

## 6. Protokoll

### - Gravimetrie (Sulfat) -

#### Thema/Aufgabe:

Gravimetrische Bestimmung von Sulfat als Bariumsulfat

#### Arbeitsvorschrift:

Der Niederschlag muss langsam abgeschieden werden, da er sonst zu feinkörnig und dadurch schlecht filtrierbar anfällt.

Zur Sulfatbestimmung wird die Probe (20mL der Analysenlösung) mit 5mL verdünnter HCl angesäuert, auf etwa 100mL verdünnt und in der Siedehitze tropfenweise unter Rühren mit BaCl<sub>2</sub>-Lösung versetzt. Man lässt den Niederschlag über Nacht stehen, dann wird dekantierend über eine Porzellanfritte abgesaugt. Gewaschen wird mit kaltem Wasser und anschließend im Muffelofen bei 600°C bis zur Gewichtskonstanz geglüht.

#### Theoretische Grundlagen der Analyse:

Das Prinzip der gravimetrischen Methode besteht darin, daß der zu bestimmende Stoff (hier Sulfat) in eine schwerlösliche Verbindung bekannter Zusammensetzung überführt (BaSO<sub>4</sub>), 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 Sulfats 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 (BaSO<sub>4</sub> · x H<sub>2</sub>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
Bariumchlorid (BaCl <sub>2</sub> )	T	R 20-25	S 45
verd. Salzsäure (HCl)	Xi	R 36/37/39	S 26

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

#### Messwerte:

Nr.	gewichtskonstanter Tiegel	gewichtskonstanter Tiegel mit Niederschlag	Δ x
1	18,8534g	19,0138g	0,1604g
2	19,5400g	19,7025g	0,1625g
3	19,3348g	19,4986g	0,1638g

#### Berechnung

durchschnittliche Ausbeute an BaSO<sub>4</sub>:  $\bar{x} = 162,2\text{mg}$

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

$$n(\text{BaSO}_4) = \frac{0,1622\text{g}}{233,391\text{g/mol}}$$

$$n(\text{BaSO}_4) = n(\text{SO}_4) = 6,9497 \cdot 10^{-4}\text{mol}$$

$$m(\text{SO}_4) = n(\text{SO}_4) \cdot M(\text{SO}_4) \cdot 5$$

$$m(\text{SO}_4) = 6,9497 \cdot 10^{-4}\text{mol} \cdot 96,064\text{g/mol} \cdot 5$$

$$m(\text{SO}_4) = \underline{\underline{333,81\text{mg}}}$$

⇒ Somit befinden sich in der Probelösung 333,81mg Sulfat.

#### Datum/Unterschrift: