

Analytische Chemie

B. Sc. Chemieingenieurwesen

13. März 2019, 8.30 bis 11.30 Uhr

Dr. Stephanie Möller, Prof. Dr. Thomas Jüstel

Name: _____

Matrikelnummer: _____

Geburtsdatum: _____

Denken Sie an eine korrekte Angabe des Lösungsweges und der Endergebnisse. Versehen Sie alle Größen mit SI-Einheiten. Bei Grafiken sind die Achsen ordnungsgemäß zu beschriften. Richten Sie alle Reaktionsgleichungen vollständig mit ganzzahligen Koeffizienten ein. Sofern bei einer Reaktion charakteristische Beobachtungen (Farbe, Niederschlag, Gasentwicklung, usw.) typisch sind, sollen diese kurz beschrieben werden. Bitte verwenden Sie für die Lösung nur diese Aufgabenblätter (notfalls auch die Rückseite)!

Dauer der Prüfung: 180 Minuten

Hilfsmittel: Periodensystem, nicht-grafikfähiger Taschenrechner, beiliegende Formelsammlung

Punkteverteilung

Aufgabe 1: 20 Punkte
Aufgabe 2: 20 Punkte
Aufgabe 3: 10 Punkte
Aufgabe 4: 20 Punkte
Aufgabe 5: 10 Punkte
Aufgabe 6: 10 Punkte
Aufgabe 7: 10 Punkte

Notenskala

1,0	95 – 100 Punkte
1,3	90 – 94 Punkte
1,7	85 – 89 Punkte
2,0	80 – 84 Punkte
2,3	75 – 79 Punkte
2,7	70 – 74 Punkte
3,0	65 – 69 Punkte
3,3	60 – 64 Punkte
3,7	55 – 59 Punkte
4,0	50 – 54 Punkte
5,0	0 – 49 Punkte

Viel Erfolg!

Aufgabe 1: Löslichkeit, Löslichkeitsprodukt und Stöchiometrie**20 Punkte**

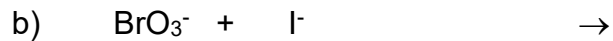
- a) Stellen Sie die Gleichung für das Lösungsgleichgewicht des schwerlöslichen Salzes A_4B_3 auf! Wie ist K_L in diesem Fall definiert (Gleichung und Einheit!)? Wie wird der pK_L -Wert berechnet? (4 Punkte)
- b) In 75 ml Wasser lösen sich 0,106 μg Chrom(III)-hydroxid ($\text{Cr}(\text{OH})_3$).
- (1) Wie groß ist das Löslichkeitsprodukt K_L ? (4 Punkte)
 - (2) Welchen pH-Wert muss Trinkwasser mindestens aufweisen, damit die Chromkonzentration unterhalb des Grenzwerts der Trinkwasserverordnung mit 0,05 mg/l bleibt? (4 Punkte)
 - (3) Wegen der vergleichbaren Löslichkeit von Chrom(III)- und Aluminiumhydroxid erfolgt die Fällung im Trennungsgang in einer Gruppe. Wie können die beiden Elemente dann voneinander separiert werden? Erläutern Sie, wie diese Trennung durchgeführt wird und nehmen Sie dazu auch Formeln der jeweiligen Aluminium-Spezies zu Hilfe. (3 Punkte)
- c) Vervollständigen Sie folgende Tabelle zur Löslichkeit von Salzen, indem Sie für jedes Salz (AlCl_3 , Al_2S_3 , PbCl_2 , $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ und PbS analog zum Beispiel $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ in das jeweilige Feld der Tabelle für schwerlösliche Verbindungen ein S und für leichtlösliche Verbindungen ein L eintragen! (5 Punkte)

	Al^{3+}	Pb^{2+}
Cl^-		
NO_3^-	L	
S^{2-}		

Aufgabe 2: Redoxreaktionen

20 Punkte

Vervollständigen Sie die folgenden Redoxgleichungen im sauren pH-Bereich, die in der qualitativen Analyse von Bedeutung sind! (je 4 Punkte)



c) Peroxodisulfate als sehr starke Oxidationsmittel sind in der Lage, sowohl Mn^{2+} als auch Cr^{3+} in ihre jeweils höchsten Oxidationsstufen zu überführen. Stellen Sie die beiden entsprechenden Reaktionsgleichungen für die Umsetzung im Sauren auf! (8 Punkte)

d) Ammoniumnitrat (NH_4NO_3) zerfällt beim Erhitzen explosionsartig in Distickstoffmonoxid und Wasserdampf. (4 Punkte)

- (1) Stellen Sie Reaktionsgleichung auf
- (2) Benennen Sie den genauen Reaktionstyp!
- (3) Welches Gasvolumen entsteht, wenn wie 1921 bei der Explosion des Oppauer Stickstoffwerkes der BASF 4500 t Ammoniumnitrat umgesetzt werden?

