

Analytisches Praktikum
1. Semester



FH MÜNSTER
University of Applied Sciences



FB Chemieingenieurwesen
Department of Chemical Engineering

Fachbereich Chemieingenieurwesen
Labor für Anorganische Chemie
und Angewandte Materialwissenschaft

Versuchsvorschriften

Gravimetrie

Bestimmung von Nickel

Sie erhalten eine Lösung, die 100 – 200 mg Nickel enthält und im Messkolben auf exakt 100 ml aufgefüllt wird.

Arbeitsvorschrift:

Man pipettiert 20 ml der Probelösung in ein 400 ml Becherglas, verdünnt auf ca. 200 ml und erwärmt auf 80 °C. (Becherglas dabei mit Uhrglas bedecken) Danach lässt man unter Rühren langsam 25 ml einer 1%igen alkoholischen Dimethylglyoximlösung aus einem Messzylinder zutropfen. Anschließend werden 4-6 ml halbkonz. Ammoniaklösung unter Rühren hinzugefügt, bis der pH-Wert 8-9 beträgt. (mit pH-Papier prüfen!) Es wird auf Vollständigkeit der Fällung mit 0,5 ml Reagenz geprüft und zur Alterung des Niederschlags noch eine Stunde bei 80 °C stehengelassen. Anschließend wird die Lösung über einen vorher konstant gewogenen G3 Glasfildertiegel filtriert. Das Filtrat fängt man mit der Saugflasche auf: es wird zum quantitativen Einspülen der Niederschlagsreste in den Fildertiegel verwendet. Der Niederschlag wird mit 10 ml warmen und 20 ml kaltem Wasser (messen!) gewaschen. Der gewaschene Niederschlag wird ca. eine Stunde im Trockenschrank bei 110 °C getrocknet und danach in Abständen von etwa 30 Minuten bis zur Massenkonstanz gebracht. Nach Abkühlen auf Zimmertemperatur wird die Auswage bestimmt. Ergänzend lässt sich zur Nickelbestimmung sagen, dass der Niederschlag in heißem Wasser merklich löslich ist, und deshalb nur mit möglichst wenig heißem Wasser gewaschen werden darf.

Wägeform $\text{Ni}(\text{C}_4\text{H}_7\text{O}_2\text{N}_2)_2$ - gesuchte Form Ni $F = 0,20319$

Komplexometrie

Titerbestimmung: EDTA-Lsg.

Es werden exakt 20 ml der Magnesium-Standard-Lsg. in einen Erlenmeyerkolben pipettiert und auf ca. 100 ml aufgefüllt. Nach Zugabe von 5 ml Pufferlösung und ca. 0,25 g Indikator-Verreibung (Erio T / Methylorange) (Laborwaage – nicht Analysenwaage) wird diese mit der ausstehenden EDTA-Maßlösung titriert (Farbumschlag von Rot nach Graugrün).

Bestimmung von Aluminium

Titerbestimmung: ZnSO_4 -Lsg.

Es werden ebenfalls 20 ml einer selbst angesetzten ZnSO_4 -Lsg. und mit der vorher bestimmten EDTA-Lsg. titriert. Vorgehensweise wie oben.

Arbeitsvorschrift:

Sie erhalten eine Probelösung, die 100 - 200 mg Aluminium enthält und im Meßkolben auf 100 ml aufgefüllt wird. Man pipettiert 20 ml der Probelösung in einen 250 ml Erlenmeyerkolben, pipettiert 20 ml 0,1 mol/l EDTA-Lsg. und 1 ml 1 mol/l HCl dazu und füllt auf 100 ml auf. Dann erhitzt man ca. 10 min. bis zum Aufkochen der Lösung. Nach dem Abkühlen wird mit 2-3 vollen Spateln Natriumacetat auf einen pH-Wert von 5-6 eingestellt. (Die Lösung muß gut gepuffert werden) Nach Zugabe einer Spatelspitze (30-50 mg) Xylenorange - Indikatorverreibung wird mit 0,1 mol/l ZnSO_4 - Lösung von Gelb nach Rot titriert.

