

Protokoll

Mohrsches Salz

$$(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$$

Richard Möhn

Florian Noack

Januar 2011

Inhaltsverzeichnis

Vorbetrachtung	1
Durchführung	2
Auswertung	4
Literatur	5

Vorbetrachtung

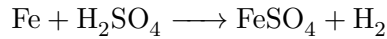
In der quantitativen Analytik wird die Titration mit Kaliumpermanganat für verschiedenste Bestimmungen eingesetzt. Leider haben Maßlösungen dieses Salzes die Eigenschaft, dass sie sich langsam zersetzen, wobei Braunstein ausfällt. Man muss daher immer die genaue Konzentration der Kaliumpermanganatlösung bestimmen (Titereinstellung), bevor man etwas damit titrieren kann.

Die früheste Methode, um die Konzentration der Kaliumpermanganatlösung zu ermitteln, war, eine Lösung einer bekannten Menge Eisen in Schwefelsäure damit zu titrieren. Allein, jene Eisen(II)-Lösung wird schon an der Luft zu Eisen(III) oxidiert, sodass man sie für jede Titerbestimmung aus Eisen und Schwefelsäure frisch herstellen musste. Denn auch das kristallisierte Salz ist

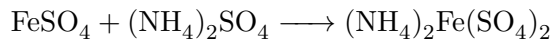


This work is licensed under the Creative Commons Attribution 3.0 Unported License. To view a copy of this license, visit <http://creativecommons.org/licenses/by/3.0/> or send a letter to Creative Commons, 444 Castro Street, Suite 900, Mountain View, California, 94041, USA.

nicht haltbar. Friedrich Mohr fand schließlich das nach ihm benannte Mohrsche Salz, Ammoniumeisen(II)-sulfat-Hexahydrat $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$. Um es zu erhalten, stellt man zuerst Eisen(II)-sulfat her:



Dieses setzt man dann mit Ammoniumsulfat um und lässt auskristallisieren:



Das Mohrsche Salz ist in fester Form viel haltbarer als Eisen(II)-sulfat. Man kann es daher lagern und braucht es nur in Wasser zu lösen, um eine Titereinstellung vornehmen zu können.

Dass Mohrsches Salz oxidationsbeständiger als Eisen(II)-sulfat ist, wird in der Literatur zwar immer angegeben, aber nie begründet. Nur Mohr selber stellt in seinem – übrigens durchaus unterhaltsamen – *Lehrbuch der chemisch-analytischen Titrirmethode*^[1, 149 ff.] die These auf, dass das »unstreitig seiner grossen Cohäsion« zu verdanken sei. Es ist also anzunehmen, dass die Kristallstruktur von $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ dem Eisen besseren Schutz bietet als die des $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$. Diese Vermutung wird gestützt von den außerdem in jener Quelle angeführten Tatsachen, dass die Lösungen beider Salze gleich anfällig seien und dass Kaliumeisen(II)-sulfat, bei dem also ebenfalls eine zusätzliche Ionensorte Teil des Kristallgitters ist, ähnlich beständig sei wie das Ammoniumeisen(II)-sulfat.

Durchführung

Synthesevorschrift Man löst 1 g Eisenspäne unter dem Abzug und leichtem Erwärmen in 17,5 ml 10%iger Schwefelsäure. Die entstandene Lösung wird filtriert und auf dem Wasserbad eingeeengt, bis sich eine Kristallhaut zu bilden beginnt. (Versuchsaufbau siehe Abbildung 1.) In einem zweiten Becherglas werden 2,4 g Ammoniumsulfat in 4 ml Wasser gelöst und ebenfalls auf dem Wasserbad bis zur Sättigung eingeeengt. Dann gießt man die Lösungen heiß in einer Porzellanschale zusammen und lässt über Nacht kristallisieren.

Die Kristalle werden abgesaugt. Aus der Mutterlauge wird durch weiteres Einengen eine zweite Fraktion gewonnen und ebenfalls abgesaugt. Das Salz wird mit 1,5 ml eiskaltem Wasser gewaschen und im Vakuum getrocknet.

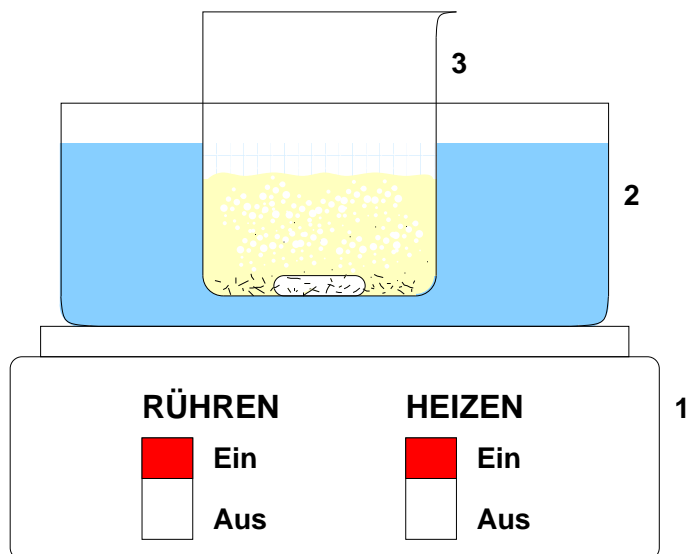


Abbildung 1: Versuchsaufbau: 1 – Magnetrührer mit Heizplatte, 2 – Wasserbad, 3 – Becherglas mit Eisenspänen und verdünnter Schwefelsäure

Chemikalien:

- Eisenspäne
- Schwefelsäure 10 %
- Ammoniumsulfat
- destilliertes Wasser

Geräte:

- zwei Bechergläser 25 ml
- Porzellanschale
- Magnetrührer mit Heizplatte
- Kristallisierschale für Wasserbad
- Rührfisch
- Nutsche
- Gummimanschette
- Saugflasche 100 ml
- Einhalskolben 50 ml
- Schliffolive

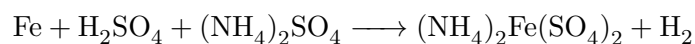


Abbildung 2: Mohrsches Salz^[2]

Beobachtung Es bildeten sich große, unregelmäßig geformte, bläulich-blassgrüne Kristalle. (Siehe Abbildung 2.) Weil sich an diesen nach einiger Zeit im Vakuum immer noch ziemlich viel Feuchtigkeit hielt, stellten wir das Salz in den Exsikkator. Der wurde leider samt Inhalt von einer gewissen Person zerstört, während wir nicht anwesend waren. Daher konnten wir kein Foto aufnehmen und den Eisengehalt nicht bestimmen. Allerdings hatten wir das Präparat vor dem Trocknen im Exsikkator schon einmal gewogen. Die erste Kristallfraktion hatte eine Masse von 7,0 g, die zweite von 0,7 g.

Auswertung

Ausbeuteberechnung Die Bruttoreaktionsgleichung lautet:



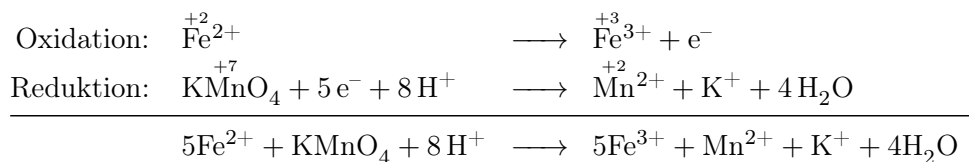
Die Edukte wurden stöchiometrisch eingesetzt; man kann also die Masse des Eisens von 1 g zur Berechnung heranziehen. Dessen molare Masse beträgt 55,9 g/mol. Nach $n = \frac{m}{M}$ ergibt sich eine ideal zu erhaltende Stoffmenge von 17,9 mmol. $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ hat eine molare Masse von 392,1 g/mol. Wenn man aus bekannten Gründen mit der Gesamtmasse des ungetrockneten Salzes von 7,7 g rechnet, so macht das $\frac{7,7 \text{ g}}{392,1 \text{ g/mol}} = 19,6 \text{ mmol}$.

Das als Ausbeute von über 100 % anzugeben, wäre Unsinn. Denn dass die er-

haltene Stoffmenge größer als die ideal zu erhaltende Stoffmenge ist, kann nur daran liegen, dass sich in dem abgewogenen Salz noch eine erhebliche Menge Wasser befand. Deswegen hatten wir es in den Exsikkator gestellt. Allerdings sollte man Mohrsches Salz laut [3] auch nicht zu scharf trocknen beziehungsweise in einer zu trockenen Atmosphäre aufbewahren. Denn der dabei auftretende Wasserverlust beschleunigt, wie man in dem Artikel vermutet, die Oxidation des Eisens.

Um die Trocknung zu erleichtern, kann man das Salz auch zerkleinern, bevor man es unter Vakuum setzt.

Eisengehaltsbestimmung Der Eisengehalt von Mohrschem Salz wird mittels der schon erwähnten Permanganometrie bestimmt. Es wird also in einer Titration das Eisen(II)-Salz mit Kaliumpermanganat zu Eisen(III) oxidiert:



Sobald sich die Lösung violett färbt, ist alles Eisen(II) zu Eisen(III) oxidiert und man kann aus dem Permanganatverbrauch den Eisengehalt der Probe berechnen. Wir konnten die Titration zwar nicht durchführen, doch soll hier wenigstens der theoretische Eisengehalt ermittelt werden. Wie schon gesagt, beträgt die molare Masse des Eisens 55,9 g/mol und die des Mohrschen Salzes 392,1 g/mol. Da nach der Summenformel $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ ein Mol Salz ein Mol Eisen enthält, ist der Eisenanteil gleich dem Verhältnis der beiden molaren Massen, also $\frac{55,9}{392,1} = 14,3\%$. Das stimmt vorzüglich mit dem vor mehr als 150 Jahren durch Mohr berechneten Wert überein.^[1, S. 150]

Literatur

- [1] F. Mohr, *Lehrbuch der chemisch-analytischen Titrimethode*, nach eigenen Versuchen und systematisch dargestellt, *Bd. 1, 2 Bde.*, Friedrich Vieweg und Sohn, Braunschweig, **1859**.
- [2] Mohrsches Salz, <http://www.michzu.de/laboraffen/salze/salze2.php?farbe=praep&bild=1> (besucht am 02.02.2011).
- [3] W. B. Guenther, *Analyst* **1987**, *112*, 1743–1745.

- [4] A. F. Hollemann, N. Wiberg u. andere, *Lehrbuch der Anorganischen Chemie*, de Gruyter, Berlin und New York, 101., bearb. und stark erw. Aufl., **1995**.
- [5] G. Jander, E. Blasius, *Lehrbuch der analytischen und präparativen anorganischen Chemie*, Hirzel, Stuttgart, 15., überarb. Aufl., **2002**.

Kolophon

Dieses Protokoll wurde mit L^AT_EX 2_ε unter Verwendung der Dokumentenklasse `scrartcl` von Markus Kohm erstellt. Der Satz der Summenformeln und Reaktionsgleichungen wurde durch die Pakete `mhchem` von Martin Hensel und `chemexec` von Clemens Niederberger stark erleichtert. Philip Lehmans `biblatex` diente dem Aufbau des Literaturverzeichnisses. Abbildung 1 wurde mit dem Programm Xfig erstellt.