

Musterprotokoll zu den Versuchen im Grundpraktikum „Quantitative Analyse“

Die Protokolle sind handschriftlich in einem gebundenen Heft anzufertigen. Lassen Sie bitte Platz zwischen den einzelnen Protokollen, damit Sie Korrekturen zum Protokoll hinzufügen können.

Zu den Projekten ist ein Handout anzufertigen.

Für die Protokolle bei den technischen Produkten gilt:

maschinengeschrieben, ob die Theorie zu den Versuchen angegeben werden muss, wird individuell zu den Versuchen angegeben.

Datum; Aufgabenstellung	18.10.2001 Iodometrische Bestimmung von Arsen (Versuch 222)
Theorieteil: In den Versuchsteilen A und B wird eine kurze theoretische Betrachtung erwartet. Für die Teile C und D ist eine ausführliche theoretische Beschreibung der Versuche erforderlich.	<p>Theorie: Elementares Iod zählt zu den schwachen Oxidationsmitteln. Alle Stoffe, die von ihm oxidiert werden, lassen sich unmittelbar durch Titrieren mit einer Iodlösung bestimmen. Das Auftreten von freiem Iod lässt sich nachweisen, indem Stärke als Indikator benutzt wird, da sich Iod in die Amyloseketten der Stärke einschließt. Die Vielseitigkeit der Iodometrie beruht auf der oxidierenden Wirkung des elementaren Iods, aber auch der reduzierenden Wirkung der Iodidionen, denn der Vorgang</p> $\text{I}_2 + 2\text{e}^- \leftrightarrow 2\text{I}^-$ <p>ist vollkommen umkehrbar. So lässt sich z.B. Arsensäure in stark saurer Lösung durch Iodidionen quantitativ in arsenige Säure reduzieren, während arsenige Säure in neutraler oder schwach alkalischer Lösung durch Iod quantitativ zu Arsensäure oxidiert wird. Hierbei wird die Bedeutung der Versuchsbedingungen gezeigt, von denen abhängt, ob ein Stoff von Iod reduziert oder oxidiert wird.</p>
Reaktionsgleichung	$\text{AsO}_3^{3-} + \text{I}_2 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{AsO}_4^{3-} + 2\text{I}^- + 2\text{H}^+$ $(\text{AsO}_3^{3-} + \text{I}_2 + 2\text{HCO}_3^- \rightarrow \text{AsO}_4^{3-} + 2\text{I}^- + \text{H}_2\text{O} + 2\text{CO}_2 \uparrow)$
Reagenzien	<p>Reagenzien: 0,05 M Iod-Maßlösung Schwefelsäure, konz. Natriumhydrogencarbonat Stärkelösung, (0,5 g Stärke in 100 mL dest. Wasser)</p>

<p>Versuchsbeschreibung (ist in eigenen Worten zu verfassen, mit denen auch Beobachtungen berücksichtigt werden sollen; nicht den Text aus dem Script abschreiben!)</p>	<p>Versuchsdurchführung: Für den Versuch wurde zuerst die Stärkelösung aus ca. 0,5g Stärke und 100 mL siedendem Wasser hergestellt. Die ausgegebene Analysenlösung wurde mit destilliertem Wasser bis zu der 100 mL-Marke aufgefüllt. Zu 20 mL der verdünnten Analysenlösung wurden 0,9 mL konzentrierte Schwefelsäure und 100 mL Wasser hinzugegeben. Nun wurde Natriumhydrogencarbonat bis zum Beenden der CO₂-Entwicklung (heftiges Sprudeln) hinzugegeben und danach noch weiter, bis sich ein dicker Bodensatz gebildet hatte. Dieser musste während der gesamten Titration vorhanden sein, damit die Lösung schwach alkalisch abgepuffert blieb und der entstehende Wasserstoff abgefangen wurde. Nach Zugabe der Stärkelösung wurde durch tropfenweise Zugabe der Iodlösung titriert. Die Lösung wurde nach jedem Iodtropfen vorsichtig umgeschüttelt, um das Iod nicht von Luftsauerstoff oxidieren zu lassen. Die vorher klare (leicht getrübt durch den schwimmenden NaHCO₃-Bodensatz) und farblose Lösung färbte sich am Umschlagspunkt der Titration intensiv blau durch die Einlagerung von Iod-Molekülen in die Stärkestruktur.</p>
<p>Alle Messwerte (Gewichte der Wägungen, Volumina von Titrationen etc.) und Berechnungen sind hier vollständig einzutragen.</p> <p>Titerfaktoren und Aliquotierung nicht vergessen!</p> <p>Sollwerte, Punkte eintragen! Auch 0 Punkte!!</p>	<p>Die drei Titrationen liefern folgende Ergebnisse: 13,8 mL 13,9 mL Durchschnittswert: 13,87 mL Iod-Lsg. 13,9 mL</p> <p>Aus diesen Werten kann die Arsenmenge in der Probe berechnet werden. Molmasse Arsen: 74,922 g·mol⁻¹</p> <p>Am Äquivalenzpunkt: $n(\text{I}_2) = n(\text{As}^{3+})$</p> $m(\text{As}^{3+}) = c(\text{I}_2) \cdot V(\text{I}_2) \cdot f(\text{I}_2) \cdot M(\text{As})$ $m(\text{As}^{3+})_{\text{ges}} = m(\text{As}^{3+}) \cdot \text{Aliquotierung}$ $m(\text{As}^{3+})_{\text{ges}} = c(\text{I}_2) \cdot V(\text{I}_2) \cdot f(\text{I}_2) \cdot M(\text{As}) \cdot \text{Aliquotierung}$ $m(\text{As}^{3+}) = 0,05 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \cdot 0,01387 \text{ L} \cdot 1,0078 \cdot 74,922 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot 5$ $m(\text{As}^{3+}) = 0,26182 \text{ g}$ $m(\text{As}^{3+}) = 261,82 \text{ mg}$ <p>Sollwert: 263,63 mg Istwert: 261,82 mg Punkte:9</p>

Entsorgung	<p>Entsorgung: Die arsenhaltige Lösung wird mit wenig Natriumthiosulfat versetzt, um das vorhandene Iod zu reduzieren. Danach wird mit Na_2CO_3 alkalisch gemacht und im 10 L Kanister für „Abfälle, die andere Schwermetalle enthalten“ entsorgt. Die Iodlösung wird mit etwas Schwefelsäure angesäuert, damit das vorliegende Iod mit wenig Natriumthiosulfat zum Iodid reduziert werden kann. Nach neutralisieren der Lösung kommt diese ebenfalls in den 10 L Kanister für „Abfälle, die andere Schwermetalle enthalten“.</p>
Bei weiteren Versuchen werden nur die Messwerte und Berechnungen eingetragen.	<p>2. Versuch:</p> <p>3. Versuch:</p> <p>4. Versuch:</p>