

II/8: Manganometrische Bestimmung von Eisen nach Reinhardt-Zimmermann

LA-AGP 2023

Patrick Elsässer
Folien von K. Köhler

Gliederung

Einleitung

Theorie

Redox-Reaktionen

3. Quantitative Analyse

Durchführung

Sonstiges

Literatur

Gliederung

Einleitung

Theorie

Redox-Reaktionen

3. Quantitative Analyse

Durchführung

Sonstiges

Literatur

Einleitung

Aus den ersten Seminaren bekannt:

- ✓ Ziel
- ✓ Methoden
- ✓ Prinzipien
- ✓ Voraussetzungen

Klassifizierung

Die Titrationsen lassen sich anhand verschieden Aspekte klassifizieren:

1. Reaktionstyp

- Säure-Base-Titration (Alkalimetrie, Acidimetrie)
- Fällungstitration
- Komplexbildungstitration
- Redoxtitration

2. Endpunkterkennung

- chemischer Indikator
- physikalischer Indikator

3. Titrationsart

- Direkte Titration
- Inverse Titration
- Indirekte Titration
- Rücktitration

Gliederung

Einleitung

Theorie

Redox-Reaktionen

3. Quantitative Analyse

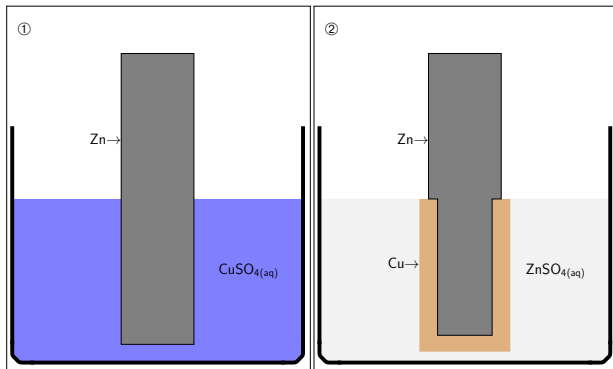
Durchführung

Sonstiges

Literatur

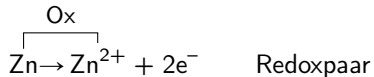
Redox-Reaktionen

Zinkstab in Kupfersulfatlösung

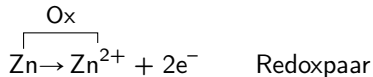


① Zn-Stab in einer CuSO_4 -Lsg. ② Cu scheidet sich am Zn-Stab ab, die blaue CuSO_4 -Lsg. beginnt sich zu entfärben. Gleichzeitig löst sich der Zn-Stab auf und geht als Zn^{2+} in Lösung (farblos).

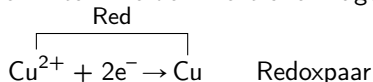
- ▶ **Oxidation:** Prozess, bei dem die Oxidationszahl eines Atoms erhöht wird. Dem Atom werden Elektronen entzogen.



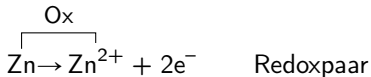
- ▶ **Oxidation:** Prozess, bei dem die Oxidationszahl eines Atoms erhöht wird. Dem Atom werden Elektronen entzogen.



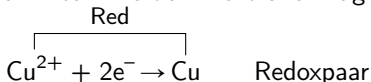
- ▶ **Reduktion:** Prozess, bei dem die Oxidationszahl eines Atoms erniedrigt wird. Dem Atom werden Elektronen zugeführt.



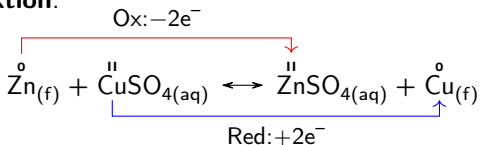
- ▶ **Oxidation:** Prozess, bei dem die Oxidationszahl eines Atoms erhöht wird. Dem Atom werden Elektronen entzogen.



- ▶ **Reduktion:** Prozess, bei dem die Oxidationszahl eines Atoms erniedrigt wird. Dem Atom werden Elektronen zugeführt.



- ▶ Diese Prozesse können nicht isoliert auftreten. Reaktionen, bei denen eine Elektronenübertrag stattfindet, handelt es sich also immer um **Redox-Reaktion**.



Gliederung

Einleitung

Theorie

Redox-Reaktionen

3. Quantitative Analyse

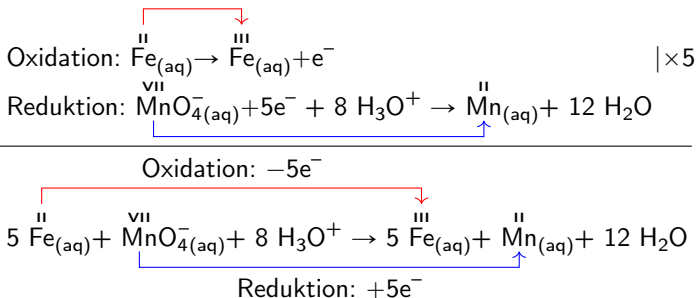
Durchführung

Sonstiges

Literatur

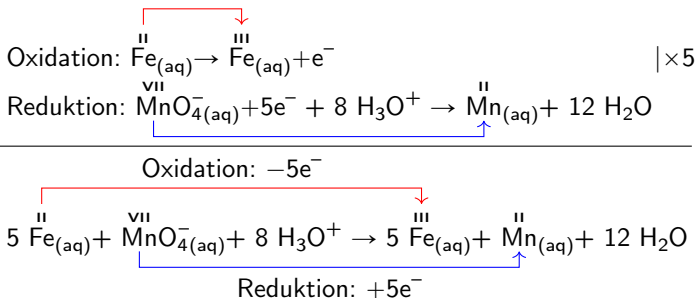
Manganometrische Bestimmung von Eisen nach Reinhardt-Zimmermann

- Reaktionsgleichung für die Titration einer Fe^{II} -Lsg. mit $\text{KMnO}_4^{\text{VII}}$:



Manganometrische Bestimmung von Eisen nach Reinhardt-Zimmermann

- Reaktionsgleichung für die Titration einer $\overset{\text{II}}{\text{Fe}}$ -Lsg. mit $\overset{\text{VII}}{\text{KMnO}_4}$:

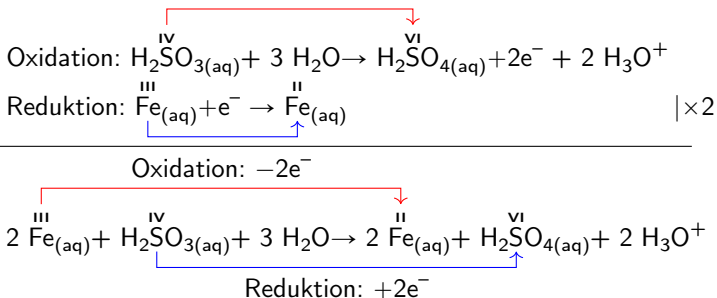


- Reaktion läuft nicht ganz so "glatt"
 - ↳ Verwendung der Reinhardt-Zimmermann-Lösung ($\text{MnSO}_4_{(\text{aq})} + \text{H}_3\text{PO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$) um Nebenreaktionen (Bildung von Cl_2) zu unterdrücken.

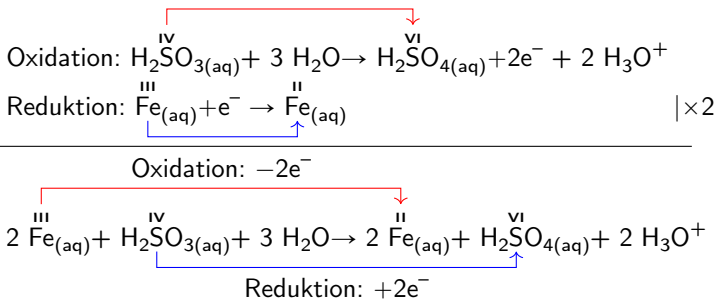
- ▶ Ausgegeben wird eine schwach HCl-saure Probelösung (FeCl_3 -Lsg.).

