

## 8. Protokoll

### - Komplexometrie -

#### Thema/Aufgabe:

Komplexometrische Titration von Calcium mit EDTA gegen Eriochromschwarz-T

#### Arbeitsvorschrift:

Titrationen gegen ErioT werden bei pH=10 durchgeführt. Der Umschlag erfolgt von Rot (Metallkomplex) nach Blau (freier Indikator). Durch Zusatz einiger Tropfen Methylrotlösung kann man die Umschlagsfarben in den Komplementärfarben Orangerot-Grün (mit neutralgrauem Zwischenton) umwandeln.

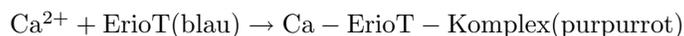
Zur Pufferung dient ein  $\text{NH}_3/\text{NH}_4\text{Cl}$ -Puffer. Davon werden je Probe 5mL zugesetzt. Wird der Indikator als Verreibung mit  $\text{NH}_4\text{Cl}$  verwendet, kann durch Zutropfen von  $\text{NH}_3$  auf pH=10 gepuffert werden.

#### Theoretische Grundlagen der Analyse:

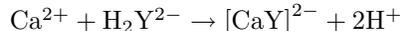
Bei dieser Titration liegt eine Komplexbildungs-Titration (Chelatometrie, Komplexometrie) vor, der eine Komplexbildungsreaktion von  $\text{Ca}^{2+}$ -Ionen mit dem sechszähligen Chelatbildner EDTA zugrunde liegt. Aufgrund der geringen Stabilität des Ca-EDTA-Komplexes ist die Titration nur bei einem pH-Wert von annähernd 10 möglich, da die meisten zweiwertigen Metallkationen mit EDTA geringere Komplexstabilitäten aufweisen. Diese reagieren unter stark sauren Bedingungen nicht, so dass mit einem Puffer (Ammoniumchlorid/Ammoniak) der pH-Wert konstant gehalten werden muss.

Als Metallindikator wird Eriochromschwarz-T ( $\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{N}_3\text{NaO}_7\text{S}$ ) verwendet (Triphenylmethan-Farbstoff mit chelatbildenden Iminodiacetat-Gruppen; in saurer Lösung gelb).

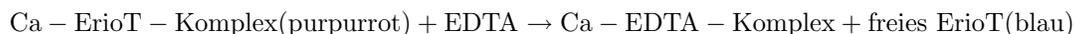
Ein Teil des Calcium der Probelösung bildet mit dem zugesetzten Indikator einen purpurroten Chelatkomplex:



Das freie überschüssige Calcium reagiert mit dem EDTA (eigentliche Titrationsreaktion):



Am Äquivalenzpunkt ist alles freie  $\text{Ca}^{2+}$  wegtitriert und der stärkere Komplexbildner EDTA zerlegt dann den weniger stabilen Metall-Indikator-Komplex:



Visuelle Endpunktindikation durch Farbumschlag des Metallindikators purpurrot  $\rightarrow$  blau. Der Umschlag erfolgt beim Calcium eher unscharf.

#### Entsorgung:

Die restliche Analysenlösung wird in den Sammelbehälter für flüssige anorg. Rückstände, schwermetallhaltig gegeben. Die austitrierten Probelösungen kommen in den Sammelbehälter für schwermetallhaltige Lösungen der komplexometrischen Titration mit EDTA.

#### Geräte/Chemikalien:

Stoff	Symbol	R-Sätze	S-Sätze
Erio T	N,Xi	36-51/53	26-61
$\text{Na}_2\text{EDTA}$	Xn	22-36/37/38	26-36

- Stativ + Klemme
- Bürette
- Maßkolben (100ml)
- Becherglas
- Erlenmeyerkolben
- Messpipette/Messzylinder
- Trichter

**Messwerte:**

Nr.	Verbrauch an EDTA
1	9,2mL
2	9,1mL
3	9,15mL
3	8,95mL

**Berechnung**

Verbrauch:  $\bar{x} = 9,1\text{mL}$

$$\begin{aligned}n(\text{EDTA}) &= c(\text{EDTA}) \cdot V(\text{EDTA}) = \text{mmol} \\ &= 0,01\text{mol/L} \cdot 9,1\text{mL}\end{aligned}$$

$$n(\text{EDTA}) = n(\text{Ca}) = 0,091\text{mmol}$$

$$\begin{aligned}m(\text{Ca}) &= n(\text{Ca}) \cdot M(\text{Ca}) \cdot 10 \\ &= 0,091\text{mmol} \cdot 40,08\text{g/mol} \cdot 10\end{aligned}$$

$$m(\text{Ca}) = \underline{\underline{36,47\text{mg}}}$$

⇒ Somit befinden sich in der Probelösung 36,47mg Calcium.

**Datum/Unterschrift:**