

8. Protokoll

- Komplexometrie -

Thema/Aufgabe:

Komplexometrische Titration von Bismut mit EDTA gegen Xylenorange

Arbeitsvorschrift:

Bismut wird in schwach mineral-saurer Lösung titriert (0,2M HNO₃; pH=1 bis 2). Nach Zugabe der Indikatorverreibung titriert man bis zum Umschlag von Rot nach Zitronengelb. Da die meisten zweiwertigen Metalle unter diesen Bedingungen keine EDTA-Komplexe bilden, kann Bismut auf diese Weise z.B. neben Pb, Zn oder Co bestimmt werden.

Theoretische Grundlagen der Analyse:

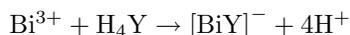
Bei dieser Titration liegt eine Komplexbildungs-Titration (Chelatometrie, Komplexometrie) vor, der eine Komplexbildungsreaktion von Bi³⁺-Ionen mit dem sechszähligen Chelatbildner EDTA zugrunde liegt. Aufgrund der großen Stabilität des Bi-EDTA-Komplexes ist die Titration selbst in stark saurer Lösung bei pH 1 möglich und da die meisten zweiwertigen Metallkationen mit EDTA geringere Komplexstabilitäten aufweisen, reagieren diese unter stark sauren Bedingungen nicht, so dass es möglich ist Bi selektiv neben Pb, Zn, Co usw. (siehe Aufgabenstellung) zu bestimmen.

Als Metallindikator wird Xylenorange (C₃₁H₂₈N₂Na₄O₁₃S) verwendet (Triphenylmethan-Farbstoff mit chelatbildenden Iminodiacetat-Gruppen; in saurer Lösung gelb).

Ein Teil des Bismuts in der Analysenlösung bildet mit dem zugesetzten Indikator ein rotes Chelat:



Das freie überschüssige Bismut reagiert mit dem (in stark saurer Lösung vollständig protonierten) EDTA (eigentliche Titrationsreaktion):



Am Äquivalenzpunkt ist alles freie Bi³⁺ wegtitriert und der stärkere Komplexbildner EDTA zerlegt dann den weniger stabilen Metall-Indikator-Komplex:



Visuelle Endpunktindikation durch Farbumschlag des Metallindikators rot → gelb.

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
HNO ₃ (0,2M)	C	R 35	S 23-26-36/37/39-45
Xylenorange	Xi	36/37/38	26-36
Na ₂ EDTA	Xn	22-36/37/38	26-36

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

Messwerte:

Nr.	Verbrauch an EDTA in mL
1	4,8
2	4,9
3	4,7
3	4,8

Berechnung

Verbrauch: $\bar{x} = 4,8 \text{ mL}$

$$\begin{aligned}n(\text{EDTA}) &= c(\text{EDTA}) \cdot V(\text{EDTA}) = \text{mmol} \\ &= 0,01 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \cdot 4,8 \text{mL}\end{aligned}$$

$$n(\text{EDTA}) = n(\text{Bi}) = 0,048 \text{mmol}$$

$$\begin{aligned}m(\text{Bi}) &= n(\text{Bi}) \cdot M(\text{Bi}) \cdot 10 \\ &= 0,048 \text{mmol} \cdot 208,98 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \cdot 10\end{aligned}$$

$$m(\text{Bi}) = \underline{\underline{100,3 \text{ mg}}}$$

⇒ Somit befinden sich in der Probelösung 100,3 mg Bismut.