- ▶ Ausgegeben wird eine schwach HCl-saure Probelösung (FeCl_3 -Lsg.).
- ▶ Reaktion findet im sauren Medium (pH 3-4) statt, da die Fe-Spezies da am stabilsten sind.

- ▶ Ausgegeben wird eine schwach HCl-saure Probelösung (FeCl₃-Lsg.).
- ▶ Reaktion findet im sauren Medium (pH 3-4) statt, da die Fe-Spezies da am stabilsten sind.
- ▶ Fe muss vor der Titration mit KMnO₄ erst vollständig mit schwefliger Säure ($\overset{\text{IV}}{\text{S}}\text{O}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} = \text{H}_2\overset{\text{IV}}{\text{S}}\text{O}_3$) zu Fe^{II} umgesetzt werden.



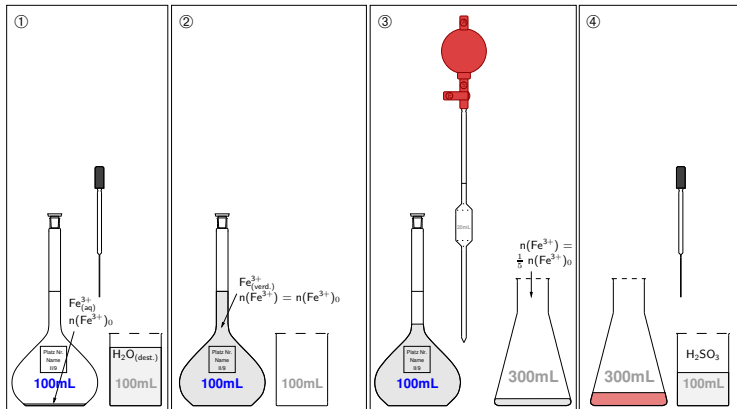
- ▶ Ausgegeben wird eine schwach HCl-saure Probelösung (FeCl₃-Lsg.).
- ▶ Reaktion findet im sauren Medium (pH 3-4) statt, da die Fe-Spezies da am stabilsten sind.
- ▶ Fe^{III} muss vor der Titration mit KMnO₄ erst vollständig mit schwefliger Säure ($\overset{\text{IV}}{\text{S}}\text{O}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} = \text{H}_2\overset{\text{IV}}{\text{S}}\text{O}_3$) zu Fe^{II} umgesetzt werden.



- ▶ Die schwefliger Säure muss vor Beginn der Titration in Form von SO₂ wieder ausgetrieben werden. Sonst wird H₂SO₃ statt Fe²⁺ vom KMnO₄ oxidiert.

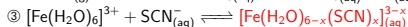
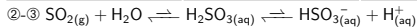
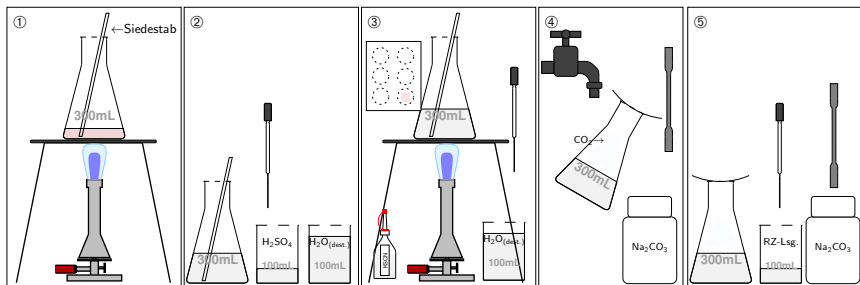
Vorbereitung: Probelösung

sauberen, beschrifteten 100 mL Messkolben mit Stopfen am Vorabend des Versuchs beim Assistenten abgeben. Sonst keine Durchführung möglich!



