

Laboratorní práce č. 8 - Manganometrie

Úkol: Stanovte přesnou koncentraci roztoku KMnO_4 pomocí roztoku kyseliny šťavelové

Princip:

Manganometrie je metoda odměrné analýzy, která používá odměrný roztok manganistanu draselného (silné oxidační činidlo). Je to metoda založená na změně oxidačního čísla (oxidačně-redukční). Oxidace látek roztokem KMnO_4 v kyselém prostředí probíhá podle rovnice: $\text{MnO}_4^- + 8 \text{H}^+ + 5 \text{el.} \rightarrow \text{Mn}^{2+} + 4 \text{H}_2\text{O}$. V neutrálním nebo slabě zásaditém prostředí: $\text{MnO}_4^- + 2 \text{H}_2\text{O} + 3 \text{el.} \rightarrow \text{MnO}_2 + 4 \text{OH}^-$.

Pro stanovení přesné koncentrace se používá jako základní látka dihydrát kyseliny šťavelové - $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ nebo její sůl šťavelan sodný. Indikátory v manganometrii nepoužíváme, protože první kapka přebytečného roztoku KMnO_4 v bodě ekvivalence způsobí zružovění obsahu titrační baňky.

Pomůcky a chemikálie:

titrační aparatura, kahan, trojnožka, síťka, zápalky, váhy (analytické), navažovací lodička, lžička, stříčka s destilovanou vodou, kádinka, odměrné sklo (baňky, válec, pipety)

$(\text{COOH})_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ $c = 0,05 \text{ mol.dm}^{-3}$, $V = 250 \text{ ml}$ ($M = 126,070 \text{ g.mol}^{-1}$)

KMnO_4 $c = 0,02 \text{ mol.dm}^{-3}$, $V = 1 \text{ dm}^3$ ($M = 158,034 \text{ g.mol}^{-1}$)

Výpočet:

$m(\text{COOH})_2 = 0,25 \cdot 0,05 \cdot 126,070 = 1,5758 \text{ g}$

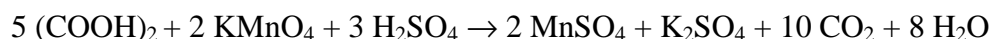
$m(\text{KMnO}_4) = 1 \cdot 0,02 \cdot 158,034 = 3,16 \text{ g}$

Postup práce:

- připravte si odměrný roztok o přibližné koncentraci KMnO_4 : navažte na předvážkách 3,3 g, rozpusťte v destil. vodě a doplňte do 1 litru v baňce (roztok je lépe připravit předem a uchovávat v zásobní lahvi nejméně 14 dní)
- stanovení přesné koncentrace se provádí titrací na kys. šťavelovou, jejíž roztok musíte připravit: navažte diferenčně (přibližně) 1,5758 g kyseliny na analytických vahách, nasypete toto množství do připravené baňky na 250 ml a doplňte dest. vodou po rysku, přepočítejte přesnou koncentraci $(\text{COOH})_2$.

- sestavte titrační aparaturu, připravenou a upevněnou suchou byretu naplňte odměrným roztokem KMnO_4 pomocí malé nálevky až po horní rysku (přebytečný roztok nad ryskou odpustit do kádinky), pod titrační baňku dejte bílý papír
- do titrační baňky odpipetujte 20 ml kyseliny šťavelové a přidejte 10 ml zředěné kyseliny sírové (roztok je nutno okyselit)
- titrační baňku zahřejte na síťce nad kahanem na teplotu 90°C
- ještě horký roztok pomalu a za stálého promíchávání obsahu krouživými pohyby titrační baňkou titrujte po kapkách (nenechte vychladnout) roztokem KMnO_4 z byrety
- titraci ukončete v okamžiku, kdy roztok v titrační baňce zůstává trvale slabě růžový (první kapka, kdy růžové zbarvení přetrvá aspoň 1 minutu)
- titraci opakujte alespoň ještě jednou a srovnajte zbarvení v předchozí baňce
- pro výpočet použijte průměr spotřeby odměrného roztoku

Rovnice:



titrační faktor pro výpočet koncentrace KMnO_4 :

$$F_t = n(\text{KMnO}_4) / n((\text{COOH})_2) = 2 / 5$$

koncentrace kys. šťavelové:

$$c (\text{COOH})_2 = m (\text{skut.}) / m(\text{teoret.}) \cdot 0,05$$

výpočet koncentrace KMnO_4 :

$$c (\text{KMnO}_4) = V (\text{COOH})_2 \cdot c (\text{COOH})_2 \cdot F_t / V (\text{KMnO}_4)$$