Aufgabe 3: pH-Wert-Berechnungen

10 Punkte

- a) Zeichnen Sie qualitativ die Titrationskurven inkl. Neutral- und Äquivalenzpunkt für die Titration einer sehr starken Base mit einer sehr starken Säure und für die Titration einer schwachen Base mit einer schwachen Säure. Warum ist erstere für die quantitative Analytik sehr gut geeignet, während letztere eher ungeeignet ist? Gehen Sie dabei auch auf die Indizierung des Titrationsendpunktes ein.
(6 Punkte)
- b) Welche pOH-Werte besitzen eine 0,034 M HCl-Lösung und eine $6,5 \cdot 10^{-9}$ M Ca(OH)_2 -Lösung?
(4 Punkte)

Aufgabe 4: Gravimetrie / Volumetrie

20 Punkte

Sie erhalten eine Nickelchloridlösung und sollen für diese eine quantitative Bestimmung sowohl für den Nickel- als auch den Chlorid-Gehalt durchführen.

- a) Beschreiben Sie Ihr Vorgehen für die Nickelbestimmung einschließlich der entsprechenden Reaktionsgleichungen inklusive Strukturformeln! Benennen Sie relevante Arbeitsschritte und Reaktionsbedingungen. Definieren Sie dazu auch die Begriffe Fällungsform, Wägeform und stöchiometrischer Faktor. Welche Vorteile bieten organische Fällungsreagenzien? (10 Punkte)

Aufgabe 4: Gravimetrie / Volumetrie

(Fortsetzung)

- b) Wie können Sie die quantitative Chloridbestimmung durchführen? Beschreiben Sie das Vorgehen für die Vorbereitung der Analyse (Herstellung der Maßlösung) und die Analyse selbst. Benennen Sie relevante Arbeitsschritte und Reaktionsbedingungen. Gehen Sie dabei auch auf mögliche Fehlerquellen ein. Was ist bezüglich der Entsorgung der Reaktionsabfälle zu beachten?

(10 Punkte)

Aufgabe 5: Vorproben / Einzelnachweise

10 Punkte

a) Einen der Vorarbeiten für eine qualitative Anionenanalyse kann die Herstellung eines Sodauszugs sein. Welches Ziel wird damit verfolgt und wie führt man ihn durch? (4 Punkte)

b) Welche Schlussfolgerung können Sie aus den jeweiligen Befunden ziehen? (je 1 Punkt)

(1) Entfärbung von zugetropfter Jod-Stärke-Lösung

(2) Intensiv gelbe Flammenfärbung

(3) Grüne Boraxperle nach Behandlung in oxidierender und reduzierender Flamme

c) Geben Sie für die folgenden Ionen an, wie diese eindeutig nachgewiesen werden können! (je 1 Punkt)

Acetat-Anion

Barium-Kation

Borat-Anion

Aufgabe 6: Kationennachweise

10 Punkte

Eine Lösung enthält die Kationen Pb^{2+} , Cu^{2+} , Al^{3+} und Co^{2+} .

- a) Erläutern Sie, wie diese Ionen voneinander getrennt werden können! (6 Punkte)
- b) Geben Sie für alle vier Kationen jeweils eine Nachweisreaktion mit der entsprechenden Reaktionsgleichung an. (4 Punkte)

Aufgabe 7: Bestimmung einer unbekanntes Substanz

10 Punkte

- a) Um welche Verbindung (Name und Formel) handelt es sich bei einer unbekanntes Substanz, für welche die untenstehenden Befunde notiert wurden? (2 Punkte)
- b) Geben Sie jeweils die Reaktionsgleichungen zur Erklärung der untenstehenden Befunde an! (je 2 Punkte)

