



TECHNISCHE UNIVERSITÄT
CHEMNITZ

CHEMISCHES GRUNDPRAKTIKUM

Protokoll
«CfP5 - Massanalytische Bestimmungsverfahren
(Volumetrie)»

Martin Wolf

<martin.wolf@hrz.tu-chemnitz.de>

Betreuerin: Frau Sachse

Datum: 12.05.2006
8:00 Uhr bis 12:00 Uhr

Unterschrift, Martin Wolf

1 Allgemeine Grundlagen

Bei der Maßanalyse (Volumetrie) wird zu einer abgemessenen Lösung der zu bestimmenden Substanz (Titrand) eine solche Menge Reagenzlösung (Maßlösung, Titrator) bekannter Konzentration hinzugefügt, dass gerade ein quantitativer stöchiometrischer Umsatz erfolgt. Diese Verfahrensweise heißt Titrieren oder Titration. Das Titrieren erfordert neben der Volumenmessung der Reagenzlösung, das Vorliegen des stöchiometrischen Umsatzes, den Äquivalenzpunkt, erkennen zu können. Die verschiedenen volumetrischen Methoden werden sowohl nach der Art der ablaufenden chemischen Reaktionen (Säure-Base- bzw. Neutralisationstittation, Redoxittation, Komplexiometrische Titration u.a.), als auch nach der Art der Indikation des Äquivalenzpunktes (z.B. Farbindikation) unterschieden.

1.1 Volumetrische Berechnungen

Zur Berechnung der Stoffmenge und der Masse der gesuchten Substanz dienen die folgenden Gleichungen:

$$n = \eta \cdot F \cdot c \cdot V_V \cdot \frac{V_G}{V_M} \quad (1)$$

$$m = n \cdot M \quad (2)$$

Dabei ist η die zur Umsetzung benötigte Stoffmenge der Messsubstanz (diese ist der Reaktionsgleichung zu entnehmen), F der Faktor des Titrators, c die Konzentration des Titrators, V_V das verbrauchte Volumen des Titrators, V_M das Volumen der Messlösung (hier 20ml) und V_G das Gesamtvolumen des Titranden (hier 100ml).

1.2 Faktor des Titrators

Da es sehr schwierig ist, einen Titrator mit der erwünschten Konzentration herzustellen und da sich mit der Zeit die Konzentration ändern kann, führt man einen Faktor F ein, der diese Umstände berücksichtigt. F ist folgendermaßen definiert:

$$F = \frac{\text{theoretisch zu verbrauchendes Volumen}}{\text{wirklich verbrauchtes Volumen}} \quad (3)$$

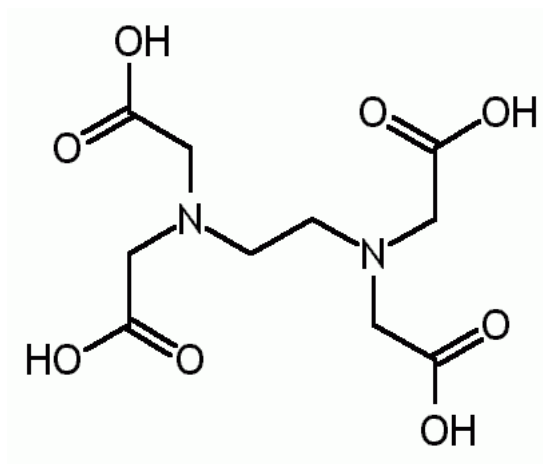
1.3 Indikatoren

Indikatoren sind Säuren oder Basen, die eine bestimmte Farbe haben, wobei die Säure und die korrespondierende Base unterschiedliche Farben haben. Fügt man einen Indikator einer sauren bzw. basischen Lösung hinzu, so färbt sich diese, je nachdem, welchen pH-Wert die Lösung hat und welchen Indikator man benutzt hat, unterschiedlich.

Eigenindikatoren sind Indikatoren, die gleichzeitig auch als Reaktionsstoff dienen. Bei der manganometrischen Titration ist z.B. Kaliummanganat ein Eigenindikator. Es reagiert mit Eisen(II), bis das Eisen vollständig umgesetzt ist. Zusätzliches Kaliummanganat färbt dann die Lösung rosa.

