



TECHNISCHE UNIVERSITÄT
CHEMNITZ

CHEMISCHES GRUNDPRAKTIKUM

Protokoll
«CfP7 - Gravimetrische Bestimmung von Eisen als
Eisen(III)-oxid»

Martin Wolf

<martin.wolf@hrz.tu-chemnitz.de>

Betreuerin: Frau Sachse

Datum: 02.06.2006
8:00 Uhr bis 12:00 Uhr

Unterschrift, Martin Wolf

1 Allgemeine Grundlagen

Die quantitative Analyse von Stoffgemischen auf der Grundlage chemischer Reaktionen kann prinzipiell auf zwei Wegen erfolgen:

1. maßanalytische Methode
2. gravimetrische Methode

Beide beruhen letzten Endes auf der Benutzung der Waage. Das Prinzip der gravimetrischen Methode besteht darin, daß der zu bestimmende Stoff in eine schwerlösliche Verbindung bekannter Zusammensetzung überführt, 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. In vielen Fällen ist die Form der gefällten Verbindung, die „Fällungsform“, nicht direkt zur Auswaage geeignet, weil der Niederschlag nicht stabil oder seine Zusammensetzung von den Fällungsbedingungen abhängig und oft nicht genau bekannt ist. Die „Fällungsform“ muß daher vor der Wägung durch geeignete Behandlung in eine stabile, definiert zusammengesetzte Verbindung, die „Wägeform“, überführt werden.

Aus der Masse $m_{A_xB_y}$ der Wägeform A_xB_y errechnet sich die zu bestimmende Masse m_A an A nach der folgenden Beziehung:

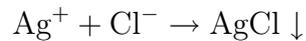
$$m_A = \frac{x \cdot M_A}{M_{A_xB_y}} \cdot m_{A_xB_y} = f \cdot m_{A_xB_y} \quad (1)$$

Wobei M_A und $M_{A_xB_y}$ die molaren Massen der jeweiligen Stoffe sind und f der Molmasse-Quotient (Faktor) ist.

Für viele wissenschaftliche Arbeiten ist die Gravimetrie wegen ihrer hohen Genauigkeit nach wie vor eine geschätzte Analysenmethode trotz des verhältnismäßig hohen Zeitaufwandes und der erforderlichen Geschicklichkeit für die verschiedenen Grundoperationen: Fällen, Filtrieren, Auswaschen, Trocknen, Veraschen, Glühen und Wägen.

1.1 Prüfung auf Chloridfreiheit des Waschwassers

Das Waschwasser wird mit Silbernitrat (AgNO_3) auf Chloridfreiheit untersucht:



Bei enthaltenen Chlorid-Ionen fällt weißes Silberchlorid aus.

1.2 Rolle des Fällungsmittels im Überschuss

Damit die Fällung vollständig verläuft, setzt man das Fällungsmittel in geringem Überschuss zu.

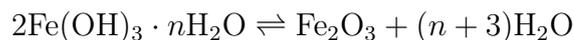
1.3 Genauigkeit des Analyseergebnisses

Da die „Wägeform“ im Allgemeinen nicht zu hundert Prozent aus Fe_2O_3 besteht, erhält der Faktor f damit einen Fehler, der sich auf den relativen Fehler des Analyseergebnisses auswirkt. Da jede Waage eine Messungengenauigkeit besitzt (Gesamtfehler), wirkt sich auch dieser Sachverhalt negativ auf das Analyseergebnis aus.

2 Durchführung und Auswertung des Experimentes

Bei diesem Versuch wurde mit der Probe Nummer 8 gearbeitet, die in drei Unterproben aufgeteilt war.

Die ausgegebene salzsaure Fe^{3+} -haltige Analysenprobe wird mit destilliertem Wasser auf etwa 100 mL verdünnt. Unter ständigem Umrühren ist verdünnte Ammoniaklösung (etwa 8-10ml) zuzufügen, wodurch die Fällung von voluminösem Eisen(III)-hydroxid erfolgt. Wenn nach weiterem Zusatz kleiner Mengen Ammoniaklösung nichts mehr ausfällt, wird kurz zum Sieden erhitzt, um den Niederschlag in eine besser filtrierfähige Form zu überführen. Nach Absitzen des Niederschlages wird die noch heiße Lösung durch das vorbereitete Filter dekantiert. Nach weiterem Auswaschen auf dem Filter wird das ablaufende Filtrat auf Chloridfreiheit geprüft, wodurch sich das vollständige Auswaschen kontrollieren lässt. Nach Beendigung des Auswaschens wird das Filter mit dem Niederschlag vorsichtig aus dem Trichter genommen, auseinandergefaltet und der Niederschlag wird auf einem Uhrglas abgeklatscht. Das Uhrglas mit dem abgeklatschten Niederschlag wird zur Trocknung in einem Exsikkator über wasserfreiem Calciumchlorid aufbewahrt. Das getrocknete Eisen(III)-hydroxid wird in einem Porzellantiegel, dessen Leermasse vorher bestimmt wurde, quantitativ überführt und bei 600°C im Muffelofen geglüht. Beim Glühen wird nach



nicht nur das anhaftende, sondern auch das sogenannte „Konstitutionswasser“ ausgetrieben und damit das Eisen in eine stabile, wägbare, stöchiometrisch genau definierte Verbindung überführt. Nach 30 Min Glühzeit wird der Tiegel ausgewogen, nochmals 30 Min geglüht und die Wägung wiederholt. In dieser Weise verfährt man gegebenenfalls bis zur Massekonstanz.

Die Tabelle 1 zeigt die aufgenommenen Messwerte für alle drei Teilversuche.

Tabelle 1: Messwerte aller drei Teilversuche

Teilversuch	1	2	3
Tiegel	20	9	4
m_0/g	20,9987	28,6931	25,0300
m_1/g	21,6624	29,4029	25,7430
m_2/g	21,6620	29,4053	25,7445
\bar{m}/g	21,6622	29,4041	25,7438
$m_{\text{Fe}_2\text{O}_3}/\text{g}$	0,6635	0,7110	0,7137
$\bar{m}_{\text{Fe}_2\text{O}_3}/\text{g}$	0,6961		

Mittels den Werten aus Tabelle 1, der Reaktionsgleichung 2 und der Gleichung 1 lässt sich schließlich die Masse des enthaltenen Eisens bestimmen.

$$m_{\text{Fe}} = \frac{2 \cdot 55,85\text{g/mol}}{159,7\text{g/mol}} \cdot 0,6961\text{g} = 0,4869\text{g} = 486,9\text{mg}$$