

7 Praktikumstag

7.1 Titrationsen

allgemeine Vorgehensweise: Messkolben mit der zu bestimmenden Lösung auf genau 100 ml auffüllen (siehe Markierung) und dabei mehrmals schütteln 3 Proben zu genau 25 ml mit einer Vollpipette entnehmen, in einen Erlenmeyerkolben geben, verdünnen und den jeweiligen Indikator zugeben.

7.1.1 Alkalimetrische Bestimmung der Schwefelsäure (SO_4^{2-})

25 ml der Probelösung werden auf ca. 100 ml verdünnt und 5 Tropfen Mischindikator zugesetzt. Die Lösung wird unter Schwenken mit 0.1 n Natronlauge bis zum Farbumschlag titriert. Mischindikator zeigt bei saurer Lösung eine violettblaue, bei alkalischer Lösung eine grüne Färbung. Es gilt: 1 ml 0.1 n NaOH entspricht mg SO_4^{2-} .

Messungen Wir haben 3 Messungen gemacht. Wir benutzen den Mittelwert.

Messung 1: 7,5 ml NaOH

Messung 1: 7,2 ml NaOH

Messung 1: 7,2 ml NaOH

Mittelwert: $\frac{\sum_{n=1}^3 m_n}{n} \pm \sqrt{\frac{\sum_{n=1}^3 (M - m_n)^2}{n \cdot (n-1)}} = (7,3 \pm 0,1) \text{ ml}$

Rechnung:

$$\begin{aligned}
 m(\text{SO}_4^{2-}) &= \frac{1}{2} V(\text{NaOH}) \cdot c(\text{NaOH}) \cdot M(\text{SO}_4^{2-}) \cdot 4 \\
 &\pm \sqrt{\left(\frac{1}{2} \delta V(\text{NaOH}) \cdot c(\text{NaOH}) \cdot M(\text{SO}_4^{2-}) \cdot 4\right)^2} \\
 &= \frac{1}{2} \cdot 7,3 \cdot 10^{-3} \text{ L} \cdot 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \cdot 96,1 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \cdot 4 \pm 2 \text{ mg} \\
 &= (140 \pm 2) \text{ mg}
 \end{aligned}$$

7.1.2 Komplexometrische Bestimmung von Zink (Zn^{2+} -Ionen)

25 ml der neutralen Probelösung werden auf ca. 100 ml verdünnt, danach die Pu ertablette zugegeben und durch Schwenken des Erlenmeyerkolbens gelöst. Nun wird unter Schwenken des Kolbens so viel konz. Ammoniak zugegeben, bis die Lösung eine rote Farbe angenommen hat (ca. 25 ml). (Der Mischindikator Eriochromschwarz T ist in der Pu ertablette zusammen mit NH_4Cl enthalten. Um eine Pu erwirkung zu erreichen, ist nach Zugabe der Pu ertablette zur Lösung noch die Zugabe einiger ml konz. Ammoniaks erforderlich.) Hierauf wird die Probe mit 0.1 n Ethylendiamintetraessigsäure (EDTA) titriert, bis der Indikator von rot nach grün umschlägt. Wegen des verhältnismäßig langsamen Ablaufs der Komplexbildungsreaktion ist es ratsam, in der Nähe des Endpunktes besonders langsam zu titrieren! Es gilt : 1 ml 0.1 n EDTA entspricht mg Zn.

Ethylendiamintetraessigsäure: Valenzstrichformel

Messungen Wir haben 3 Messungen gemacht. Wir benutzen den Mittelwert.

