



Gravimetrie

Martin Forstmeier, WS 07/08; Nina Propp, WS 11/12

Gliederung

1	Einzel-Schritte der Fällungsanalyse	1
2	Versuch	2
3	Berechnung	2
4	Mögliche Fehler-Quellen	2
5	Elektro-Gravimetrie.....	3

Einstieg 1: Nickel ist ein essentielles Spuren-Element für Organismen, jedoch in zu hohen Konzentrationen toxisch. Ist ein quantitativer Nachweis möglich? Ja, durch Gravimetrie.

Einstieg 2: Wir reißen zurück in das 19. Jahrhundert, zu Lebzeiten des deutschen Chemikers Martin Heinrich Klaproth und des schwedischen Chemikers Jöns Jakob Berzelius. Eines der Ziele der Chemie des 19. Jahrhunderts war es, „exakte Messungen“ durchführen zu können.

Einen Meilenstein hinsichtlich dieses Zieles legte Martin Heinrich Klaproth, denn er führte die Waage als analytisches Mess-Instrument ein. Dieses spielt eine zentrale Rolle in der von ihm und Jöns Jakob Berzelius entwickelten Analyse-Methode zur Mengen-Bestimmung, der Gravimetrie (= Gewichtsanalyse). Sie gilt als die Analyse-Methode des 19. Jahrhunderts.



Abb. 1: Martin Heinrich Klaproth [7]



Abb. 2: Jöns Jakob Berzelius [8]

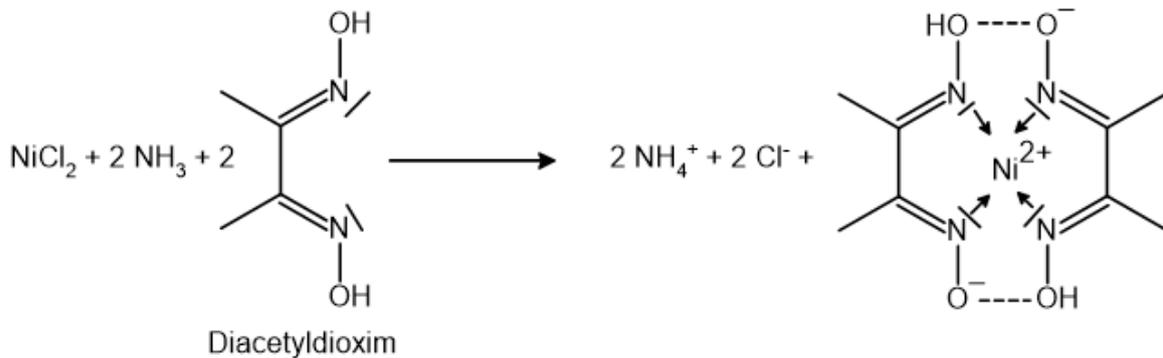
1 Einzel-Schritte der Fällungsanalyse

1. **Quantitatives Ausfällen** des zu bestimmenden Stoffes (= Analyt; hier: Ni^{2+}) in Form eines schwer löslichen Niederschlages (= Fällungsform) mithilfe einer spezifischen Fällungsreagenz (hier: Diacetyldioxim).
2. **Filtration** der Fällungsform und **Reinigung** des Filter-Kuchens.

- Überführung des Filterkuchens in eine stöchiometrisch definierte **Wägeform** durch Trocknen oder Glühen und anschließendes Veraschen.
- Endwägung** und **Analyten-Berechnung** (siehe 3 Berechnung).

2 Versuch

Zu 25 mL NiCl₂-Lösung gibt man 120 mL einer ethanolischen Diacetyldioxim-Lösung w= 0,5%. Durch Zugabe von 5 mL verd. NH₃ wird das Gemisch leicht alkalisch.



Der entstandene himbeerrote Niederschlag wird in einem Glas-Filtertiegel filtriert, der zuvor gewogen wurde. Der Tiegel wird drei Stunden bei 110°C im Trockenschrank getrocknet und **konstant** gewogen.

3 Berechnung

Bestimmung des Nickelgehaltes von 25 mL Analysen-Lösung:

$$m(\text{Tiegel})_{\text{leer}} = 30,1926 \text{ g}$$

$$m(\text{Tiegel})_{\text{Komplex}} = 30,3084 \text{ g}$$

$$m(\text{Komplex}) = 115,8 \text{ mg}$$

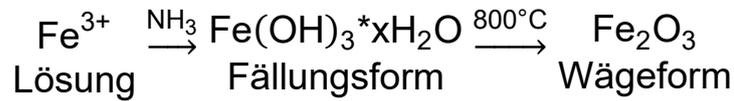
$$f = \frac{M(\text{Ni})}{M(\text{Komplex})} = \frac{58,69 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{288,92 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 0,2031$$

$$m(\text{Ni}) = f \cdot m(\text{Komplex}) = 23,52 \text{ mg}$$

Tatsächlicher Nickel-Gehalt: 24,69 mg (Abweichung um 4,7%)