Befunde:

1. Die grüne Substanz löst sich in Wasser auf. Nach Umsetzung mit Wasserstoffperoxid in der Hitze bildet sich unter Zugabe von konzentrierter Ammoniaklösung ein rotbrauner, flockiger Niederschlag.
2. Zur schwefelsauren Lösung der gesuchten Substanz wird Kaliumpermanganatlösung getropft, wobei eine Entfärbung beobachtet wird.
3. Wird ein Teil der mit Wasserstoffperoxid umgesetzten Lösung abgenommen, das Wasserstoffperoxid verkocht und die Lösung salzsauer gestellt, färbt diese sich nach Zugabe von Kaliumthiocyanatlösung tiefrot.
4. Wird die stark salzsaure Lösung der gesuchten Substanz mit Bariumchloridlösung versetzt, bildet sich ein feinkörniger, weißer Niederschlag, der sich auch in konzentrierter Salzsäure nicht auflöst.

Formeln und Konstanten

Formeln:

Energie: $E = m \cdot c^2 = h \cdot \nu$

Allgemeine Gasgleichung: $pV = nRT$

Ionenladungsdichte: $ILD = \frac{z \cdot e}{\frac{4}{3}\pi \cdot r^3}$ z Ladungszahl des Ions

Gleichgewichtskonstante: $K = \frac{c^c(C) \cdot c^d(D)}{c^a(A) \cdot c^b(B)}$ $a A + b B \rightleftharpoons c C + d D$

Dichte: $\rho = \frac{m}{V}$

Molare Masse: $M = \frac{m}{n}$

Stoffmengenkonzentration: $c = \frac{n}{V}$

Massenkonzentration: $\beta = \frac{m}{V}$

Massenanteil: $w = \frac{a \cdot F}{e} \cdot 100 \%$

Titerfaktor: $t = F = \frac{c_{ist}}{c_{soll}}$

Stöchiometrischer Faktor: $F = \frac{M(\text{Analyt})}{M(\text{Wägeprodukt})}$ (auch gravimetrischer Faktor)

Ionenprodukt des Wassers: $c(H^+) \cdot c(OH^-) = 10^{-14} \left(\frac{\text{mol}}{\text{l}}\right)^2 \Leftrightarrow pH + pOH = 14$

pH-Wert: $pH = -\log(c(H^+))$

pOH-Wert: $pH = -\log(c(OH^-))$

pH-Werte von Säuren: $pH = -\log(c_0(HA) + 10^{-7})$ sehr stark mit $pK_s < -1,74$

$$pH = -\log\left(-\frac{K_s}{2} + \sqrt{\frac{K_s^2}{4} + K_s \cdot c_0(HA)}\right)$$
 stark mit $-1,74 < pK_s < 4,5$

$$pH = \frac{1}{2}(pK_s - \log(c_0(HA)))$$
 mittelstark mit $4,5 < pK_s < 9,5$

$$pH = -\frac{1}{2} \cdot \log(K_s \cdot c_0(HA) + K_w)$$
 (sehr) schwach mit $pK_s > 9,5$

Henderson-Hasselbalch-Gleichung $pH = pK_s + \log \frac{c(A^-)}{c(HA)}$

Konstanten:

Avogadro-Konstante: $N_A = 6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$

Elementarladung: $e = 1,602 \cdot 10^{-19} \text{ C}$

Faraday-Konstante: $F = 96.485 \frac{\text{C}}{\text{mol}}$

Ionenprodukt des Wassers: $K_W = 10^{-14} \frac{\text{mol}^2}{\text{l}^2}$

Lichtgeschwindigkeit: $c = 2,9979 \cdot 10^8 \frac{\text{m}}{\text{s}}$

Molares Volumen eines idealen Gases: $V_m = 22,4 \frac{\text{l}}{\text{mol}}$ (bei Normbedingungen)