1 ml 0.1 mol/l EDTA entspricht x mg Al

Bestimmung von Magnesium

Sie erhalten eine Lösung, die 100 – 250 mg Magnesium enthält. Diese Lösung wird im Messkolben auf genau 100 ml aufgefüllt.

Arbeitsvorschrift:

Man pipettiert 20 ml der Probelösung in einen 250 ml Erlenmeyerkolben und verdünnt auf ca. 100 ml.

Die Probelösung wird mit 5 ml der bereitgestellten Pufferlösung und ca. 0,25 g Indikator-Verreibung (Erio T / Methylorange) versetzt (Laborwaage – nicht Analysenwaage!). Danach wird mit 0,1 mol/l EDTA-Lösung bis zum Farbumschlag von Rot nach Graugrün titriert. Aufgrund der geringen Geschwindigkeit der Komplexbildung muss in der Nähe des Äquivalenzpunktes langsam titriert werden.

1 ml 0,1 mol/l EDTA entspricht x mg Mg

Volumetrie

Bestimmung von Borsäure

Titerbestimmung: NaOH-Lsg.

Es wird eine vorher errechnete Menge Benzoesäure abgewogen und in einem Erlenmeyerkolben mit 100 ml einer Mischung aus H₂O und Ethanol (1:1) aufgelöst. Nach Zugabe von 3 Tropfen Phenolphthalein titriert man mit der ca. 0,1 mol/l NaOH bis zur schwachen Rosafärbung.

1 ml 0,1 mol/L NaOH = 12.2120 mg Benzoesäure

Sie erhalten eine Lösung, die 350 – 600 mg H₃BO₃ enthält und verdünnen diese im Messkolben auf 100ml.

Arbeitsvorschrift:

Da die Borsäure eine sehr kleine Säurekonstante hat, die die Farbe von Methylorange nicht verändert, wird durch Zusatz von mehrwertigen Alkoholen die Säurekonstante durch Komplexbildung gesteigert, so dass sie sich wie eine mittelstarke Säure gegen Phenolphthalein titrieren lässt.

Bei Verwendung von Mannitol (C₆H₁₄O₆) werden 20 ml der Analysenlösung mit dest. Wasser auf 100 ml verdünnt, mit 3,6 g Mannit und 3-4 Tropfen Phenolphthalein versetzt und bis zur schwachen Rosafärbung titriert.

1ml 0,1 mol/l NaOH-Lsg entspricht x mg H₃BO₃

Bestimmung von Kupfer

Titerbestimmung: Na₂S₂O₃-Lsg.

Man wiegt 70 – 80 mg KIO₃ ab und löst es in ca. 200 ml H₂O im Erlenmeyerkolben. Nach Zugabe von etwa 1 g KJ wird mit 5 ml konz. H₂SO₄ angesäuert und mit der Na₂S₂O₃-Lsg. bis zur vollständigen Entfärbung titriert.

1 ml Na₂S₂O₃-Lsg. (0,1 mol/l) entspricht 3,567 mg KIO₃

Sie erhalten im Meßkolben eine Lösung, die 300 - 600 mg Kupfer enthalten kann. Füllen Sie den Meßkolben mit dest. Wasser auf exakt 100 ml auf.

Arbeitsvorschrift:

Man pipettiert 20 ml der Probe in einen Erlenmeyerkolben und verdünnt auf ca. 100 ml. Nach dem Ansäuern mit 10 ml konz. Schwefelsäure und Erkalten der Lösung wird mit 10 ml 1%iger KJ und 10%iger KSCN (ist als eine Lösung fertig angesetzt) versetzt. Sofort im Anschluß wird das ausgeschiedene Jod solange mit 0,1 mol/l Na₂S₂O₃ titriert, bis die Lösung nur noch schwach gefärbt ist. Nach Zusatz von 2 ml Stärkelösung wird schließlich langsam zum hellgrau-blauen Endpunkt titriert. (maximale Helligkeit)

1 ml 0,1 mol/l Na₂S₂O₃ entspricht x mg Cu

Stärkelösung: 1 g lösliche Stärke werden mit wenig H₂O zu einem Brei verrieben, mit ca. 200 ml H₂O versetzt und einige Minuten gekocht. Ungelöste Anteile läßt man absitzen.

