

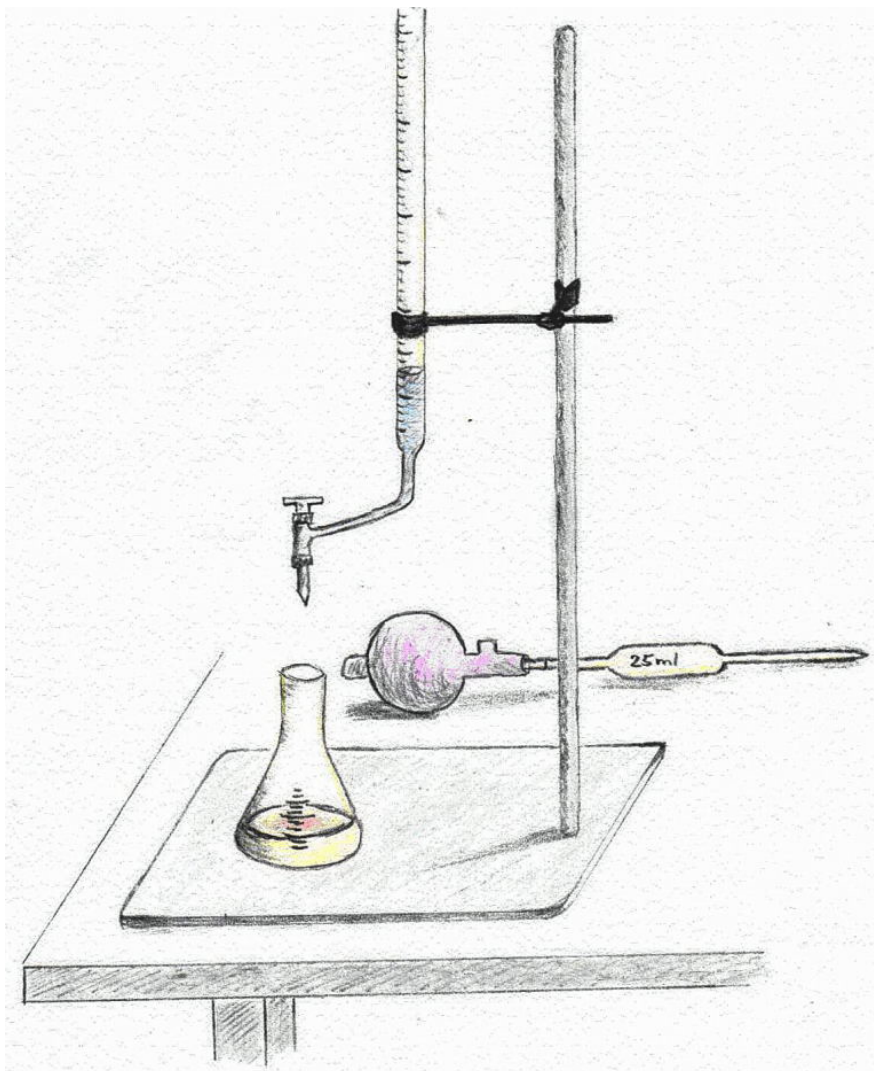
Was ist eine Titration?

Von Kathrin Brcic Kostic

Die Titration ist eines der vielen quantitativen Bestimmungsverfahren für gelöste Substanzen. Hierbei wird die Menge einer in einem Lösungsmittel gelösten Substanz ermittelt. Die alles entscheidende Frage lautet also:

Wie viel ist drin (liegt vor)?

Die Antworten können sich auf die Konzentration der gelösten Substanz $c(S)$, auf die Stoffmenge $n(S)$ oder die Masse $m(S)$ beziehen.



Wichtige Voraussetzungen für eine genaue Titration sind:

- ✚ Genaues Arbeiten: Also keine ungefähren Mengenangaben machen.
Bsp.: 95,7 mL \approx 100 mL falsch!
 99,9 mL \approx 100 mL richtig!

