

## Protokoll: Bestimmung von Blei durch Rücktitration

**Durchführung:**02.07.03

**Aufgabenstellung:** Ermittlung des Bleigehaltes der Lösung durch Rücktitration

**Geräte:** - Bürette  
- Erlenmeyerkolben  
- Vollpipette

**Chemikalien:** - EDTA  
- Eriochromschwarz T  
-  $\text{NH}_3/\text{NH}_4\text{Cl}$ - Puffer  
- Magnesiumsulfatlösung

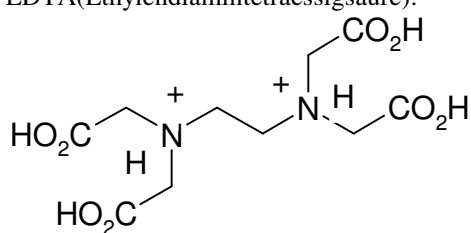
### **Arbeitsanweisung:**

Die schwach saure Lösung wird mit einem abgemessenen Überschuß an EDTA- Maßlösung versetzt. Dann wird Eriochromschwarz T zugefügt, auf pH 10 gepuffert und mit eingestellter Magnesiumsulfatlösung zurücktitriert (Farbumschlag von Blau nach Rot). Die Metallsalzlösung ist vorher gegen EDTA einzustellen.

### **Theorie:**

Metallionen sind Lewis- Säuren, die Elektronenpaare von Liganden (Lewis-Base) aufnehmen.

Wenn ein Ligand mehr als eine Bindung zum Zentralatom ausbilden kann ist er mehrzählig, bzw. wird auch Chelatbildner genannt. Ein Beispiel für einen Chelatbildner ist das hier verwendete EDTA. Es kann mit vielen Metallionen 1:1 Komplexe bilden, wobei die Bindung über vier Sauerstoff- und zwei Stickstoffatome erfolgt. EDTA(Ethylendiamintetraessigsäure):



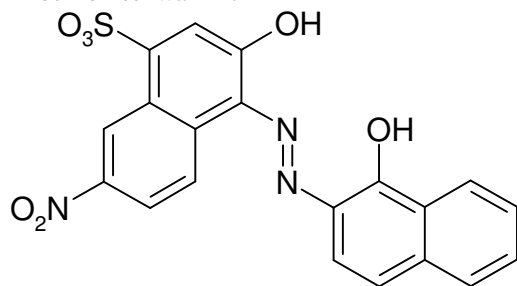
Zur Indikation des Äquivalenzpunktes werden bei EDTA Titrationen gewöhnlicherweise Metallindikatoren verwendet. Ein Metallindikator ändert seine Farbe bei der Komplexierung von Metallionen. Er muss um als Indikator verwendet werden zu können das Metallion weniger stark binden als dies EDTA tut.

Bei der durchzuführenden Titration wird Eriochromschwarz T als Indikator verwendet und zur Rücktitration eine Magnesiumsulfatlösung.

Dabei bildet sich solange genügend freies (d.h. nicht mit Blei komplexiertes)EDTA vorliegt der Magnesium-EDTA –Komplex. Der Indikator liegt unkomplexiert (blau) in der Lösung vor.

Am Endpunkt der Rücktitration ist alles EDTA gebunden, das weiter zugegebene Magnesium bildet mit Eriochromschwarz T einen Komplex der eine rote Farbe zeigt.

Eriochromschwarz T:



Bei einer Rücktitration wird der zu titrierenden Lösung ein genau abgemessener Überschuß an EDTA zugesetzt. Das überschüssige EDTA wird dann mit einer Metallionenlösung genau bekannter Konzentration titriert. Aus der verbrauchten Menge Metallionenlösung (hier Magnesiumionen) kann dann die Analytkonzentration berechnet werden.

**Messergebnisse und Auswertung:**

Verbrauchtes Magnesiumsulfatlösung:

$$V_1 = 4\text{ml} \quad V_2 = 4\text{ml} \quad V_3 = 4\text{ml} \quad V_4 = 4\text{ml}$$

$$\text{Mittelwert: } \bar{V} = 4\text{ml}$$

$$n(\text{EDTA}) = V_{\text{Überschuß}}(\text{EDTA}) \cdot c(\text{EDTA})$$

$$V_{\text{Überschuß}}(\text{EDTA}) = 10\text{ml} \quad c(\text{EDTA}) = 0,01\text{mol/l}$$

$$n(\text{EDTA}) = 10^{-4}\text{mol}$$

$$n(\text{MgSO}_4) = V_{\text{titriert}}(\text{MgSO}_4) \cdot c(\text{MgSO}_4)$$

$$V_{\text{titriert}}(\text{MgSO}_4) = 4\text{ml} \quad c(\text{MgSO}_4) = 0,01\text{mol/l}$$

$$n(\text{MgSO}_4) = 4 \cdot 10^{-5}\text{mol}$$

$$n(\text{Pb}) = n(\text{EDTA}) - n(\text{MgSO}_4) = 10^{-4}\text{mol} - 4 \cdot 10^{-5}\text{mol} = 6 \cdot 10^{-5}\text{mol}$$

$$m(\text{Pb}) = n(\text{Pb}) \cdot M(\text{Pb}) \cdot 10 = 0,12432\text{g}$$

$$\mathbf{m(\text{Pb}) = 124,32\text{mg}}$$

**Fehlerbetrachtung:**

Da bei der Titration immer das gleiche Volumen Magnesiumsulfatlösung verbraucht wurde, und das ermittelte Ergebnis bis auf die erste Kommastelle mit dem wahren Wert übereinstimmt, ist eine Fehlerbetrachtung nicht nötig.

**Entsorgung:**

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