

Photometrische Bestimmung von Chrom als Chromat

Chemikalien:

H₂O₂, Natronlauge, Chrom-(III)-salz

Versuchsbeschreibung:

20 ml der erhaltenen Probelösung werden in ein 150 ml Becherglas pipettiert, mit 20 ml dest. Wasser verdünnt sowie 10 ml 1 molare Natronlauge und 5 ml 3% H₂O₂ Lösung (Oxidationsmittel) dazugegeben. Die Lösung wird erhitzt. Danach wird die Lösung in einen Messkolben gegeben und auf 100 ml aufgefüllt.

Kalibrierlösungen:

Kalibrierlösung 1 : 2 µg/100ml

Kalibrierlösung 2 : 4 µg/100ml

Kalibrierlösung 3 : 6 µg/100ml

Kalibrierlösung 4 : 8 µg/100ml

Ergebnisse der photometrischen Messung

Kalibrierlösung 1 : 0,227

Kalibrierlösung 2 : 0,451

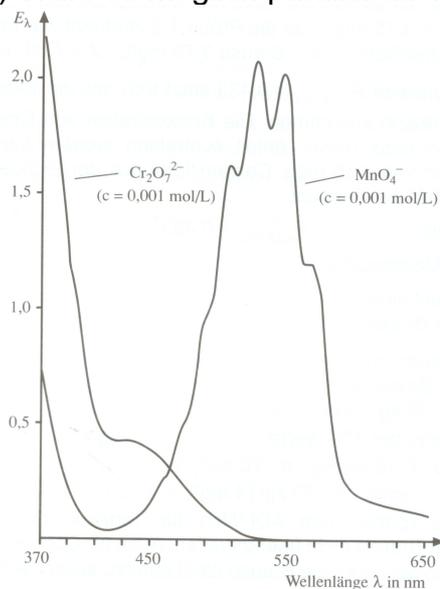
Kalibrierlösung 3 : 0,671

Kalibrierlösung 4 : 0,897

Probe in Doppelbestimmung : 0,486 und 0,487

Aufgaben:

- 1.) Ermitteln Sie das Ergebnis der Probe zeichnerisch.
- 2.) Berechnen Sie die Stoffmengenkonzentration der Probe.
- 3.) Wäre es möglich parallel auch Mangan zu bestimmen?



a) 4,3 µg/100 ml

b)

$$E = c_{(\text{Chrom})} \cdot d \cdot \varepsilon$$

$$\varepsilon = \frac{E}{d} \cdot \frac{M_{(\text{Chrom})} \cdot V}{m}$$

$c = \text{in mol/L}$ $V = \text{des Meßkolbens in L}$
 $d = \text{in cm}$ $M_{(\text{Chrom})} = 51,996 \text{ g/mol}$
 $m = \text{für die eingewogene Menge im Meßkolben in g}$
 $\varepsilon = \text{l/mol}\cdot\text{cm}$

$$\varepsilon_1 = 1 \text{ cm} \cdot \frac{0,227}{2 \cdot 10^{-6} \text{ g}} \cdot \frac{51,996 \text{ g/mol} \cdot 0,1 \text{ L}}{1} = 590154,6 \text{ L/mol}\cdot\text{cm}$$

$$\varepsilon_2 = 1 \text{ cm} \cdot \frac{0,451}{4 \cdot 10^{-6} \text{ g}} \cdot \frac{51,996 \text{ g/mol} \cdot 0,1 \text{ L}}{1} = 586254,9 \text{ L/mol}\cdot\text{cm}$$

$$\varepsilon_3 = 1 \text{ cm} \cdot \frac{0,671}{6 \cdot 10^{-6} \text{ g}} \cdot \frac{51,996 \text{ g/mol} \cdot 0,1 \text{ L}}{1} = 581488,6 \text{ L/mol}\cdot\text{cm}$$

$$\varepsilon_4 = 1 \text{ cm} \cdot \frac{0,897}{8 \cdot 10^{-6} \text{ g}} \cdot \frac{51,996 \text{ g/mol} \cdot 0,1 \text{ L}}{1} = 583005,2 \text{ L/mol}\cdot\text{cm}$$

$$\bar{\varepsilon} = 585225,8 \text{ L/mol}\cdot\text{cm}$$

$$c = \frac{E}{d \cdot \varepsilon} = \frac{0,487 \cdot \text{mol}}{1 \text{ cm} \cdot 585225,8 \text{ L}} = 8,3 \cdot 10^{-7} \text{ mol/L} = \mathbf{0,00083 \text{ mmol/L}} = \mathbf{0,83 \mu\text{mol/L}}$$

c) Mangan lässt sich direkt bestimmen, für Chrom müsste man die störende Extinktion von Mangan bei 370 nm ermitteln.

Aufgabe 2

a) 819,3 µg/100 ml

b)

$$\varepsilon_1 = 1 \text{ cm} \cdot \frac{0,152}{4 \cdot 10^{-4} \text{ g}} \cdot \frac{54,938 \text{ g/mol} \cdot 0,1 \text{ L}}{1} = 2087,6 \text{ L/mol}\cdot\text{cm}$$

$$\varepsilon_2 = 2280 \text{ L/mol}\cdot\text{cm}$$

$$\varepsilon_3 = 2280 \text{ L/mol}\cdot\text{cm}$$

$$\bar{\varepsilon} = 2215,7 \text{ L/mol}\cdot\text{cm}$$

c) $\frac{E}{d \cdot \varepsilon} = \frac{0,340 \cdot \text{mol}}{1 \text{ cm} \cdot 2215,7 \text{ L}} = 0,00015 \text{ mol/L} = 0,15 \text{ mmol/L}$

d) gelbgrün ; man sieht violett

Photometrische Manganbestimmung

Es handelt sich um einen Farbkomplex, der bei 530nm gemessen wird.