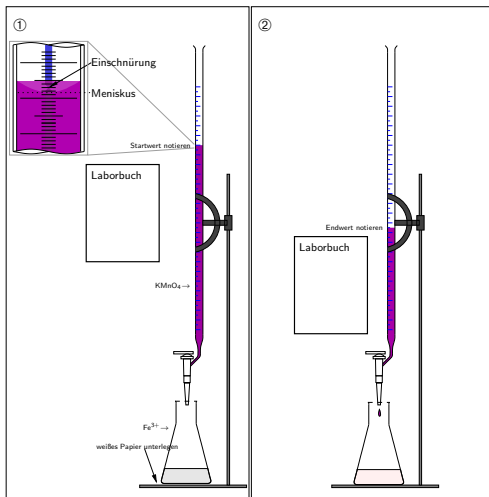
- ① Messkolben mit $V(\text{Fe}^{3+}) = \text{unbekannt}$ und $n(\text{Fe}^{3+})_0$ wird vom Assistenten ausgegeben; ② Messkolben bis zur Marke mit $\text{H}_2\text{O}_{(\text{dest.})}$ auffüllen, schütteln; ③ 20 mL $\text{Fe}_{(\text{verd.})}^{3+}$ mit einer Vollpipette (20 mL) in einen Erlenmeyerkolben überführen; ④ Probelösung mit 15 mL H_2SO_3 versetzen.

III Vorbereitung: Fe Reduktion



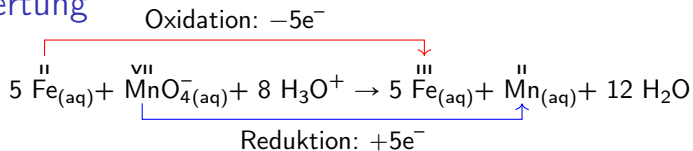
- ① Probelösung gelinde erwärmen; ② Probelösung auf ca. 100 mL mit $\text{H}_2\text{O}_{(\text{dest.})}$ auffüllen, ca. 2 mL konz. H_2SO_4 versetzen; ③ SO_2 austreiben durch Kochen, auf Fe^{3+} testen; ④ Probelösung vom Feuer nehmen, Na_2CO_3 zugeben (Erzeugt CO_2 -Atmosphäre über der Lösung), mit Uhrglas abdecken und abkühlen; ⑤ Nochmal Na_2CO_3 zugeben, 10 mL Reinhardt-Zimmermann-Lsg. zugeben.

Titration mit KMnO_4 -Maßlösung $c = 0.02 \text{ M}$



- ① Startwert notieren **Meniskus schlecht zu erkennen**; ② Titration bis eine leichte Rosafärbung erhalten bleibt.

Auswertung



▶ Gegeben:

$$M(\text{Fe}) = 55.85 \text{ g/mol}$$

$$c(\text{KMnO}_4) = 0.02 \text{ mol/L}$$

▶ Gesucht:

$$m(\text{Fe})_{\text{gesamt}} = ? \text{ mg}$$

▶ Gemessen:

$$V(\text{KMnO}_4)_{\emptyset} = X \text{ mL}$$

- Am Umschlagspunkt gilt:

$$\frac{n(\text{KMnO}_4)}{n(\text{Fe})} = \frac{1}{5}$$

$$5 \cdot n(\text{KMnO}_4) = n(\text{Fe})$$

- Am Umschlagspunkt gilt:

$$\frac{n(\text{KMnO}_4)}{n(\text{Fe})} = \frac{1}{5}$$

$$5 \cdot n(\text{KMnO}_4) = n(\text{Fe})$$

- mit $n = c \cdot V$ kann die Stoffmenge der verbrauchten KMnO_4 -Maßlösung berechnet werden:

$$n(\text{KMnO}_4) = c(\text{KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4)$$

- Am Umschlagspunkt gilt:

$$\frac{n(\text{KMnO}_4)}{n(\text{Fe})} = \frac{1}{5}$$

$$5 \cdot n(\text{KMnO}_4) = n(\text{Fe})$$

- mit $n = c \cdot V$ kann die Stoffmenge der verbrauchten KMnO_4 -Maßlösung berechnet werden:

$$n(\text{KMnO}_4) = c(\text{KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4)$$

