

II/9: Gravimetrische Bestimmung von Ni

LA-AGP 2021

Katharina Köhler

Gliederung

Einleitung

Gravimetrie

Quantitative Bestimmung von Ni

Theorie

Durchführung

Auswertung

Tipps

Literatur

Gliederung

Einleitung

Gravimetrie

Quantitative Bestimmung von Ni

Theorie

Durchführung

Auswertung

Tipps

Literatur

Einleitung

Aus dem Seminar zur ersten Quanti bekannt:

- Ziel

Wie viel (m) ist drin?

- Methoden

Gravimetrie

Gravimetrie

Prinzip:

- ▶ Bestimmung der Masse des Reaktionsproduktes einer Fällungsreaktion.
- ▶ zur Analyselösung wird eine geeignete Reagenzlösung (Fällungsreagenz) im Überschuss zugegeben.
- ▶ der zu bestimmende Stoff wird unter festgelegten Arbeitsbedingungen in eine schwerlösliche Verbindung (Niederschlag, Fällungsform) überführt.
- ▶ der Niederschlag wird abgetrennt und nach geeigneter Behandlung (trocknen, glühen) ausgewogen (Wägeform).
- ▶ Ion in Lösung $\xrightarrow[\text{reagenz}]{\text{Fällungs-}}$ Fällungsform \downarrow $\xrightarrow[2. \text{trocknen}]{1. \text{filtrieren}}$ Wägeform

Voraussetzungen:

- ▶ Die Fällung muss unter definierten Bedingungen (pH-Wert, Reagenzien, Temperatur) vollständig sein (kleines K_L).
- ▶ Die Fällungsform muss gut abtrennbar sein.
- ▶ Die Wägeform muss eine konstante und bekannte Zusammensetzung aufweisen (kein Kristallwasser o.Ä.).
- ▶ Die Wägeform muss eine genaue Massebestimmung zulassen (nicht flüchtig, nicht hygroskopisch).

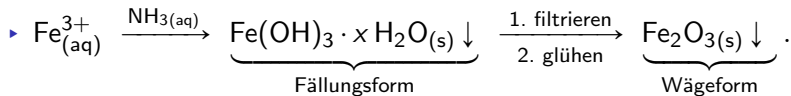
Berechnung:

- ▶ Berechnung der gesuchten Masse m mit stöchiometrischem Umrechnungsfaktor.

$$m(\text{gesuchte Substanz}) = F \cdot m(\text{Wägeform der Substanz}).$$

- ▶ F = gravimetrischer Faktor (Massenanteil der gesuchten Substanz in der Wägeform)

$$F = \text{stöchiometrischer Koeffizient} \cdot \frac{M(\text{gesuchte Substanz})}{M(\text{Wägeform})}.$$

Beispiel:

$$\text{▶ } m\left(\text{Fe}_{(\text{aq})}^{3+}\right) = m(\text{Fe}) = F \cdot m\left(\text{Fe}_2\text{O}_{3(\text{s})}\right) .$$

$$\text{▶ } F = \frac{2 \cdot M(\text{Fe})}{M(\text{Fe}_2\text{O}_3)} = \frac{2 \cdot 55.845 \text{ g/mol}}{159.70 \text{ g/mol}} = 0.6994 .$$

▶ weitere Beispiele siehe VL 6.

▸ Vorteile:

- ⊕ Absolutbestimmung
- ⊕ Kein Titer
- ⊕ einfach & sehr genau

▸ Nachteile:

- ⊖ störungsanfällig (pH, mitfällen von Fremdionen)
- ⊖ Filter
- ⊖ zeitaufwendig

Gliederung

Einleitung

Gravimetrie

Quantitative Bestimmung von Ni

Theorie

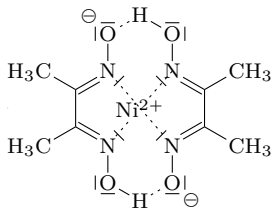
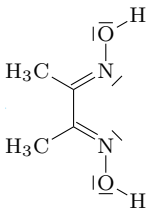
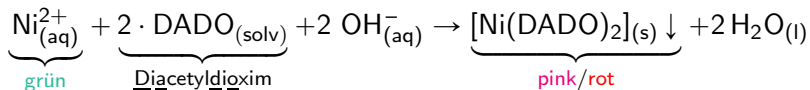
Durchführung

Auswertung

Tipps

Literatur

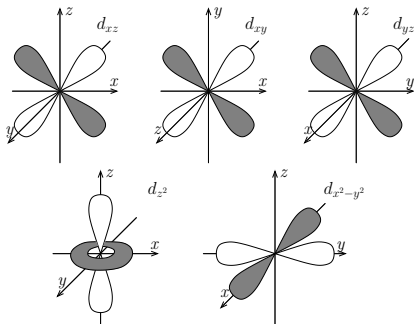
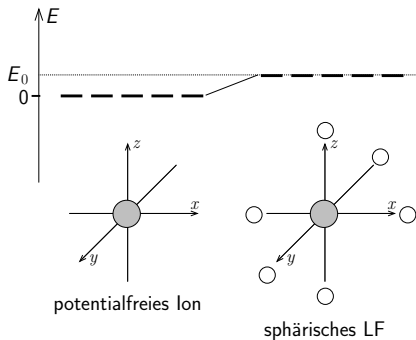
Theorie



