

# 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).



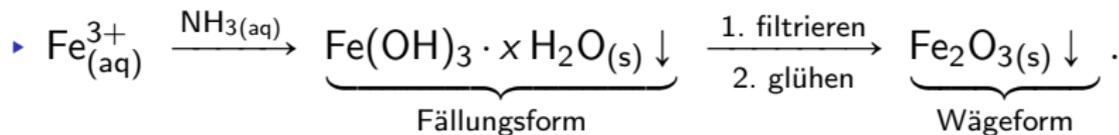
## Berechnung:

- ▶ 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

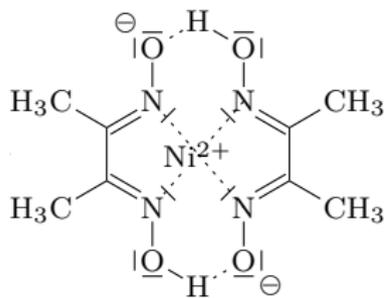
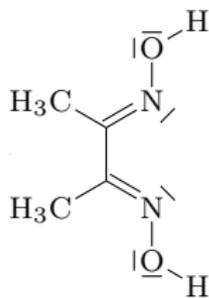
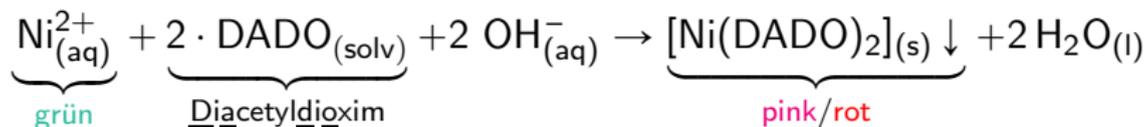
Durchführung

Auswertung

Tipps

Literatur

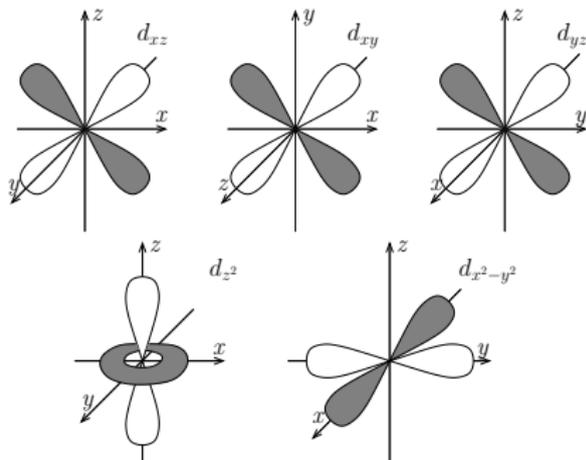
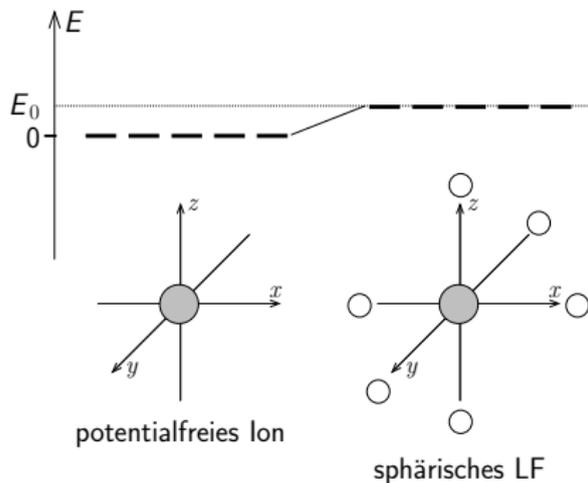
## Theorie