- mit $m = M \cdot n$ kann die gesuchte Masse $m(\text{Fe})$ bestimmt werden:

$$m(\text{Fe}) = M(\text{Fe}) \cdot 5 \cdot n(\text{KMnO}_4)$$

- ▶ Am Umschlagspunkt gilt:

$$\frac{n(\text{KMnO}_4)}{n(\text{Fe})} = \frac{1}{5}$$

$$5 \cdot n(\text{KMnO}_4) = n(\text{Fe})$$

- ▶ mit $n = c \cdot V$ kann die Stoffmenge der verbrauchten KMnO_4 -Maßlösung berechnet werden:

$$n(\text{KMnO}_4) = c(\text{KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4)$$

- ▶ mit $m = M \cdot n$ kann die gesuchte Masse $m(\text{Fe})$ bestimmt werden:

$$m(\text{Fe}) = M(\text{Fe}) \cdot 5 \cdot n(\text{KMnO}_4)$$

- ▶ **ACHTUNG** diese Masse muss noch $\cdot 5$ genommen werden, da ja jeweils nur $1/5$ der Probelösung titriert wurde!

$$m(\text{Fe})_{\text{gesamt}} = 5 \cdot m(\text{Fe}).$$

Gliederung

Einleitung

Theorie

Redox-Reaktionen

3. Quantitative Analyse

Durchführung

Sonstiges

Literatur

- ▶ Ausgabebereich $m(\text{Fe})$: 150 – 200 mg
└ berechnet $V(\text{Fe})_{\min}$ und $V(\text{Fe})_{\max}$.

- ▶ Ausgabebereich $m(\text{Fe})$: 150 – 200 mg
└ berechnet $V(\text{Fe})_{\min}$ und $V(\text{Fe})_{\max}$.
- ▶ Die KMnO_4 -Maßlösung ist lichtempfindlich.

- ▶ Ausgabebereich $m(\text{Fe})$: 150 – 200 mg
└ berechnet $V(\text{Fe})_{\min}$ und $V(\text{Fe})_{\max}$.
- ▶ Die KMnO_4 -Maßlösung ist lichtempfindlich.
- ▶ Nicht zu viel Na_2CO_3 zugeben (pH-Wert).

- ▶ Ausgabebereich $m(\text{Fe})$: 150 – 200 mg
↳ berechnet $V(\text{Fe})_{\min}$ und $V(\text{Fe})_{\max}$.
- ▶ Die KMnO_4 -Maßlösung ist lichtempfindlich.
- ▶ Nicht zu viel Na_2CO_3 zugeben (pH-Wert).
- ▶ Zügig titrieren.
= mindestens eine Titration vor der Mittagspause schaffen.

- ▶ Ausgabebereich $m(\text{Fe})$: 150 – 200 mg
↳ berechnet $V(\text{Fe})_{\min}$ und $V(\text{Fe})_{\max}$.
- ▶ Die KMnO_4 -Maßlösung ist lichtempfindlich.
- ▶ Nicht zu viel Na_2CO_3 zugeben (pH-Wert).
- ▶ Zügig titrieren.
= mindestens eine Titration vor der Mittagspause schaffen.
- ▶ **nur vier Versuche!**

Gliederung

Einleitung

Theorie

Redox-Reaktionen

3. Quantitative Analyse

Durchführung

Sonstiges

Literatur

Literatur

- ▶ Praktikumsskript
Homepage
- ▶ Schweda, Eberhard, Gerhart Jander, Ewald Blasius. *Jander/Blasius Anorganische Chemie*. 16., völlig neu bearb. Aufl. Stuttgart: Hirzel, 2012.
- ▶ Jander, Gerhart, Karl Friedrich Jahr. *Massanalyse: Theorie Und Praxis Der Klassischen Und Elektrochemischen Titrierverfahren*. 8., durchges. und erg. Aufl. Berlin: de Gruyter, 1959.
- ▶ Küster-Thiel, *Rechentafeln für die Chemische Analytik*, Walter de Gruyter. Berlin New York, 1982
- ▶ AC Lehrbücher
z.B. Riedel, HoWi