

# 6. Seminar: Gravimetrische Bestimmung von Nickel

LA-AGP 2019

Katharina Köhler

# Gliederung

## Einleitung

Gravimetrie

Beispiel

## 3. Quantitative Analyse

Durchführung

Sonstiges

Literatur

# Gliederung

## Einleitung

Gravimetrie

Beispiel

## 3. Quantitative Analyse

Durchführung

Sonstiges

Literatur

# Einleitung

Ziel:

## Einleitung

### Ziel:

- Beantwortung der Frage wie viel eines gesuchten Stoffes in einer Probe enthalten ist.

### Methode:

## Einleitung

### Ziel:

- Beantwortung der Frage wie viel eines gesuchten Stoffes in einer Probe enthalten ist.

### Methode:

- Gravimetrie bzw. Gewichtsanalyse

## Pros and cons

Vorteile:

## Pros and cons

### Vorteile:

- ⊕ Absolutbestimmung

### Nachteile:



## Pros and cons

### Vorteile:

- ⊕ Absolutbestimmung
- ⊕ Kein Titer

### Nachteile:

## Pros and cons

### Vorteile:

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

### Nachteile:

## Pros and cons

### Vorteile:

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

### Nachteile:

- ⊖ störungsanfällig (pH, mitfällen von Fremdionen)

## Pros and cons

### Vorteile:

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

### Nachteile:

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

## Pros and cons

### Vorteile:

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

### Nachteile:

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

# Gliederung

## Einleitung

Gravimetrie

Beispiel

## 3. Quantitative Analyse

Durchführung

Sonstiges

Literatur

# Gravimetrie

Prinzip:

## Gravimetrie

### Prinzip:

- ▶ Bestimmung der Masse des Reaktionsproduktes einer Fällungsreaktion.



## Gravimetrie

### Prinzip:

- ▶ Bestimmung der Masse des Reaktionsproduktes einer Fällungsreaktion.
- ▶ zur Analyselösung wird eine geeignete Reagenzlösung (Fällungsreagenz) im Überschuss zugegeben.

## 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.

## 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).

## 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

## Vorraussetzungen:

## Vorraussetzungen:

- ▶ Die Fällung muss unter definierten Bedingungen (pH-Wert, Reagenzien, Temperatur) vollständig sein (kleines  $L_p$ ).

## Vorraussetzungen:

- ▶ Die Fällung muss unter definierten Bedingungen (pH-Wert, Reagenzien, Temperatur) vollständig sein (kleines  $L_p$ ).
- ▶ Die Fällungsform muss gut abtrennbar sein.

## Vorraussetzungen:

- ▶ Die Fällung muss unter definierten Bedingungen (pH-Wert, Reagenzien, Temperatur) vollständig sein (kleines  $L_p$ ).
- ▶ Die Fällungsform muss gut abtrennbar sein.
- ▶ Die Wägeform muss eine konstante und bekannte Zusammensetzung aufweisen (kein Kristallwasser o.Ä.).



## Vorraussetzungen:

- ▶ Die Fällung muss unter definierten Bedingungen (pH-Wert, Reagenzien, Temperatur) vollständig sein (kleines  $L_p$ ).
- ▶ 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 (Stabilität, nicht flüchtig, hygroskopisch).

## Berechnung:

## Berechnung:

- Berechnung der gesuchten Masse  $m$  mit stöchiometrischem Umrechnungsfaktor.

