

Chemisches Praktikum

Experiment 22:

Bestimmung des Eisengehalts einer Eisensalzlösung (maßanalytisch) durch Oxidation mit Cersulfatlösung (IV) der Konzentration $c = 0,1 \text{ mol/ltr}$.

Arbeitsvorgang:

Aus der vom Dozent gestellten Probelösung werden mit einer Pipette möglichst genau 10 ml in ein Erlenmeyerkolben (200 ml) gegeben. Anschließend wird die zu untersuchende Flüssigkeit mit Deionat auf etwa 50 ml aufgefüllt und gibt dazu ca. 2-3 Tropfen des Redox-Indikators Ferroin hinzu. (Das Deionat verfälscht das Messergebnis nicht, da immer noch die gleiche Anzahl der Reaktionsteilchen vorhanden sind. Deionat ist bei der Reaktion nicht beteiligt.)

Nach Aufbau der 25 ml Bürette, wird diese mit der Cer(IV)-sulfatlösung befüllt und der Füllstand festgehalten. Nun wird unter gleichmäßigem schwenken des Kolbens das Cer(IV)-sulfatlösung zugetropft, bis sich die zu untersuchende Flüssigkeit blaßblau färbt. Verfärbt sich die Flüssigkeit grün wurde übertitriert. Der Verbrauch der Cer(IV)-sulfatlösung wird nun abgelesen.

Nach Erreichen des Endpunkts wird der Versuch wiederholt um das erste Ergebnis zu überprüfen, da hier oft übertitriert wird.

Auswertung:

Bei der Reaktion handelt es sich um eine Oxidation-Reduktion.

Der Indikator dient als Hilfsmittel um erkennen zu können, wann das Gleichgewicht erreicht wurde.

1.Versuchsergebnis:

Cer(IV)-sulfatlösung:	Konzentration:	c_1	0,05 mol/ltr
	Volumen:	V_1	10,9 ml
	Wertigkeit:	W_1	1
Eisensalzlösung:	Konzentration:	c_2	x mol/ltr
	Volumen:	V_2	10 ml
	Wertigkeit:	W_2	1

Konzentrationsberechnung der Eisensalzlösung:

$$\begin{aligned} \text{Es gilt:} \quad c_1 * V_1 * W_1 &= c_2 * V_2 * W_2 \\ c_2 &= (c_1 * V_1 * W_1) / (V_2 * W_2) \\ c_2 &= 0,0545 \text{ mol/ltr} \end{aligned}$$

2.Versuchsergebnis:

Cer(IV)-sulfatlösung:	Konzentration:	c_1	0,05 mol/ltr
	Volumen:	V_1	10,6 ml
	Wertigkeit:	W_1	1
Eisensalzlösung:	Konzentration:	c_2	x mol/ltr
	Volumen:	V_2	10 ml
	Wertigkeit:	W_2	1

Konzentrationsberechnung der Eisensalzlösung:

Es gilt:

$$c_1 * V_1 * W_1 = c_2 * V_2 * W_2$$

$$c_2 = (c_1 * V_1 * W_1) / (V_2 * W_2)$$

$$c_2 = 0,053 \text{ mol/ltr}$$

Experiment 23:

Bestimmung des Eisengehalts einer Eisensalzlösung visuell und photometrisch über die rote Verbindung Fe(SCN)₃. Der visuelle Vergleich erfolgt über separat hergestellte Vergleichslösungen.

Arbeitsvorschrift:

1. Aufstellen der Vergleichsreihe:

Pro Tischreihe werden jeweils 10 ml folgender Konzentrationen: 5mg, 4mg, 3mg, 2mg, 1mg und 0,5mg Fe³⁺/ltr in ein sauberes Reagenzglas gefüllt und anschließend mit 1 ml Thiocyanatlösung versetzt.

2. Aufbereitung der Fe³⁺ Lösung:

Die in einem 50 ml Messkolben (Nummer 8) befindende Lösung wird auf 50 ml mit Deionat aufgefüllt.

Diese Lösung wird in einem Verhältnis 1:9 weiter mit Deionat verdünnt, indem man davon 10 ml in einen 200 ml Messkolben pipettiert und die Restlichen 180 ml wieder mit Deionat auffüllt.

Von der nun entstandenen Lösung werden 10 ml entnommen und in ein Reagenzglas gefüllt, in das wiederum 1 ml Thiocyanatlösung gegeben wird.

3. Visueller Vergleich:

Die Vergleichsreihe wird vor einem Lichtkasten aufgestellt und die zu untersuchende Lösung einer Konzentration zugeordnet.

Nach Augenmaß ergibt sich hieraus eine Konzentration zwischen 3mg und 4mg Fe³⁺/ltr, wobei die zu untersuchende Lösung eher zu 3 mg Fe³⁺/ltr tendiert.

Als Schätzwert ergibt sich so eine Konzentration von etwa 3,25 mg Fe³⁺/ltr.

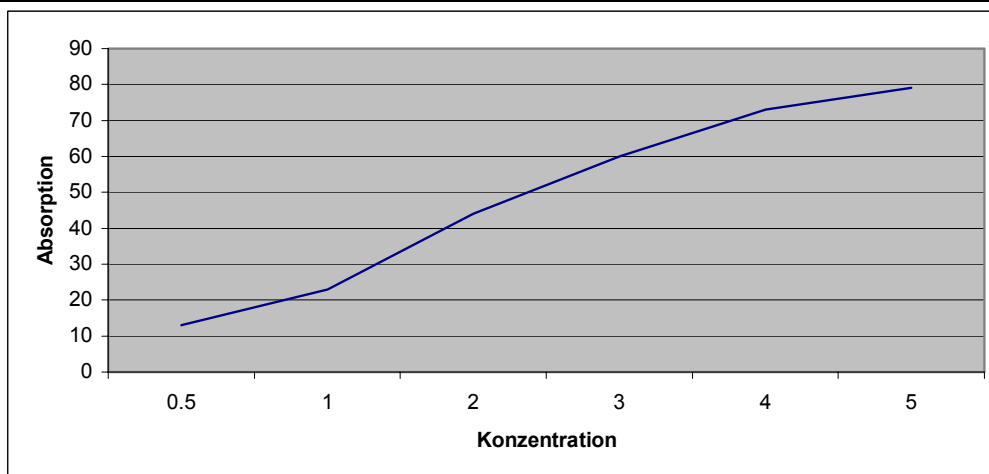
4. Photometrischer Vergleich:

Das Photometer wird auf einen Filter mit 500nm eingestellt (Komplementärfarbe).

Zunächst erstellt man eine Nulllösung die nur die Komponenten: 10 ml Deionat (und 1ml Thiocyanatlösung) enthalten. Damit wird das Photometer auf Null geeicht. (Vorsicht: Küvetten nur am oberen Rand anfassen um Verunreinigungen zu vermeiden!)

Nun werden die erstellten Vergleichslösungen (zuvor ebenfalls in Küvetten umgefüllt) der Reihe nach gemessen und die Werte notiert.

Konzentration:	0,5	1	2	3	4	5
Absorption in %	13	23	44	60	73	79



Zuletzt wird die Probelösung gemessen. Hiefür erhält man eine Absorption von 61 %.

Daraus lässt sich aus dem erstellten Diagramm eine Konzentration von 3 mg Fe³⁺/ltr ablesen.