

GA 1.2: FOTOMETRISCHE BESTIMMUNG VON MANGAN

1 Aufgabe

- Erstellen sie mit Hilfe einer Kaliumpermanganat-Stammlösung eine Kalibrierkurve und stellen sie die fotometrisch ermittelten Daten auf Millimeterpapier grafisch dar.
- Ermitteln sie durch eine Doppelbestimmung anhand ihrer Grafik die Massenkonzentration an Mangan in [mg/L] der vorliegenden Analysenmuster.
- Kontrollieren sie die Funktion des Fotometers (Schnelltest) gemäss Punkt [6].
- Berechnen sie den molaren Extinktionskoeffizienten (ϵ) von KMnO_4 anhand der Daten der Lösung $c = 0.3 \text{ mmol/L}$ und geben sie diesen mit der korrekten Einheit im Protokoll an.
- Ein sauberes, übersichtliches Protokoll wird verlangt, wobei alle Rohdaten und Resultate im beigelegten Tabellenblatt einzutragen sind.

2 Prinzip

Mangan-II-Ionen werden im sauren Medium mit Ammoniumperoxodisulfat unter Verwendung von Silbernitrat (Katalysator) zu Permanganat (violett) oxidiert.

3 Analysenmuster

- Mangan GA 1.2.1_XXX liegt auf / Kandidat
- Mangan GA 1.2.2_XXX liegt auf / Kandidat

4 Reagenzien

- Kaliumpermanganat ($c = 10.0 \text{ mmol/L}$) liegt auf / Kandidat
- Silbernitratlösung ($c = 0.10 \text{ mol/L}$) liegt auf / Labor
- Ammoniumperoxodisulfat ($\beta = 150 \text{ g/L}$) ist frisch herzustellen / Kandidat
- Salpetersäure 65% liegt auf / Labor
- dest. Wasser (oder gleichwertig)

Die benötigte Menge Ammoniumperoxodisulfatlösung ist frisch herzustellen und von eventuellen Schwebestoffen durch Filtration zu befreien. Zur Herstellung dieser Lösung soll kein Messkolben verwendet werden.

5 Messdaten relevante Geräte

- Fotometer
- Einwegkunststoffküvette (1 cm)
- Messkolben 100 mL
- Vollpipette 50 mL
- Messpipette 10 mL (DIN A)

6 Qualitätssicherung der fotometrischen Messung (Schnelltest)

Die Extinktion einer $c(\text{KMnO}_4) = 0.30 \text{ mmol/L}$ (Aufarbeitung gemäss 7.2), gemessen gegen einen entsprechenden Blindwert, soll im Bereich von $E = 0.665 - 0.840$ liegen (Erwartungswert bei der Verwendung einer 1 cm Küvette).

7 Ausführung

7.1 Bemerkung zur fotometrischen Stabilität

Bei sachgemässer Handhabung ist die fotometrische Stabilität der Messlösungen nach 3 Stunden während weiteren 20 Stunden gewährleistet.

7.2 Herstellung der Kalibrierreihe

Aus der Stammlösung mit $c(\text{KMnO}_4) = 10 \text{ mmol/L}$ werden fünf Kalibrierlösungen in 100 mL-Messkolben hergestellt. Die Konzentration der Kalibrierlösungen soll zwischen 0.1 und 0.5 mmol/L betragen. Die entsprechenden Volumina (Messpipette DIN A oder gleichwertig) an Kalibrier-Stammlösung, werden mit je 2.5 mL HNO_3 65%, 5 mL Ammoniumperoxodisulfat-Lösung und 2.5 mL AgNO_3 -Lösung versetzt und mit Wasser bei Raumtemperatur zur Marke aufgefüllt. In gleicher Weise wird eine Blindlösung hergestellt.

7.3 Vorbereitung der Probelösungen

50.0 mL der Proben werden durch Zugabe von 2.5 mL HNO_3 65%, 5 mL Ammoniumperoxodisulfat-Lösung und 2.5 mL AgNO_3 -Lösung versetzt. Die Lösung wird kurz auf 70-75°C erwärmt und anschliessend unter gelegentlichem Schwenken auf Raumtemperatur abgekühlt. Die klare Lösung wird mit Wasser im Messkolben bei Raumtemperatur zu 100.0 mL aufgefüllt.

7.4 Fotometrische Messung

Sämtliche Messlösungen werden gegen die Blindlösung beim Absorptionsmaximum ($\lambda = 526 \text{ nm}$) bei einer Schichtdicke von 1 cm ausgemessen. Für die gesamte Messserie soll die gleiche Küvette verwendet werden und alle Lösungen sind dreimal zu messen.

7.5 Entsorgung

Saure Schwermetalllösungen in entsprechend beschriftete Kanister entsorgen.