

Grundlagen der Chemie Teil II
SS 2002

Praktikumsprotokoll

Praktikum vom 15.05.2002

Versuch 15: Fällungstitation

Versuch 16: Komplexometrische Bestimmung mit EDTA

Von:

Annika Dettloff, Matrikelnr.: 200124116

Joanna Swidlinski, Matrikelnr. 200124158

Grundlagen der Chemie Teil II

Annika Dettloff, Matrikelnr.: 200124116
Joanna Swidlinski, Matrikelnr.: 200124158

Praktikum vom 15.05.2002

Versuch 16: Komplexometrische Bestimmung mit EDTA

Theoretische Grundlagen:

Atome streben durch Vereinigung mit anderen Atomen nach Edelgaskonfiguration. Innerhalb einer Verbindung erster Ordnung ist dieser Zustand erreicht, die Fähigkeit Bindungen einzugehen aber nicht erschöpft. Liegen in einem Molekül freie Elektronenpaare oder Orbitale vor findet eine Anlagerung von Atomen oder Molekülen statt. Die Verbindung erster Ordnung geht, unter Energiegewinn, über in eine Verbindung höherer Ordnung, dem Komplex oder der Koordinationsverbindung. Durch Vereinigung von mehreren „einfachen“ Komponenten entstehen Komplexe. Ein Komplex besteht immer aus einem Koordinationszentrum oder Zentralteilchen (meist Metallatom/ion) und einer Ligandenhülle (Ionen oder Moleküle). Die Anzahl von am Zentralteilchen gebundenen Liganden ist die Koordinationszahl. Typisch für Komplexe ist eine charakteristische Farbe. Da Komplexe auch nur geringfügig in die Ionen oder Moleküle dissoziieren, aus denen sie entstanden sind, bleiben die charakteristischen Reaktionen der Bestandteile ganz oder teilweise aus. Die Liganden, die sich um das Zentralteilchen anordnen, werden in einzähnige oder mehrzähnige Liganden unterteilt. Einzähnige Liganden besetzen nur eine Koordinationsstelle, während mehrzähnige Liganden mehrere Koordinationsstellen besetzen können und auch Chelatliganden (gr.: Krebschere, z.B.: EDTA) genannt werden. Die Liganden ordnen sich immer so an, dass sie den größtmöglichen Abstand zueinander einnehmen, da sich die geladenen Bindungen abstoßen. Die häufigsten Koordinationszahlen sind 2, 4, 6. Bei der KoZ 2 haben wir eine lineare Anordnung vorliegen, bei KoZ = 4 ist die Anordnung oktaedrisch, bei KoZ = 6 tetraedisch oder quadratisch planar. Bei der Komplexometrie handelt es sich um ein Titrationsverfahren, bei dem die Bildung von Komplexen genutzt wird, um Metallionenkonzentrationen zu bestimmen. In der Maßlösung werden Chelatliganden verwendet (EDTA). Die Grundlage ist die Bildung eines stabilen Metall-Chelat-Komplexes. EDTA ist hierbei in der Lage viele Metallkationen in oktaedrischer Koordination (6) zu komplexieren. Die Äquivalenzpunktbestimmung erfolgt durch Indikatoren. Hierbei bildet auch der Indikator einen Metall-Chelat-Komplex, der eine andere Farbe aufweist als der freie Indikator. Der Farbumschlag erfolgt also beim Zerfall des Metall-Indikator-Komplexes und gleichzeitiger Freisetzung des freien Indikators. Voraussetzung hierfür ist, dass der Metall-Indikator-Komplex weniger stabil als der Metall-EDTA-Komplex ist, so dass EDTA das Metall aus dem Indikator verdrängen kann. Diese Verdrängung ist auf eine Entropie-Zunahme, da Wasser frei wird, zurück zu führen und wird als Chelateffekt bezeichnet.

Verwendete Geräte:

Bechergläser
Pipette
Rührstäbchen
Magnetrührer

Verwendete Chemikalien:

Ammoniaklösung (25%) (NH_3) (ätzend, reizend; R: 34-37, S: 7-26-36/37/38-45)
Calconcarbonsäure ($\text{C}_{21}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_7\text{S}$)
Salzsäure verdünnt (HCl) (ätzend, reizend; R: 34-37, S: 26-36/37/39-45)
Titriplex III-Lösung $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8$ (= EDTA-Handelsname) (gesundheitsschädlich; R: 22-36/37/38, S: 37/39-26)
Natronlauge verdünnt (ätzend; R: 35, S: 26-36/37/49-45)

Eriochromschwarz T (reizend; R: 36)

Arbeitsvorschrift:

Die Probelösung wird in einem 100 ml Messkolben bis zum Eichstrich aufgefüllt. Dann werden 10 ml der Probelösung abpipettiert.