Universelle Gaskonstante: $R = 8,3145 \frac{\text{J}}{\text{mol} \cdot \text{K}}$

pK_S- und pK_B-Werte ausgewählter Säuren und Basen

	Name	Säure	Base + H ⁺	pK _S	pK _B
Sehr starke Säuren	Perchlorsäure	HClO ₄	ClO ₄ ⁻	≈ -10	≈ 24
	Bromwasserstoff	HBr	Br ⁻	≈ -9	≈ 23
	Chlorwasserstoff	HCl	Cl ⁻	≈ -6	≈ 20
	Schwefelsäure	H ₂ SO ₄	HSO ₄ ⁻	≈ -3	≈ 17
	Hydronium-Ion	H ₃ O ⁺	H ₂ O	-1,74	15,74
Starke Säuren	Salpetersäure	HNO ₃	NO ₃ ⁻	-1,32	15,32
	Hydrogensulfat-Ion	HSO ₄ ⁻	SO ₄ ²⁻	1,92	12,08
	Phosphorsäure	H ₃ PO ₄	H ₂ PO ₄ ⁻	1,96	12,04
Mittelstarke Säuren	Essigsäure	CH ₃ COOH	CH ₃ COO ⁻	4,75	9,25
	Schwefelwasserstoff	H ₂ S	HS ⁻	6,92	7,08
	Ammonium-Ion	NH ₄ ⁺	NH ₃	9,25	4,75
Schwache Säuren	Hydrogencarbonat-Ion	HCO ₃ ^{-k}	CO ₃ ²⁻	10,40	3,6
	Hydrogenphosphat-Ion	HPO ₄ ²⁻	PO ₄ ³⁻	12,32	1,68
	Hydrogensulfid-Ion	HS ⁻	S ²⁻	12,90	1,10
Sehr schwache Säuren	Wasser	H ₂ O	OH ⁻	15,74	-1,74
	Hydroxid-Ion	OH ⁻	O ²⁻	≈ 24	≈ -10
	Wasserstoff	H ₂	H ⁻	≈ 40	≈ -26

Säure-Base-Indikatoren (///// Umschlagbereich)

Indikator	rot	/////	gelb	/////	violett
Kresolrot	rot	/////	gelb	/////	violett
Methylorange	rot	/////	gelb		
Bromkresolgrün	gelb	/////	blau		
Methylrot	rot	/////	gelb		
Lackmus	rot	/////	blau		
Bromkresolpurpur	gelb	/////	violett		
p-Nitrophenol	farblos	/////	gelb		
Bromthymolblau	gelb	/////	blau		
Phenolphthalein	farblos	/////	violett		
Thymolphthalein	farblos	/////	blau		
Alizarinengelb R	gelb	/////	rot		

pH 0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14

Periodensystem der Elemente
<http://www.pse-online.de>

Benennung mit Haupt- und Nebengruppen
 IUPAC – Empfehlung
 Von Chemical Abstracts Service bis 1986 verwendet

1
1. Hg IA

2
2. Hg IIA

3
3. Ng

4
4. Ng

5
5. Ng

6
6. Ng

7
7. Ng

8
8. Ng

9
8. Ng

10
8. Ng

11
1. Ng

12
2. Ng IIA

Relative Atommasse [Massenzahl des leichtesten Isotops]

Ordnungszahl

Schmelzpunkt [°C]

Siedepunkt [°C]

Elementname

Künstliches Element

Elektronenkonfiguration

Elementsymbol

Oxidationszahlen (häufigste)

Elektronegativität

Erste Ionisierungsenergie [eV]