1.4 Ethylendiamintetraessigsäure (EDTA)

Das EDTA-Anion kann neben den beiden freien Elektronenpaaren des Stickstoffatoms auch vier Carboxyl-Gruppen für eine Komplexverbindung zur Verfügung stellen, sich also 6-fach an ein Kation binden. Es vermag so sehr stabile Komplexe auch mit solchen Kationen zu bilden, die wie beispielsweise Calcium eine äußerst geringe Tendenz zur Bildung von Komplexen haben. Komplexe dieser Art bezeichnet man auch als Chelatkomplexe, von griechisch Chele = Krepsschere. EDTA bildet besonders stabile Komplexe mit Cu^{2+} , Fe^{3+} und Co^{3+} . Die freie Säure ist schlecht löslich, vor allem bei tiefem pH, die Salze sind dagegen sehr gut in Wasser löslich. Die Strukturformel von Ethylendiamintetraessigsäure hat folgende Gestalt:



2 Durchführung und Auswertung des Experimentes

Als Probensubstanzen habe ich die **Proben Nr. 1** gewählt.

2.1 Neutralisationstitation

Bestimmung von Salzsäure mit Natronlauge gegen Phenolphthalein



Der Maßkolben mit der Säurelösung wird mit destilliertem Wasser aufgefüllt, bis der untere Meniskus der Flüssigkeitsoberfläche die Eichmarke genau erreicht. Anschließend wird der Kolbeninhalt durch intensives Umschütteln gemischt. Dann entnimmt man dem Maßkolben 3 Proben mit einer 20ml Pipette und überführt jede Probe in einen Erlenmeyerkolben.

Zur Probe gibt man etwas destilliertes Wasser und 2-3 Tropfen Phenolphthalein als Indikator. Dabei bleibt die Lösung farblos. Dann titriert man mit der Lauge über einer weißen Unterlage mit 0,1 M NaOH unter ständigem Schütteln bis zur schwachen Rotfärbung.

Der Mittelwert des Titrator-Verbrauches aus den drei Parallelbestimmungen dient der Berechnung.

η	F	$c/\frac{\text{mol}}{\text{l}}$	$M/\frac{\text{g}}{\text{mol}}$
1	1,0	0,1	36,5

Tabelle 1: Reaktionskonstanten bei der Neutralisationstitation

	V_1/ml	V_2/ml	V_V/ml	$\overline{V_V}/\text{ml}$
1	10,0	12,0	2,0	
2	12,0	14,0	2,0	2,0
3	14,0	16,0	2,0	

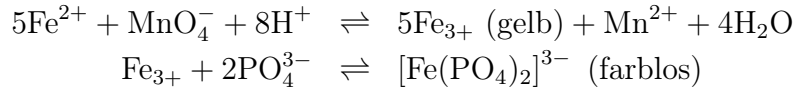
Tabelle 2: Messwerte - Neutralisationstitation

Mit den Werten aus den Tabellen 1 und 2 und den Gleichungen 1 und 2 lässt sich schließlich die Stoffmenge und die Masse der Salzsäure bestimmen. Es folgt:

$$\begin{aligned}n_{\text{HCl}} &= 1,0\text{mmol} \\m_{\text{HCl}} &= 36,5\text{mg}\end{aligned}$$

2.2 Manganometrische Titration

Bestimmung von Eisen(II)-Ionen mit Kaliummanganat(VII) in schwefelsaurer Lösung



Der Maßkolben mit der Säurelösung wird mit destilliertem Wasser aufgefüllt, bis der untere Meniskus der Flüssigkeitsoberfläche die Eichmarke genau erreicht. Anschließend wird der Kolbeninhalt durch intensives Umschütteln gemischt. Dann entnimmt man dem Maßkolben 3 Proben mit einer 20ml Pipette und überführt jede Probe in einen Erlenmeyerkolben.

