

## Bestimmung des Kristallwassergehaltes eines Kupfersulfat-pentahydrat/Sand-Gemisches

### Einführung:

Die Waage dient im allgemeinen zur Bestimmung von Massen. Sie ist eines der wichtigsten Messgeräte des Chemikers. Es gibt kaum ein Arbeitsgebiet in der Chemie, bei dem auf Wägungen verzichtet werden könnte. Die Hauptanwendungen erstrecken sich hierbei auf Einwaagen von Substanzen zum Zwecke der Analyse oder präparativen Weiterverarbeitung, auf Auswaagen (Rückwaage) zur Auswertung oder auf die direkte Verfolgung von Massenänderungen während einer chemischen Reaktion (z. B. durch Abgabe gasförmiger Reaktionsprodukte), meist unter dem Einfluss höherer Temperaturen. Die zuletzt genannte Anwendung beschränkt sich auf sogenannte Thermowaagen. Das sind Waagen besonderer Konstruktion, die noch mit vielen Hilfseinrichtungen versehen sind.

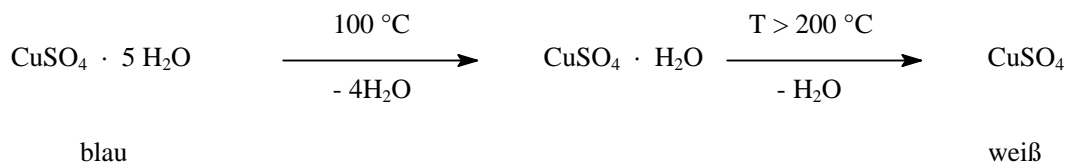
Die gestellten Forderungen an die Qualität, d. h. an den Messbereich und an die Genauigkeit der Waagen, sind sehr hoch und werden von physikalischen Messinstrumenten anderer Art nur selten erreicht. Für einen geforderten Messbereich von mehr als  $10^6$  bedeutet dies, dass eine Waage bei 200 g Belastung noch auf eine Massenänderung von weniger als  $200 : 10^6 = 2 \cdot 10^{-4} \text{ g} = 0,2 \text{ mg}$  anspricht. Die erreichbare Wägegenauigkeit der Höchstlast soll dabei in der gleichen Größenordnung liegen. Solche Waagen höchster Präzision zählen zur Klasse der Feinwaagen. Für analytische Arbeiten kommen nur Feinwaagen in Betracht.

Sie werden im Praktikum vor Beginn der Arbeiten an der Waage vom Praktikumsassistenten eingewiesen. Ohne Einweisung dürfen Sie die Waage nicht benutzen.

### - Kristallwasser

Als Kristallwasser werden die Wassermoleküle in wasserhaltigen, kristallinen Verbindungen bezeichnet, die bei der Kristallisation aus wässriger Lsg. (meist unter Ausbildung von Wasserstoff-Brückenbindungen) in die Kristallstruktur integriert werden. Beim Austreiben des Wasser bricht die Kristallstruktur zusammen. Beispiel:  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ . Ist das Wasser in einer ionischen Verbindung unmittelbar an die Kationen gebunden, spricht man auch von Kationenwasser.

Aus einer wässrigen Lösung von Kupfersulfat,  $\text{CuSO}_4$ , kristallisiert das Kupfersulfat als blaues Pentahydrat,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ . Von den fünf Molekülen Kristallwasser des Hydrats sitzen vier in komplexer, quadratisch-planarer Cu-OH<sub>2</sub>-Bindung am Kupfer, das fünfte über H-Brücken am Sulfat-Ion:  $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . Bei 100 °C getrocknet, verlieren die Kristalle vier Mol Wasser; das so gebildete Monohydrat  $\text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  gibt das letzte Mol Wasser erst oberhalb von 200 °C ab. Die wasserfreie Verbindung  $\text{CuSO}_4$ , die sich bei höherem Erhitzen in schwarzes  $\text{CuO} + \text{SO}_3$  spaltet, ist weiß und nimmt unter Blaufärbung leicht wieder Wasser auf.