4 Mögliche Fehler-Quellen

- Störungen durch Mitfällung von Fremd-Ionen (am Bsp. Ni²⁺ ausgeschlossen, da ein sehr selektives organisches Fällungsreagenz verwendet wurde)
- Mess-Fehler bei kleinen Mengen und Ungenauigkeiten bei Nachweis von geringen Konzentrationen. (Löslichkeitsprodukt fällt mit ins Gewicht)
- Inexaktes Arbeiten!
- Niederschlag muss exakt stöchiometrisch zusammengesetzt sein. Andernfalls muss die Fällungsform noch in eine Wägeform überführt werden:



5 Elektro-Gravimetrie

Bei der Elektro-Gravimetrie handelt es sich um einen elektrolytischen Prozess. Hierbei werden nicht freiwillig ablaufende Reaktionen mithilfe des elektrischen Stromes erzwungen (hier: Fällungsmittel).

Bsp.: Cu^{2+} -Bestimmung

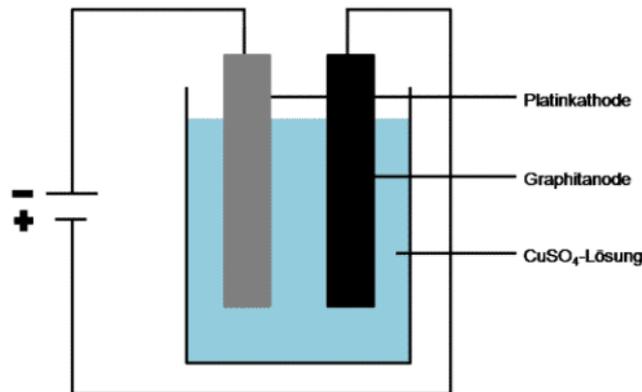


Abb. 3: Schematischer Aufbau einer Elektrolyse

Durch das Anlegen einer Gleichspannung entsteht an der Platin-Kathode ein Elektronen-Überschuss und an der Graphit-Anode ein Elektronen-Mangel. Die Kupfer-Ionen wandern zur Kathode, wo sie zu elementarem Kupfer reduziert werden.

In der Lösung befinden sich neben den Kupfer- und den Sulfat-Ionen ebenfalls noch Wasser-Moleküle. Diese werden an der Anode zu Sauerstoff oxidiert. Der entstandene Sauerstoff lagert sich in Form von Gas-Bläschen an der Graphit-Anode an. Die gewonnenen Elektronen werden von der Anode aufgenommen.



Die umgesetzte Menge der Kationen entspricht der Gewichtszunahme der Platin-Kathode.

Zusammenfassung: Die Gravimetrie ist eine sehr exakte Methode, die jedoch sehr viel Zeit erfordert. Zudem können zahlreiche Fehler auftreten. Anwendung findet die Gravimetrie, obwohl sie die Analyse-Methode des 19. Jahrhunderts ist, heutzutage immer noch. Es haben sich jedoch eine Reihe moderner instrumenteller Methoden durchgesetzt, die vor allem eine wesentlich schnellere Analyse von Stoffen ermöglichen.

Ein Beispiel hierfür ist die **Atom-Absorptions-Spektroskopie (AAS)**. Diese Methode ermöglicht es Spuren-Elemente (z. B. in Trinkwasser oder Bodenproben) im **ppm-Bereich** (= **parts per million**) nachzuweisen.

Service: PowerPoint-Präsentation: animierte Darstellung der Fällung von Nickel-Kationen:

[Gravimetrie.ppt](#)

Quellen:

1. Kunze U. R., Schwedt G., Grundlagen der qualitativen und quantitativen Analyse, 4.Auflage, Georg Thieme Verlag Stuttgart 1996.
2. Holleman A. Fr., Wiberg E., Lehrbuch der Anorganischen Chemie, 100. Auflage, Walter de Gruyter Verlag 1985.
3. Strähle J., Schweda E., Jander/Blasius-Einführung in das anorganisch- chemische Praktikum, 14. Auflage, S. Hirzel Verlag Stuttgart 1995.
4. Otto M., Analytische Chemie, 10. Auflage, Wiley-Verlag GmbH & Co, Weinheim 2011.
5. <http://www.lenntech.com/deutsch/Element-und-Wasser/Nickel-und-Wasser.htm>;
(01.02.08)
6. <http://www.lenntech.com/deutsch/Data-PSE/Ni.htm>; (01.02.08)
7. Klaproth: https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Martin_Heinrich_Klaproth.jpg?uselang=de; Autor: Ambroise Tardieu; gemeinfrei; 12.10.2020
8. Berzelius: https://commons.wikimedia.org/wiki/File:J_J_Berzelius.jpg?uselang=de;
Urheber: P. H. van den Heuvell, gemeinfrei, 12.10.2020