Messung 1: 6 ml EDTA

Messung 1: 5,9 ml EDTA

Messung 1: 5,6 ml EDTA

Mittelwert:
$$\frac{\sum_{n=1}^3 m_n}{n} \pm \sqrt{\frac{\sum_{n=1}^3 (M - m_n)^2}{n \cdot (n-1)}} = (5,8 \pm 0,1) \text{ ml}$$

Rechnung:

$$\begin{aligned} m(\text{Zn}^{2+}) &= V(\text{EDTA}) \cdot c(\text{EDTA}) \cdot M(\text{Zn}^{2+}) \cdot 4 \\ &\pm \sqrt{(\delta V(\text{EDTA}) \cdot c(\text{EDTA}) \cdot M(\text{Zn}^{2+}) \cdot 4)^2} \\ &= 5,8 \cdot 10^{-3} \text{ L} \cdot 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \cdot 65,4 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \cdot 4 \pm 3 \text{ mg} \\ &= (152 \pm 3) \text{ mg} \end{aligned}$$

7.2 Vorproben

Oxidationsschmelze Beim Erhitzen wurde die Schmelze rot. Wir sind nicht sicher, ob sich hierbei um ein Glühen oder eine Färbung handelt. Nach dem Abkühlen ist die Schmelze schwarz. Sie löst sich nicht in Wasser, das Wasser ändert nicht die Farbe. Die Schmelze setzt sich als Feststoff am Boden ab.

Phosphorsalzperle Die Perle ist blau bis dunkelblau.

Flammenfärbung Die Flammenfärbung ist orange.

Lösungsversuche

Wasser Das Wasser wird durch Zugabe des Stoffes leicht trüb. Es setzt sich ein schwarzer Feststoff ab. Nicht erkennbar dass sich etwas löst.

verd. Salzsäure Die Lösung ist stark braun, einige Blasen steigen auf. Nur wenig Feststoff bleibt zurück.

Kochen Das Aufkochen der beiden Lösungen hat keine Veränderungen gezeigt.

7.3 Anionentrennung

Carbonat Eine Spatelspitze Analysensubstanz wird mit verd. Salzsäure versetzt. Bei Anwesenheit von Carbonat zeigt sich die Entstehung von Kohlendioxid-Gas durch Blasenentwicklung. Das Gas wird durch Einleiten in Barytwasser nachgewiesen, wo es eine Trübung von Bariumcarbonat hervorruft, die sich bei Verdünnung nicht löst, wohl aber bei Zusatz von verd. Salzsäure.

Carbonat konnte nachgewiesen werden.

Sulfat Man säuert 2-4 ml des Filtrats vorsichtig (es schäumt !!!) mit verd. Salzsäure an und gibt, sobald die Lösung sauer ist (mit pH-Papier prüfen!), wenige ml Bariumchlorid-Lösung hinzu. Bei Anwesenheit von Sulfat-Ionen fällt Bariumsulfat als weißer Niederschlag aus, der sich weder beim Verdünnen, noch in konz. Salzsäure löst.

Sulfat konnte nicht nachgewiesen werden.

Chlorid Man säuert 2-4 ml des Filtrats mit verd. Salpetersäure an und gibt einige Tropfen Silbernitrat-Lösung hinzu. Bei Anwesenheit von Chloridionen fällt Silberchlorid aus, das sich in einem Überschuss aus konz. Ammoniak, nicht jedoch in konz. Salpetersäure löst.

Chlorid konnte nachgewiesen werden.

Nitrat Man säuert 2-4 ml des Filtrats mit verd. Schwefelsäure an, gibt wenig festes Eisen(II)sulfat zu und „unterschichtet“ die Lösung bei schräg gehaltenem Reagenzglas vorsichtig mit 1 ml konz. Schwefelsäure (Ringprobe!).

Das Eisen(II)sulfat löst sich auf und die Lösung wird farblos. Durch Zugeben von Schwefelsäure schäumt die Lösung auf. Die Ringprobe ist negativ, es konnte kein Nitrat nachgewiesen werden.

7.4 weitere Beobachtungen

Der PH-Wert der Wasserlösung wurde mit 5 bestimmt. Ammoniak konnte nicht nachgewiesen werden (Porzelschalen mit Natronlauge und Indikatorpapier).