Für die Kalibrierung wurden folgende Werte gefunden:

Massenkonzentration	Extinktion
400 µg/100 mL	0,152
800 µg/100 mL	0,332
1200 µg/100 mL	0,498

$M(\text{Mn}) = 54,938 \text{ g/mol}$

Die Probe hat eine Extinktion von 0,340

- 1.) Bestimmen Sie die Massenkonzentration zeichnerisch.
- 2.) Berechnen Sie den Extinktionskoeffizienten.
- 3.) Berechnen Sie die Stoffmengenkonzentration.
- 4.) Welche Farbe hat der Komplex und welche Farbe sieht man?

Übungsaufgabe 3

- 1.) Instantpulver Orange enthält die Lebensmittelfarbstoffe Tartrazin und Gelborange S. Um aus dem Pulver ein Getränk herzustellen, muss man, nach Angabe des Herstellers, **100g Pulver in 1 L** Wasser einrühren. Von den beiden Farbstoffen darf man aus Gesundheitsgründen nur eine bestimmte Menge pro Tag einnehmen. Der ADI Wert für Tartrazin liegt bei 7,5 mg/kg·d und für Gelborange S bei 2,5 mg/kg ·d. Um zu berechnen, wie viel des Getränkes man pro Tag trinken darf, muss die Konzentration der Farbstoffe im Getränk bestimmt werden. Dies erfolgt photometrisch bei den Wellenlängen 423 und 512 nm. Bei **423nm** absorbieren **sowohl Tartrazin als auch Gelborange S**. Bei **512 nm** absorbiert **nur Gelborange S**. Zur Erstellung der Kalibriergeraden dienen die in der Tabelle angeführten Extinktionswerte.

Massenkonzentration in mg/ 1 L	2	4	6	8
Extinktionen für Tartrazin bei 423 nm	0,110	0,215	0,322	0,435
Extinktionen für Gelborange bei 423 nm	0,050	0,105	0,150	0,200
Extinktionen für Gelborange bei 512 nm	0,09	0,18	0,269	0,361

Für die Untersuchung der Probe wurden **1 g Pulver in 100ml** Wasser gelöst. Es ergab sich folgender Extinktionswert:

$E_{\text{Tartrazin bei 423}}: 0,436$

$E_{\text{Gelborange bei 512}}: 0,084$

- a) Zeichnen Sie die Kalibriergeraden von Tartrazin und Gelborange S bei 423nm und 512 nm. Ermitteln Sie dann die Massenkonzentration zeichnerisch (eintragen!!!!) und denken Sie an die Verdünnung.
- b) Wie viel darf man von dem Getränk zu sich nehmen (bei 70 kg Körpergewicht) ohne den Grenzwert zu überschreiten? Mit Rechnung !

Lösungen:

- a) 19,5 mg/L Gelborange (nach Abzug des Blindwertes von 0,045 und Berücksichtigung der Verdünnung)
73 mg Tartrazin/L
- b) 7,19 L für Tartrazin 8,97 L für Gelborange

Übungsaufgabe 4

Es soll der Ethanalgehalt in einer Zigarette ermittelt werden. Dies geschieht mit Hilfe einer Apparatur in der der Zigarettenrauch eingeblasen wird. Der Rauch wird durch eine Eisenlösung geleitet die sich dann durch Ethanal im Rauch blaugrün färbt.

Ergebnisse für die Kalibriergerade:

Massenkonzentration in mg/ 100ml	20	40	60	80
Extinktionen	0,150	0,302	0,452	0,600

- Die Extinktion des Ethanals lag bei der ersten Messung deutlich über 0,600. Man hat die Probe deshalb verdünnt (10% der Ursprungslösung). Die Extinktion lag dann bei 0,400. Warum kann man nicht einfach die Kalibriergerade verlängern, sondern muss verdünnen? **1,5P/**
- Ermitteln Sie die Massenkonzentration für die Probe zeichnerisch und denken Sie an die Verdünnung. **4P/**
- Berechnen Sie die molaren Extinktionskoeffizienten bei 1 cm Schichtdicke. Die molare Masse für Ethanal beträgt 44 g/mol. **4P/**
- Berechnen Sie die Konzentration c für die Probe. **4P/**

Lösungen :

- Das Lambert-Beersche Gesetz verläuft nur bei verdünnten Lösungen linear.
- 530 mg/100ml
-

$$\begin{aligned} \epsilon_1 &= \frac{0,150}{1 \text{ cm} \cdot 0,02 \text{ g}} = 33 \text{ L/ mol} \cdot \text{cm} \\ \epsilon_2 &= 33,22 \text{ L/ mol} \cdot \text{cm} \\ \epsilon_3 &= 33,15 \text{ L/ mol} \cdot \text{cm} \\ \epsilon_4 &= 33 \text{ L/ mol} \cdot \text{cm} \end{aligned}$$

$$\bar{\epsilon} = 33,1 \text{ L/ mol} \cdot \text{cm}$$

$$d) \quad c = \frac{E}{d \cdot \epsilon} = \frac{0,400}{1 \text{ cm} \cdot 33,1 \text{ L}} = 0,012 \text{ mol/ L} = 12,08 \text{ mmol/L}$$