Bestimmung der Gesamthärte:

Die Gesamthärte setzt sich zusammen aus dem Gesamtgehalt an Calcium- und Magnesiumionen. Calcium und Magnesium werden auch als Härtebildner bezeichnet.

Es werden 1 ml 2 molare Salzsäure zugegeben und die Lösung dann gekocht, um CO₂ zu vertreiben. Nach dem Abkühlen (mit Eis beschleunigen) wird mit verdünnter Natronlauge neutralisiert. Der pH-Wert sollte sehr hoch eingestellt werden (pH=10) und anschließend durch Zugabe von 5 ml Ammoniak-Ammoniumchlorid-Puffer gepuffert werden. Nach Zugabe von 0,1 g Eriochromschwarz-T-NaCl als Indikator titriert man mit einer 0,1 molaren EDTA-Maßlösung von Rot nach Blau. Da die Geschwindigkeit der Komplexbildung langsam ist und der Farbumschlag schwer zu erkennen ist, sollte langsam titriert werden.

Bestimmung der Calciumkonzentration:

Man pipettiert wieder 10 ml der Probelösung ab und kocht sie nach Zugabe von 1 ml 2 molarer Salzsäure 1 min lang und neutralisiert nach dem Abkühlen mit Natronlauge. Danach setzt man 2 ml 2 molare Natriumhydroxidlösung zu. Anschließend wird Calconcarbonsäure-NaCl von 0,2 g als Indikator hinzu gefügt und mit einer 0,1 molaren Titriplex III-Lösung unter gutem Umschwenken (ohne Magnetrührer durchgeführt) von Rot nach Blau titriert. Die Farbe sollte sich nach Zugabe eines weiteren Tropfens der Maßlösung nicht mehr ändern.

Messergebnisse / Berechnungen:

1 ml Titriplex III-Lösung 0,1 mol/l = 4,008 mg Ca²⁺
1 ml Titriplex III-Lösung 0,1 mol/l = 2,4305 mg Mg²⁺

Gesamthärte:

Volumen_{Verbrauch} = 26 ml

Calciumkonzentration:

Volumen_{Verbrauch} = 11 ml

11 ml * 4,008 mg = 44,088 mg (für 10ml)
*10
= **440,88 mg (für 100 ml)**

Magnesiumkonzentration:

26 ml – 11 ml = 15 ml (Verbrauchsvolumen für Mg²⁺)

15 ml * 2,4305 mg = 36,4575 mg (für 10ml)
*10
= **364,575 mg (für 100ml)**

Die Gesamthärte entspricht dann einer Ca²⁺/Mg²⁺ - Konzentration von:

440,88 mg + 364,575 mg = **805,455 mg (für 100ml)**

Fragen / Auswertung:

Warum ist der pH-Wert bei komplexometrischen Bestimmungen von großer Bedeutung?

Zum vollständigen Reaktionsverlauf muss wegen der relativ kleinen Stabilitätskonstanten ein möglichst hoher pH-Wert eingehalten werden. Bei pH 12 kann Calcium allein neben Magnesium bestimmt werden, Magnesium fällt bei diesem pH-Wert und Abwesenheit von Stützliganden als schwerlösliches Hydroxid aus.

Was versteht man unter „Maskierung“?

Komplexe dissoziieren in wässriger Lösung oft in so geringem Maße, dass die typischen Ionenreaktionen der Bestandteile des Komplexes ausbleiben können, man sagt, die Ionen sind „maskiert“.

Was ist ein Puffer?

Pufferlösungen sind Lösungen, die auch bei Zugabe erheblicher Mengen Säure oder Base ihren pH-Wert nur wenig ändern. Sie bestehen aus einer schwachen Säure (Base) und einem Salz dieser schwachen Säure (Base).

Diskussion der Ergebnisse:

Da der Farbumschlag schwer zu erkennen war bzw. die Blaufärbung sich immer wieder auflöste, war es schwierig die Titration genau durchzuführen. Hinzu können Paralaxenfehler beim Füllen oder Ablesen der Bürette kommen.