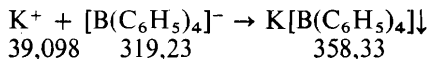


Bestimmung von Kalium als Kaliumtetraphenylborat

Reaktionsprinzip: Kaliumionen reagieren mit Tetraphenylborationen zu schwerlöslichem Kaliumtetraphenylborat, das gewogen wird.



Fällungs- und Wägeform = $\text{K}[\text{B}(\text{C}_6\text{H}_5)_4]$. Farbe: weiß.

$$K_L(20^\circ\text{C}) = c(\text{K}^+) \cdot c([\text{B}(\text{C}_6\text{H}_5)_4]) = 2,2 \cdot 10^{-8} \text{ mol}^2 \cdot \text{l}^{-2}$$

Optimale Fällungsbedingungen werden im pH-Bereich 4–5 und bei einer Fällungstemperatur von 70 °C erhalten.

Störende Ionen: NH_4^+ , Rb^+ , Cs^+ , Ag^+ , Ti^+ und Hg^{2+} müssen abwesend sein, da sie ebenfalls schwerlöslich fällen.

Verfahrensfehler: Der Nd. von $\text{K}[\text{B}(\text{C}_6\text{H}_5)_4]$ ist relativ voluminös u. neigt zur Mitfällung unmarkierter Fremdionen der Oxidationsstufen +2 u. höher. In Anwesenheit sehr großer Na^+ -Konz. sind die Auswaagen zu hoch, so daß der Nd. umzufallen ist.

Arbeitsgeräte: 400-ml-Bechergläser (hohe Form); Rührwerk; Wittscher Saugtopf; Glasfiltertiegel 63a G 4 oder 1 G 4; 10-ml-Bürette; Trockenschrank.

Reagenzien: 0,1 mol/l $\text{Na}[\text{B}(\text{C}_6\text{H}_5)_4]$ (in kaltem H_2O gelöst; $M = 342 \text{ g/mol}$); Waschlsg. 0,2 mol/l CH_3COOH mit 0,005 mol/l $\text{Na}[\text{B}(\text{C}_6\text{H}_5)_4]$; 2 mol/l CH_3COOH ; 2 mol/l NaOH . Reagenz-u. Waschlsg. vor Gebrauch durch Blaubandfilter filtrieren.

Arbeitsbereich: 1–0,1 mmol K (39–3,9 mg K).

Arbeitsvorschrift: Bis zu 40 ml neutrale Probelsg. (pH = 5–8) in Becherglas bringen. Zugabe von 10,0 ml NaOH ; 50 ml Lsg. 5 Min. lang kochen. 20,0 ml CH_3COOH zugeben u. mit H_2O auf 180 ml verdünnen (pH = $4,6 \pm 0,2$). Erwärmen auf 60–70 °C u. unter Rühren 20 ml $\text{Na}[\text{B}(\text{C}_6\text{H}_5)_4]$ -Lsg. im Verlaufe von 20 Min. eintropfen (Bürette). Unter Rühren erkalten lassen. Dekantierend über Glasfiltertiegel filtrieren. Klares F. zum Aufbringen der Niederschlagsreste verwenden. Waschen durch Auftropfen aus Pipette mit $5 \times 5 \text{ ml}$ Waschlsg. u. $2 \times 2 \text{ ml}$ H_2O . Konstanttrocknen 60 Min. u. danach in Intervallen von 30 Min. bei $115 \pm 5^\circ\text{C}$. Auswaage $m(\text{K}[\text{B}(\text{C}_6\text{H}_5)_4])$ in mg.

Berechnung:

$$m(\text{K}) = m(\text{KB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4) + \Delta m(\text{KB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4)$$

$$\Delta m(\text{KB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4) = 1,04 \text{ mg} \cdot (\text{Fehlerkorrektur für Verlust durch Löslichkeit})$$

$$\text{Umrechnungsfaktor} = \frac{M(\text{K})}{M(\text{KB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4)} = 0,10911$$

$$(\lg = 0,03787 - 1)$$