Bestimmung von Chlorid als Silberchromat

Titerbestimmung: AgNO₃-Lsg.

Es wird eine vorher errechnete Menge NaCl abgewogen und in einem 250 ml Messkolben gelöst und aufgefüllt. Es sollte so viel NaCl enthalten sein, dass sich bei einem Abnahmevolumen von 20 ml (nicht verdünnen) ein Verbrauch von 15 ml 0,01 mol/L AgNO₃-Lsg. ergibt. Die Titration beginnt nach Zugabe von 2 ml 5%iger K₂CrO₄-Lsg. als Indikator.

Sie erhalten eine Lösung, die 20-40 mg Chlorid enthält. Die Lösung wird im 100 ml Meßkolben exakt aufgefüllt.

Arbeitsvorschrift:

Man pipettiert 20 ml Probelösung in einen 250 ml Erlenmeyerkolben und versetzt mit 2 ml 5%iger Kaliumchromatlösung (nicht weiter verdünnen!). Die zitronengelbe Lösung wird dann mit 0,01 mol/l Silbernitrat titriert, bis das entstehende rotbraune Silberchromat nicht mehr in Lösung geht und zu einer dauerhaften leichten Verfärbung („Orangensaft“) führt.

1 ml 0,01mol/l AgNO₃ entspricht x mg Chlorid

Bestimmung von Oxalsäure

Titerbestimmung: KMnO_4 -Lsg.

Es werden 100 – 140 mg Natriumoxalat eingewogen und in ca. 200 ml H_2O gelöst. Angesäuert wird mit 5 ml konz. H_2SO_4 und anschließend auf ungefähr 80 °C erwärmt. Die Titration mit der 0,02 mol/l KMnO_4 ist beendet, wenn eine bleibende schwache Rosafärbung auftritt.

Sie erhalten eine Lösung, die 300–600 mg Oxalsäure enthält. Die Lösung wird im 100 ml Meßkolben exakt aufgefüllt.

Arbeitsvorschrift:

Man pipettiert 20 ml Probelösung in einen 250 ml Erlenmeyerkolben und verdünnt auf ca. 100 ml. Danach wird diese mit 5 ml konz. Schwefelsäure versetzt und auf 75-85 °C erwärmt. Es wird tropfenweise auf den Endpunkt der Titration, einer bleibenden schwach rotviolettten Färbung mit KMnO_4 0,02 mol/l titriert.

1 ml 0,02 mol/l KMnO_4 entspricht x mg Oxalsäure

Herstellung der Maßlösungen für die Analysen: (je 1 Liter für jede Bank herstellen)

0.1 mol/l NaOH
0.02 mol/l KMnO_4
0.1 mol/l ZnSO_4
0.1 mol/l $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
0.1 mol/l EDTA
Stärkelösung (200 ml)

Musterprotokoll

Name:.....

Datum:.....

Volumetrische / gravimetrische Bestimmung von.....
(Wiederholung?)

I. a) Reaktionsprinzip:

Beschreibung stichpunktartig:

.....

b) Reaktionsgleichung: Titerbestimmung

.....

c) Reaktionsgleichung: Titration

.....

II. Titerbestimmung: (mindestens drei Bestimmungen)

Einwaagen in mg, Soll-und Istwerte in ml, berechneter Titer und Durchschnittswert

III. Titration: (mindestens drei Bestimmungen)

Verbrauch: 1. Titration:ml

2. Titration:ml

3. Titration:ml

Mittelwert:ml

IV.Rechnung :

$$m = V * F * T * N$$

Titer T :

Vorlage :ml

Entnahmefaktor N : 5 oder 10 (20 / 10 ml)

Faktor F :mg/ml

Masse m : der zu bestimmenden Probe in mg

IV. Ergebnis :

XXX mg / 100ml