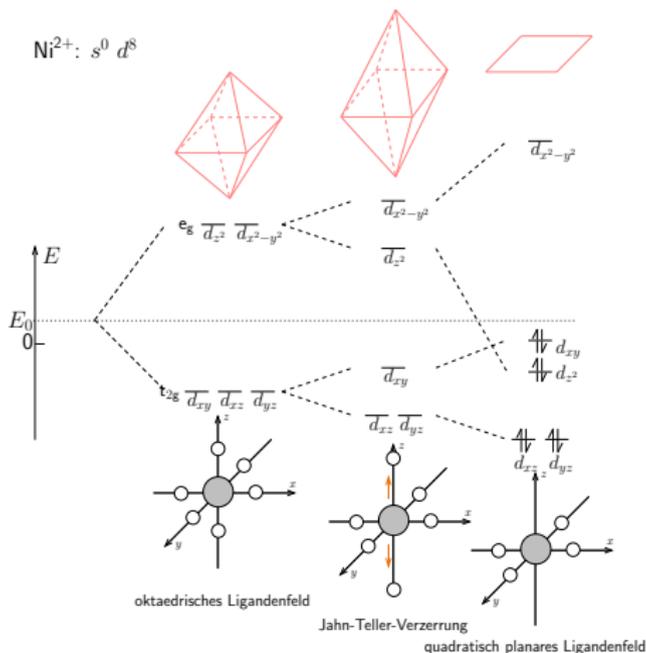
- ▶ **!pH-Wert 8-9!**
- ▶ Ni<sup>2+</sup>: s<sup>0</sup>d<sup>8</sup>, planarer Chelatkomplex

## Einschub: Kristall- und Ligandenfeldtheorie

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



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



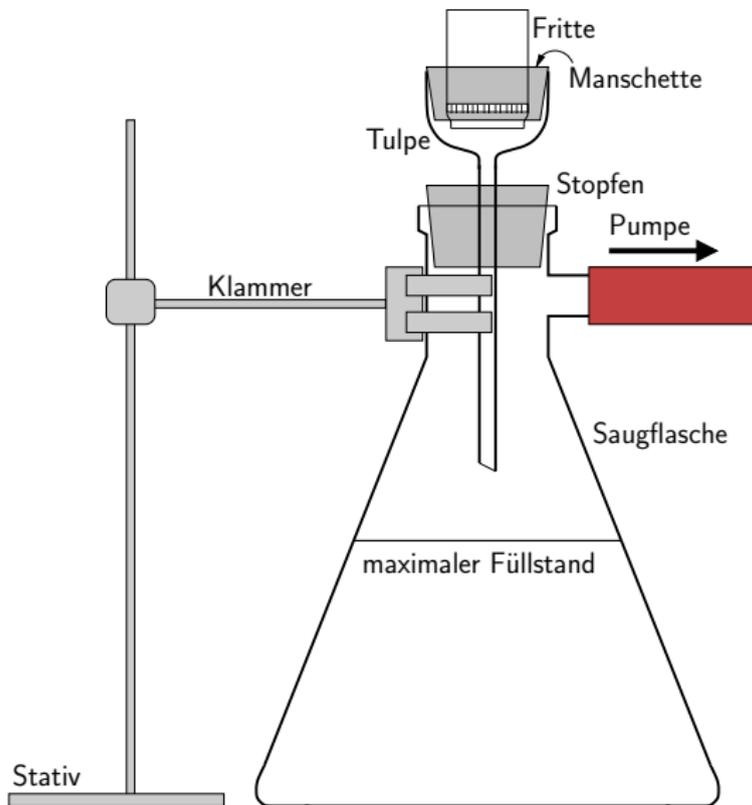
## Durchführung

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.  $\text{NH}_3$  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.

## 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 ( $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  und  $\text{Bi}^{3+}$  stören).
- ▶ auf pH-Werte achten!
- ▶ VORSICHTIG Vakuum ziehen.
- ▶ Saugflasche rechtzeitig leeren.
- ▶ Fällung auf Vollständigkeit prüfen.

# Gliederung

Einleitung

Gravimetrie

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