### Aufgabe:

Der Kristallwassergehalt eines unbekanntes Gemisches von Kupfersulfat-pentahydrat/Sand ist zu bestimmen (Angabe in %). Mit der ausgegebenen Probe werden drei Bestimmungen durchgeführt. Das Kristallwasser wird in Tiegel durch ein Luft-Wärme-Bad entfernt. Dazu müssen zunächst die Tiegel konstant getrocknet werden. In einigen Praktikumsgruppen erhalten die Studenten Tiegel, die bereits massekonstant gewogen wurden.

*Durchführung:*

a) Konstanttrocknen eines Tiegels

Der Porzellantiegel wird zuerst gereinigt und mit destilliertem Wasser ausgespült. Auf einem Luftbad wird er mindestens 15 Minuten erhitzt. Das Luftbad stellt man sich folgendermaßen zusammen: Ein Drahtnetz auf einen Dreifuß wird von einem Teclubrenner erhitzt. Auf das Drahtnetz setzt man ein Tondreieck mit nach unten gebogenen Drahtenden. Nun wird der Tiegel in das Tondreieck gehängt. Der Boden des Tiegels soll sich dabei ca. 1 cm über dem Drahtnetz befinden. Nach dem Erhitzen lässt man den Tiegel 3 bis 5 Minuten im freien Raum abkühlen und stellt ihn dann mit Hilfe einer sauberen Tiegelflange in einen vorbereiteten leeren Exsikkator. Hier muss der Tiegel ca. 25 Minuten abkühlen. Anschließend wird der Tiegel noch einmal in gleicher Weise erhitzt und gewogen. Dieser Vorgang muss so lange wiederholt werden, bis zwei aufeinanderfolgende Wägungen einen Massenunterschied von höchstens 0,3 mg ergeben.

b) Bestimmung des Kristallwassergehaltes

Das erhaltene Gemisch aus Kupfersulfat-pentahydrat und Sand wird in eine Reibschale fein pulverisiert (so wird der Austrieb des Kristallwassers erleichtert).

Dann wägt man in drei massekonstante Tiegel je ca. 300 mg der Analysenprobe ein. Der gefüllte offene Tiegel wird zunächst mit kleiner, dann mit größerer Flamme auf dem Luftbad erwärmt. Der Kristallwasseraustrieb ist beendet, wenn die blaue Farbe verschwunden ist. Man verfährt weiter, wie unter a) beschrieben, bis zur Massenkonzanz. Aus der Massendifferenz zwischen Einwaage und Auswaage wird der Kristallwassergehalt in Prozent berechnet.

α) Ergebnisse der Wägungen

	Tiegel 1	Tiegel 2	Tiegel 3
- Einwaage			
$m\{\text{Tiegel} + \text{Probe}(\sim 300 \text{ mg})\}$			
$- m(\text{Tiegel}) = m(\text{Einwaage})$			
- „Konstanttrocknen“ der Probe, Ermittlung der Auswaage			
Wägung 1			
Wägung 2			
Wägung 3			
$m\{\text{(konstant getrocknete Probe} + \text{Tiegel)} - m(\text{Tiegel})\}$ $= m(\text{Auswaage})$			

β) Berechnung der Masse des ausgetriebenen Kristallwassers in mg

	Tiegel 1	Tiegel 2	Tiegel 3
$\frac{m(\text{Einwaage}) - m(\text{Auswaage})}{\phantom{m(\text{Einwaage}) - m(\text{Auswaage})}}$ $= m(\text{Kristallwasser})$			

γ) Prozentgehalt an Kristallwasser

$= \frac{m(\text{Kristallwasser})}{m(\text{Einwaage})} \cdot 100 \%$			
Durchschnittlicher Prozentgehalt an Kristallwasser:		%	
Die Probe hat einen Kristallwassergehalt von		%.	