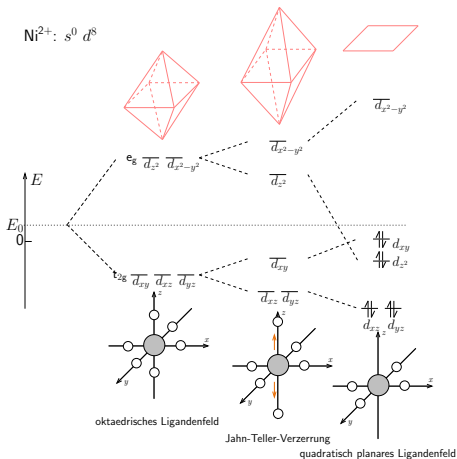
- ▶ **!pH-Wert 8-9!**
- ▶ Ni²⁺: s⁰d⁸, planarer Chelatkomplex

Einschub: Kristall- und Ligandenfeldtheorie

- ▶ Bindungsverhältnisse in Komplexen
- ▶ Stabilität & Farbigkeit
- ▶ el. stat. WW zwischen Metall-Zentrum und Liganden



- ▶ Elektrostatistische Abstoßung \Rightarrow Entartung der Energieniveaus.
- ▶ Jahn-Teller-Effekt: Verzerrung \Rightarrow Energieminimierung durch Aufhebung der Entartung.



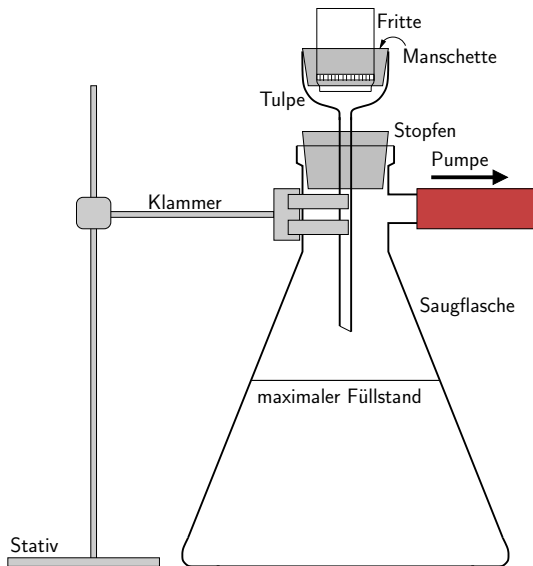
Durchführung

1. Glasfritte abkühlen lassen, wiegen (Ein- und Auswaage auf derselben Waage!).
2. Probelösung verdünnen und Aufkochen (**Siedestab!**).
3. Probelösung abkühlen ($<80^{\circ}\text{C}$).
4. **Vorsichtig!** Fällungsreagenz (DADO-Lsg.) zugeben (**ACHTUNG!** spontane Selbstentzündung möglich).
5. ggf. entstandenen Niederschlag mit möglichst wenig verdünnter HCl auflösen, ständig rühren.
6. konz. NH_3 zugeben, pH 8-9 einstellen (rühren).
7. Probe abgedeckt (+**Siedestab!**) für 1h im Wasserbad erhitze (ca. 80°C).
8. Niederschlag abfiltrieren, waschen ($\text{H}_2\text{O}_{\text{dest.}}$), trocknen (Trockenschrank, 120°C , 2-4h), wiegen, Ni-Gehalt der Probe berechnen.

II/9: Gravimetrische Bestimmung von Ni

└ Quantitative Bestimmung von Ni

└ Durchführung



Auswertung

- ▶ $m\left(\text{Ni}_{(\text{aq})}^{2+}\right) = m(\text{Ni}) = F \cdot m\left([\text{Ni}(\text{DADO})_2]_{(\text{s})}\right).$
- ▶ $F = \frac{M(\text{Ni})}{M([\text{Ni}(\text{DADO})_2])} = \frac{58.693 \text{ g/mol}}{288.91 \text{ g/mol}} = 0.2032.$
- ▶ “... Die Probe enthält xx.x mg Ni.”

Tipps

- ▶ zügig arbeiten (einstündiges Erwärmen im Wasserbad idealerweise über die Mittagspause).
- ▶ sauber arbeiten (Fe^{3+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Pb^{2+} und Bi^{3+} stören).
- ▶ auf pH-Werte achten!
- ▶ VORSICHTIG Vakuum ziehen.
- ▶ Saugflasche rechtzeitig leeren.
- ▶ Fällung auf Vollständigkeit prüfen.

Gliederung

Einleitung

Gravimetrie

Quantitative Bestimmung von Ni

Theorie

Durchführung

Auswertung

Tipps

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