am oberen Rand des Meniskus) und die Probe vorsichtig unter Rühren titriert. Es muss immer so lange gewartet werden bis sich die Oxalat-Lösung vollständig entfärbt. Am Titrationsendpunkt reicht bereits ein Tropfen Überschuss um die gesamte Lösung schwach rötlich zu verfärben. 1mL einer genau eingestellten Maßlösung entspricht genau 6,7mg Natriumoxalat; dividiert man diesen Wert durch die Einwaage so erhält man den Soll-Verbrauch. Um den Faktor F zu erhalten dividiert man Soll-Verbrauch (in mL) durch den tatsächlichen Verbrauch (in mL). Die Durchführung sollte mindestens einmal wiederholt werden. Die Einstellung kann auch mit reiner Oxalsäure oder Natriumoxalat erfolgen.

Beispiel: Bestimmung von Wasserstoffperoxid

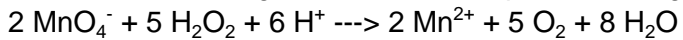
Es werden 20mL Analyselösung mit 40mL 1M Schwefelsäure versetzt und mit destilliertem Wasser auf 200mL aufgefüllt. Diese Lösung wird mit Kaliumpermanganat in der Kälte vorsichtig titriert, es muss immer bis zur vollständigen Entfärbung gewartet werden. Berechnung: 1mL 0,1N KMnO_4 -Lösung entspricht 1,70mg H_2O_2 .

Erklärung:

Der Einstellung der Lösung liegt die Oxidation des Oxalats durch Kaliumpermanganat zu CO_2 und der Übergang von Mn(VII) zu Mn(II) zu Grunde:



Bei der Bestimmung von Wasserstoffperoxid erfolgt die Umsetzung in saurer Lösung nach:



Entsorgung:

Reste der Maßlösung können verdünnt und zuvor reduziert über den Abfluss entsorgt werden.

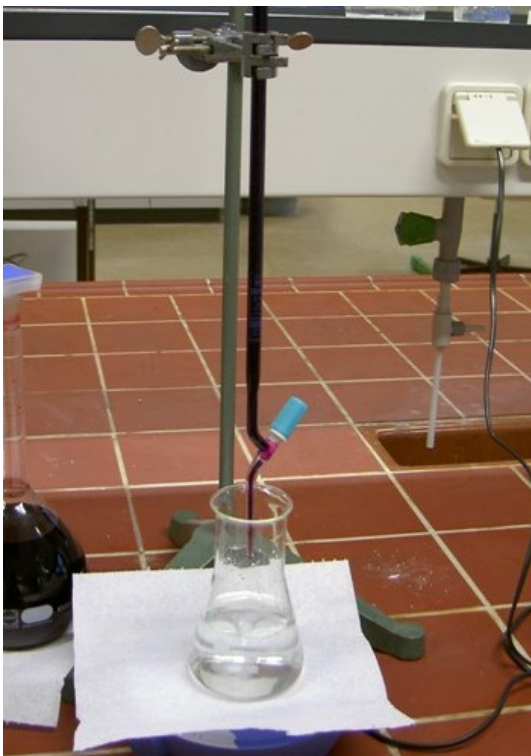
Bilder:



Einstellung der Permanganatlösung



Einstellung - Titrationsendpunkt



Bestimmung von Wasserstoffperoxid

Quellenangaben: *Lehrbuch der analytischen und präparativen anorganischen Chemie - Jander/Blasius*
Maßanalyse - Jander/Jahr (16. Auflage)