Zur Probe gibt man 10ml 25%-ige Schwefelsäure (H_2SO_4) und verdünnt etwas durch Zugabe von destilliertem Wasser. Zur Komplexbildung fügt man 5ml 25%-ige Salpetersäure (H_3PO_4) hinzu. Dann titriert man über einer weißen Unterlage mit 0,02 M Kaliummanganat (KMnO_4) unter Schütteln bis zur schwachen Rosafärbung, verursacht durch die Eigenfärbung vom Kaliummanganat.

Der Mittelwert des Titrator-Verbrauches aus den drei Parallelbestimmungen dient der Berechnung.

η	F	$c/\frac{\text{mol}}{\text{l}}$	$M/\frac{\text{g}}{\text{mol}}$
5	1,0	0,02	55,85

Tabelle 3: Reaktionskonstanten bei der manganometrischen Titration

	V_1/ml	V_2/ml	V_V/ml	$\overline{V_V}/\text{ml}$
1	5,05	13,20	8,15	7,85
2	13,20	21,25	8,05	
3	5,70	13,05	7,35	

Tabelle 4: Messwerte - Manganometrische Titration

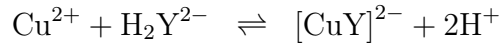
Mit den Werten aus den Tabellen 3 und 4 und den Gleichungen 1 und 2 lässt sich schließlich die Stoffmenge und die Masse des Eisens bestimmen. Es folgt:

$$n_{\text{Fe}^{2+}} = 3,9\text{mmol}$$

$$m_{\text{Fe}^{2+}} = 219,2\text{mg}$$

2.3 Komplexometrische Titration

Bestimmung von Kupfer(II) mit Komplexon-III gegen Murexid



Der Maßkolben mit der Säurelösung wird mit destilliertem Wasser aufgefüllt, bis der untere Meniskus der Flüssigkeitsoberfläche die Eichmarke genau erreicht. Anschließend wird der Kolbeninhalt durch intensives Umschütteln gemischt. Dann entnimmt man dem Maßkolben 3 Proben mit einer 20ml Pipette und überführt jede Probe in einen Erlenmeyerkolben.

Zur Probe gibt man ca. 10ml Pufferlösung $\text{pH} = 8,3$ ($\text{NH}_4\text{Cl} : \text{NH}_4\text{OH} = 10 : 1$) und verdünnt mit destilliertem Wasser, bis das Flüssigkeitsvolumen etwa 150ml erreicht hat. Zur Lösung fügt man eine kleine Spatelspitze Indikator Murexid-Kochsalzgemisch ($\text{NaCl} : \text{Murexid} = 100 : 1$) zu und schwenkt vorsichtig um, bis die Lösung eine grüngelbe Färbung angenommen hat. Danach titriert man sofort unter ständigem Umschwenken mit 0,01 M Komplexon-III-Lösung über einer weißen Unterlage bis zur auftretenden Violettfärbung, gegen Titrationsende langsam.

Der Mittelwert des Titrator-Verbrauches aus den drei Parallelbestimmungen dient der Berechnung. Durch einen Abfüllfehler meinerseits hat das Titrand leider nur für 2 Messungen gereicht. Die Messwerte liegen dafür aber recht dicht bei einander.

η	F	$c/\frac{\text{mol}}{\text{l}}$	$M/\frac{\text{g}}{\text{mol}}$
1	1,0256	0,01	63,55

Tabelle 5: Reaktionskonstanten bei der komplexometrischen Titration

	V_1/ml	V_2/ml	V_V/ml	$\overline{V_V}/\text{ml}$
1	5,0	20,4	15,4	15,3
2	20,4	35,6	15,2	
3	—	—	—	

Tabelle 6: Messwerte - Komplexometrische Titration

Mit den Werten aus den Tabellen 5 und 6 und den Gleichungen 1 und 2 lässt sich schließlich die Stoffmenge und die Masse des Kupfers bestimmen. Es folgt:

$$\begin{aligned} n_{\text{Cu}^{2+}} &= 0,8\text{mmol} \\ m_{\text{Cu}^{2+}} &= 49,9\text{mg} \end{aligned}$$