

6. Protokoll

- Gravimetrie -

Thema/Aufgabe:

Gravimetrische Bariumbestimmung durch Fällung mit Schwefelsäure

Arbeitsvorschrift:

In eine siedende Lösung aus 200mL Wasser und 5mL verdünnter (0,25 molarer) Schwefelsäure wird die auf etwa 50mL verdünnte Probelösung langsam zugefügt (Becherglas gut mit Wasser nachspülen). Man lässt den Niederschlag über Nacht stehen und dekantiert dann über eine Porzellanfritte C1. Der Niederschlag wird mit kaltem Wasser gewaschen und anschließend im Muffelofen bei 500 bis 600°C bis zur Gewichtskonstanz gegläht.

Theoretische Grundlagen der Analyse:

Das Prinzip der gravimetrischen Methode besteht darin, daß der zu bestimmende Stoff (hier Barium) in eine schwerlösliche Verbindung bekannter Zusammensetzung überführt (BaSO_4), der Niederschlag von anhaftenden Verunreinigungen befreit und gewogen wird. Aus der Masse des Niederschlages und seiner Zusammensetzung läßt sich der Anteil des zu bestimmenden Stoffes berechnen.

Im Fall des Bariums ist die Form der gefällten Verbindung, die Fällungsform, nicht direkt zur Auswaage geeignet, weil der Niederschlag eine, von der Fällungsbedingung abhängige Zusammensetzung hat, die nicht genau bekannt ist ($\text{BaSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$). Die Fällungsform muß daher vor der Wägung durch geeignete Behandlung (Glühen im Muffelofen) in eine definiert zusammengesetzte Verbindung, die Wägeform, überführt werden.

Entsorgung:

Die festen Rückstände werden in den Sammelbehälter für mindergiftige anorganische Rückstände gegeben. Die Filtrate können dem Abwassernetz zugeführt werden.

Geräte/Chemikalien:

Stoff	Symbol	R-Sätze	S-Sätze
H_2SO_4 (0,2M)	C	R 35	S 26-30-36/37/39-45

- Maßkolben (100ml)
- Becherglas
- Erlenmeyerkolben
- Messzylinder
- Saugflasche mit Nutsche
- Porzellanfritten C1
- Heizplatte

Messwerte:

Nr.	gewichtskonstanter Tiegel	gewichtskonstanter Tiegel mit Niederschlag	Δx
1	22,62625 g	22,7831 g	0,15685 g
2	23,42295 g	23,5804 g	0,15745 g
3	23,3591 g	23,51515 g	0,15405 g

Berechnung

durchschnittliche Ausbeute an BaSO_4 : $\bar{x} = 156 \text{ mg}$

$$n(\text{BaSO}_4) = \frac{\bar{x}}{M(\text{BaSO}_4)}$$

$$n(\text{BaSO}_4) = \frac{0,156 \text{ g}}{233,396 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}$$

$$n(\text{BaSO}_4) = n(\text{Ba}) = 6,68469 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

$$m(\text{Ba}) = n(\text{Ba}) \cdot M(\text{Ba}) \cdot 5$$

$$m(\text{Ba}) = 6,68469 \cdot 10^{-4} \text{ mol} \cdot 137,33 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \cdot 5$$

$$m(\text{Ba}) = \underline{\underline{459 \text{ mg}}}$$

\Rightarrow Somit befinden sich in der Probelösung 459 mg Barium.