

Quantitative Analyse - Aufgabe 1

Praktikum zur analytischen Chemie

Verfasser: Maxim Gilsendegen

Matrikelnummer: 3650677

E-Mail-Adresse: 182513@stud.uni-stuttgart.de

Assistent: Robert Stelzer

Abgabedatum: 18.6.2023

Inhaltsverzeichnis

1	Aufgabe	1
2	Durchführung	1
3	Auswertung	2
4	Literatur	4

1 Aufgabe

Bestimmung der Stoffmenge von Ca^{2+} durch Fällung zu Calciumoxalat Monohydrat $\text{Ca}(\text{C}_2\text{O}_4) \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Die zu bestimmende Stoffmenge des Kations soll durch Reaktion zu einer schwerlöslichen Verbindung und folgender Wiegung rechnerisch bestimmt werden.

2 Durchführung

Jede der drei Aliquoten an je 25 ml Analyselösung wurde durch etwas Salzsäure angesäuert und mit demineralisiertem Wasser auf 100 ml aufgefüllt.

Nachdem die Lösung 10 Minuten auf einer Heizplatte gesiedet hat, wurde diese mit 15 ml an 0.5 M $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ -Lösung und einigen Tropfen Methylrot als Indikator versetzt. Solange die Lösung noch warm blieb wurde 1 M NH_3 -Lösung bis zum Farbwechsel von rot nach gelb unter ständigem Rühren hinzugegeben.

Um sicherzugehen, dass das Kation vollständig gefällt wurde, wird noch mit etwas $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ -Lösung nachgespült.

Nachdem die Lösung auf Zimmertemperatur abkühlen konnte, wurde mithilfe eines Gewichtskonstanten Tiegels abfiltriert, mit $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ nachgewaschen und mit demineralisiertem Wasser und Ethanol nachgespült.

Nach dem Trocknen bei 80°C wurde der Feststoff als $\text{Ca}(\text{C}_2\text{O}_4) \cdot \text{H}_2\text{O}$ ausgewogen und damit die Stoffmenge berechnet.

3 Auswertung

Die Tiegel wurden zu Beginn des Versuches auf Gewichtskonstanz gewogen.

Tab.1: Messwerte für die Gewichtsmessungen vor der Durchführung. Die Werte in eckigen Klammern wurden für den Mittelwert ausgelassen.

Messung	Tiegel 1 [g]	Tiegel 2 [g]	Tiegel 3 [g]
1.1	[29.4859]	29.4730	29.4726
1.2	[29.4771]	29.4726	29.4729
1.3	[29.4771]	29.4730	29.4722
2.1	29.4788	29.4700	29.4726
2.2	29.4786	29.4701	29.4720
2.3	29.4785	29.4706	29.4729
3.1	29.4780	29.4726	[29.4714]
3.2	29.4784	29.4727	[29.4702]
3.3	29.4784	29.4720	[29.4698]
Mittelwert	29.47845	29.47184	29.47253

Nach dem Ausfällen und Abfiltern des ausgefallenen Feststoffes wurden die Tiegel nochmal gewogen.

Tab.2: Messwerte des Gewichts der Tiegel mit dem Feststoff.

Messung	Tiegel 1 [g]	Tiegel 2 [g]	Tiegel 3 [g]
1	29.6055	30.2731	29.5967
2	29.6057	30.2732	29.5968
3	29.6053	30.2736	29.5973
Mittelwert	29.6055	30.2733	29.5969

Zur Bestimmung der Masse des Produktes werden nun die Mittelwerte der Messungen voneinander abgezogen.

$$\begin{aligned}\Delta m &= m(\text{Mit Produkt}) - m(\text{Vor Beginn}) \\ &= 29.6055 \text{ g} - 29.47845 \text{ g} \\ &= 0.12705 \text{ g}\end{aligned}$$

Für die anderen Tiegel wird analog zu dieser Rechnung gerechnet.
Damit ergibt sich für Δm :

Tab.3: Massendifferenzen der Tiegel anhand der Mittelwerte aus Tabelle 1 und 2.

Tiegel	Δm [g]
1	0.12705
2	0.80146
3	0.12437

Mit der berechneten Massendifferenz kann durch die zuvor zu bestimmende Molare Masse des ausgewogenen Stoffes dessen Stoffmenge berechnet werden. Die molare Masse von $\text{Ca}(\text{C}_2\text{O}_4) \cdot \text{H}_2\text{O}$ wird wie folgt berechnet:

$$\begin{aligned}
 M(\text{Ca}(\text{C}_2\text{O}_4) \cdot \text{H}_2\text{O}) &= M(\text{Ca}) + 2M(\text{C}) + 2M(\text{H}) + 5M(\text{O}) \\
 &= 40.078 \frac{\text{g}}{\text{mol}} + 2 \cdot 12.011 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \\
 &\quad + 2 \cdot 1.008 \frac{\text{g}}{\text{mol}} + 5 \cdot 16 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \\
 &= 146.12 \frac{\text{g}}{\text{mol}}
 \end{aligned}$$

Nun kann die Stoffmenge berechnet werden.

$$\begin{aligned}
 n(\text{Ca}(\text{C}_2\text{O}_4) \cdot \text{H}_2\text{O}) &= \frac{m}{M} \\
 &= \frac{0.12705 \text{ g}}{146.12 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \\
 &= 0.000869491 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

Um nun von einem 25 ml Aliquoten auf die Gesamtstoffmenge der 100 ml zu kommen muss die berechnete Stoffmenge mit dem Faktor 4 multipliziert werden.

$$\begin{aligned}
 n((\text{Gesamt})) &= 4 \cdot n(25 \text{ ml Aliquot}) \\
 &= 5 \cdot 0.000869491 \text{ mol} \\
 &= 0.00347796 \text{ mol} \\
 &= 3.47796 \text{ mmol}
 \end{aligned}$$

Analog dazu werden auch die anderen Aliquoten berechnet.

Tab.4: Berechnete Gesamtstoffmengen nach den Massendifferenzen der verschiedenen Tiegel. Für die Berechnung des Mittelwertes werden Werte in eckigen Klammern nicht miteinbezogen.

Tiegel	Gesamtstoffmenge n [mmol]
1	3.47796
2	[21.93978]
3	3.40460
Mittelwert	3.44128

Die gesamte Messung mit Tiegel 2 wurde verworfen, da hier eine sehr hohe Abweichung zu den anderen beiden Werten vorliegt. Die kam vermutlich zustande, da hier die Gefilterte Flüssigkeit nochmal durch denselben Tiegel abgefiltert wurde, da hier Feststoff gesehen werden konnte.

Somit ergibt sich für die Gesamtstoffmenge dieses Versuches $n(\text{Ca}^{2+}) = 3.44128 \text{ mmol}$

4 Literatur

[1] Skript zum Praktikum im Modul AC I: 19.6.2023