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

## 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)

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

# Gliederung

## Einleitung

Gravimetrie

Beispiel

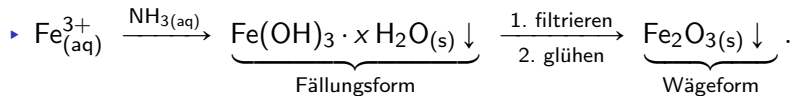
## 3. Quantitative Analyse

Durchführung

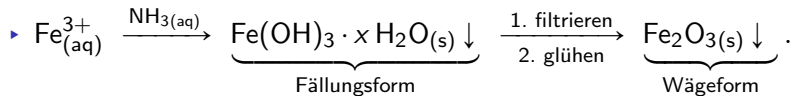
Sonstiges

Literatur

## Beispiel

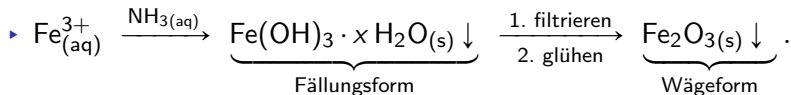


## Beispiel



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

## Beispiel

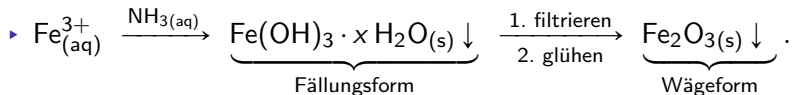


$$\text{▶ } m\left(\text{Fe}_{(\text{aq})}^{3+}\right) = m(\text{Fe}) = F \cdot m\left(\text{Fe}_2\text{O}_{3(\text{s})}\right) .$$

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



## 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.*

# Gliederung

Einleitung

Gravimetrie

Beispiel

3. Quantitative Analyse

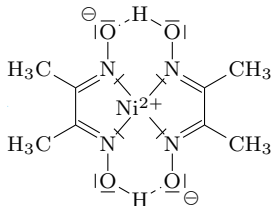
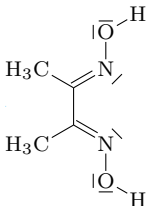
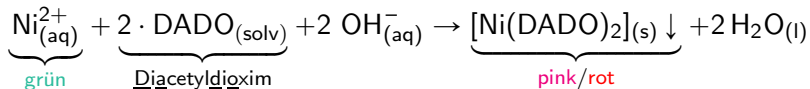
Durchführung

Sonstiges

Literatur

# Gravimetrische Bestimmung von Nickel

## Reaktionsgleichung:

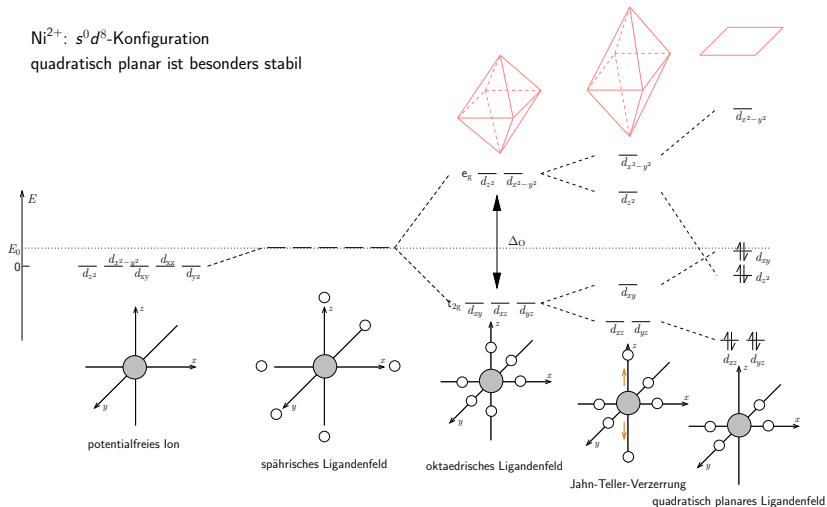


- ▶ *pH-Wert 8-9!*
- ▶ planarer Chelatkomplex

## Erinnerung: Kristallfeldtheorie

$Ni^{2+}$ :  $s^0 d^8$ -Konfiguration

quadratisch planar ist besonders stabil



## Durchführung

1. Glasfritte abkühlen lassen, wiegen (Ein- und Auswaage auf derselben Waage!).

## Durchführung

1. Glasfritte abkühlen lassen, wiegen (Ein- und Auswaage auf derselben Waage!).
2. Probelösung verdünnen und Aufkochen (SIEDESTAB!).

## Durchführung

1. Glasfritte abkühlen lassen, wiegen (Ein- und Auswaage auf derselben Waage!).
2. Probelösung verdünnen und Aufkochen (SIEDESTAB!).
3. Probelösung abkühlen ( $<80^{\circ}\text{C}$ ).

## 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).



## 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.

## 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.
6. konz.  $\text{NH}_3$  zugeben, pH 8-9 einstellen (rühren).

## 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.
6. konz.  $\text{NH}_3$  zugeben, pH 8-9 einstellen (rühren).
7. Probe abgedeckt (+SIEDESTAB) für 1h im Wasserbad erhitze (ca.  $80^{\circ}\text{C}$ ).

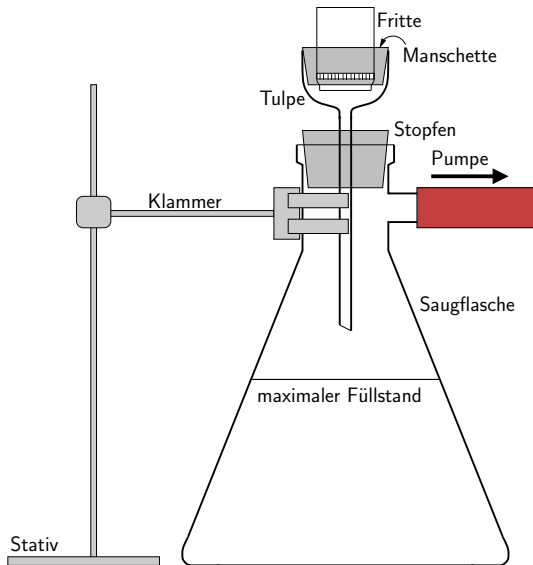
## Durchführung

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.
6. konz.  $\text{NH}_3$  zugeben, pH 8-9 einstellen (rühren).
7. Probe abgedeckt (+SIEDESTAB) für 1h im Wasserbad erhitze (ca.  $80^{\circ}\text{C}$ ).
8. Niederschlag abfiltrieren, waschen ( $\text{H}_2\text{O}_{\text{dest.}}$ ), trocknen (Trockenschrank,  $120^{\circ}\text{C}$ , 2-4h), wiegen, Ni-Gehalt der Probe berechnen.

6. Seminar: Gravimetrische Bestimmung von Nickel

└ 3. Quantitative Analyse

└ Durchführung



## Auswertung

$$\blacktriangleright m\left(\text{Ni}_{(\text{aq})}^{2+}\right) = m(\text{Ni}) = F \cdot m\left([\text{Ni}(\text{DADO})_2]_{(\text{s})}\right).$$

## Auswertung

$$\blacktriangleright m\left(\text{Ni}_{(\text{aq})}^{2+}\right) = m(\text{Ni}) = F \cdot m\left([\text{Ni}(\text{DADO})_2]_{(\text{s})}\right).$$

$$\blacktriangleright F = \frac{M(\text{Ni})}{M([\text{Ni}(\text{DADO})_2])} = \frac{58.693 \text{ g/mol}}{288.91 \text{ g/mol}} = 0.2032.$$

## 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.”



# Gliederung

Einleitung

Gravimetrie

Beispiel

3. Quantitative Analyse

Durchführung

Sonstiges

Literatur

## Sonstiges

- zügig arbeiten (einstündiges Erwärmen im Wasserbad idealerweise über die Mittagspause).

## Sonstiges

- ▶ zügig arbeiten (einstündiges Erwärmen im Wasserbad idealerweise über die Mittagspause).
- ▶ sauber arbeiten ( $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  und  $\text{Bi}^{3+}$  stören).

## Sonstiges

- ▶ zügig arbeiten (einstündiges Erwärmen im Wasserbad idealerweise über die Mittagspause).
- ▶ sauber arbeiten ( $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  und  $\text{Bi}^{3+}$  stören).
- ▶ auf pH-Werte achten!

## Sonstiges

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

## Sonstiges

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

## Sonstiges

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

# Gliederung

## Einleitung

Gravimetrie

Beispiel

## 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