13
3. Hg IIIA

14
4. Hg IVA

15
5. Hg VA

16
6. Hg VIA

17
7. Hg VIIA

18
8. Hg VIIIA

1 1,00794 1s ¹ -259 -253 Wasserstoff	2 1278 1,5 1278 2970 9,3 Lithium	3 11 Na	4 4 Be	5 11 Na	6 12 Mg	7 19 K	8 20 Ca	9 21 Sc	10 22 Ti	11 23 V	12 24 Cr	13 25 Mn	14 26 Fe	15 27 Co	16 28 Ni	17 29 Cu	18 30 Zn	19 31 Ga	20 32 Ge	21 33 As	22 34 Se	23 35 Br	24 36 Kr	25 37 Rb	26 38 Sr	27 39 Y	28 40 Zr	29 41 Nb	30 42 Mo	31 43 Tc	32 44 Ru	33 45 Rh	34 46 Pd	35 47 Ag	36 48 Cd	37 49 In	38 50 Sn	39 51 Sb	40 52 Te	41 53 I	42 54 Xe	43 55 Cs	44 56 Ba	45 57-71 Lanthanoide	46 72 Hf	47 73 Ta	48 74 W	49 75 Re	50 76 Os	51 77 Ir	52 78 Pt	53 79 Au	54 80 Hg	55 81 Tl	56 82 Pb	57 83 Bi	58 84 Po	59 85 At	60 86 Rn	61 87 Fr	62 88 Ra	63 89-103 Actinoide	64 104 Rf	65 105 Db	66 106 Sg	67 107 Bh	68 108 Hs	69 109 Mt	70 110 Ds	71 111 Uuu	72 112 Uub	73 113 Uut	74 114 Uuq	75 115 Uup	76 116 Uuh	77 117 Uus	78 118 Uuo
--	--	---------------	--------------	---------------	---------------	--------------	---------------	---------------	----------------	---------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	---------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	---------------	----------------	----------------	----------------	----------------------------	----------------	----------------	---------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	----------------	---------------------------	-----------------	-----------------	-----------------	-----------------	-----------------	-----------------	-----------------	------------------	------------------	------------------	------------------	------------------	------------------	------------------	------------------

© 1999-2003
 by Lars Röglin
 lars@pse-online.de
<http://www.pse-online.de>

6 138,9055 [Xe]5d ¹ 6s ² 57 La	140,116 [Xe]4f ¹ 6s ² 58 Ce	140,90765 [Xe]4f ¹ 6s ² 59 Pr	144,24 [Xe]4f ¹ 6s ² 60 Nd	[145] [Xe]4f ¹ 6s ² 61 Pm	150,36 [Xe]4f ¹ 6s ² 62 Sm	151,964 [Xe]4f ¹ 6s ² 63 Eu	157,25 [Xe]4f ¹ 5d ¹ 6s ² 64 Gd	158,92534 [Xe]4f ¹ 6s ² 65 Tb	162,50 [Xe]4f ¹ 6s ² 66 Dy	164,93032 [Xe]4f ¹ 6s ² 67 Ho	167,26 [Xe]4f ¹ 6s ² 68 Er	168,93421 [Xe]4f ¹ 6s ² 69 Tm	173,04 [Xe]4f ¹ 6s ² 70 Yb	174,967 [Xe]4f ¹ 5d ¹ 6s ² 71 Lu
[227] [Rn]6d ¹ 7s ² 89 Ac	[232] [Rn]6d ¹ 7s ² 90 Th	[231] [Rn]5f ¹ 6d ¹ 7s ² 91 Pa	[238] [Rn]5f ¹ 6d ¹ 7s ² 92 U	[237] [Rn]5f ¹ 6d ¹ 7s ² 93 Np	[244] [Rn]5f ¹ 7s ² 94 Pu	[243] [Rn]5f ¹ 7s ² 95 Am	[247] [Rn]5f ¹ 6d ¹ 7s ² 96 Cm	[247] [Rn]5f ¹ 7s ² 97 Bk	[251] [Rn]5f ¹ 7s ² 98 Cf	[252] [Rn]5f ¹ 7s ² 99 Es	[257] [Rn]5f ¹ 7s ² 100 Fm	[258] [Rn]5f ¹ 7s ² 101 Md	[259] [Rn]5f ¹ 7s ² 102 No	[262] [Rn]5f ¹ 6d ¹ 7s ² 103 Lr
920 3454 Lanthan	798 3257 Cer	931 3212 Praseodym	1010 3127 Neodym	1080 2730 Promethium	1072 1778 Samarium	822 1597 Europium	1311 3233 Gadolinium	1360 3041 Terbium	1406 2335 Dysprosium	1470 2720 Holmium	1522 2510 Erbium	1545 1727 Thulium	824 1193 Ytterbium	1656 3315 Lutetium
1047 3197 Actinium	1750 4787 Thorium	1554 4030 Protactinium	1132 3818 Uran	640 3902 Neptunium	641 3327 Plutonium	1.924 2607 Americium	92 2607 Curium	986 2607 Berkelium	900 2607 Californium	860 2607 Einsteinium	860 2607 Fermium	860 2607 Mendelevium	860 2607 Nobelium	860 2607 Lawrencium

*Die Elemente mit den Ordnungszahlen 112 – 118 wurden noch nicht synthetisiert bzw. von der IUPAC offiziell anerkannt!