⇒ so genau wie möglich ablesen, messen, abwiegen – also Fehler minimieren)
Um Fehler zu vermeiden werden Titrationsen in den meisten Fällen mindestens dreimal durchgeführt und die erhaltenen Werte werden gemittelt.
- ✚ Saubere Geräte: Es sollten sich keine Fremdkörper in den zu verwendenden Gefäßen oder Messgeräten befinden.
Bsp.: Sämtliche Geräte (wie Pipetten, Messkolben, Büretten usw.) sollten fettfrei sein und mit der Lösung vorgespült werden, mit der sie befüllt werden sollen.
- ✚ Möglichst konstante Bedingungen sollen vorliegen.
Es ist unvorteilhaft eine Titration draußen und bei Regen durchzuführen. Es muss immer in geeigneten Räumen (Labor) gearbeitet werden.
- ✚ Es muss ein eindeutiger und schneller Reaktionsverlauf stattfinden, das heißt, es dürfen keine Stoffe vorhanden sein, die die für die Mengenbestimmung wichtige Reaktion beeinflussen (behindern) können. Des Weiteren muss die Reaktion „schnell“ ablaufen; die vollständige Umsetzung sollte nicht mehrere Stunden oder Tage dauern. Wenn möglich oder notwendig, kann man einen Katalysator zur „Reaktionsbeschleunigung“ einsetzen.
- ✚ Es ist sehr wichtig den Endpunkt einer Titration zu kennen und – vor allem – zu erkennen.
Bsp.: Am Äquivalenzpunkt sollte ein erkennbarer Farbumschlag stattfinden, zum Beispiel von farblos nach rot.

Die einzelnen Titrationsarten

1. Säure-Base-Titration
2. Redoxtitration
3. Fällungstitration
4. Komplextometrische Titration

1. Säure-Base-Titration

Bei einer Säure-Base-Titration wird (wie der Name schon sagt) eine Säure gegen eine Base titriert oder umgekehrt. Dabei ist darauf zu achten, welche Säuren und Basen man gegeneinander titriert:

- ✚ Starke Säure mit einer starken Base (Beispiel: HCl und NaOH)
- ✚ Schwache Säure mit starker Base (Beispiel: Essigsäure und NaOH)

🚦 Mehrprotonige Säure mit starker Base (Beispiel: Phosphorsäure und NaOH)

Anhand des pH-Wertes kann man den Endpunkt (Äquivalenzpunkt) der Titration feststellen. Die Säure-Base-Titration wird mit einem Indikator durchgeführt, der an dem Äquivalenzpunkt einen Farbumschlag anzeigt.

Man kann auch mit Hilfe einer Glaselektrode und eines Computers eine genauere Säure-Base-Titration durchführen, dabei wird eine pH-Kurve auf dem Computer erstellt, durch welche man den Äquivalenzpunkt durch einen „pH-Sprung“ genau bestimmen kann.

Das Prinzip der Säure-Base-Titration mit Indikator (Volumetrie) ist folgendes:

Wir haben eine Säure, zu der wir einen Indikator geben. Also haben wir H^+ -Ionen in einer Lösung und geben nun eine Lauge hinzu, also OH^- -Ionen. Es werden einige H^+ -Ionen durch die zugegebenen OH^- -Ionen neutralisiert. Daraus folgt: Der pH-Wert steigt. Angenommen der Indikator zeigt einen Farbumschlag bei $pH = 7$. Dann geben wir nun so lange die Lauge hinzu, bis der pH-Wert auf 7 gestiegen ist, also der Farbumschlag erfolgt.

Durch die genaue Messung der zugegebenen Lauge, können wir feststellen, wie viele OH^- -Ionen nötig waren, um die H^+ -Ionen zu neutralisieren.

Haben wir zum Beispiel eine Säure unbekannter Konzentration, so brauchen wir das genaue Volumen der Säure, die Konzentration der Lauge und deren Volumen (erhalten wir durch die Titration). Dann können wir die Konzentration der Säure berechnen, da $n(\text{Säure}) = n(\text{Base})$ und $n = c \cdot V$ folgt:

$$c(\text{Säure}) \cdot V(\text{Säure}) = c(\text{Base}) \cdot V(\text{Base})$$
$$c(\text{Säure}) = \frac{c(\text{Base}) \cdot V(\text{Base})}{V(\text{Säure})}$$

Analog funktioniert die Säure-Base-Titration auch mit einer Lauge unbekannter Konzentration oder Volumen. Wir geben dann eine Säure hinzu, was zur Folge hat, dass der pH-Wert bis zum Eintreten des Farbumschlag absinkt.

Ein Beispiel für eine Säure-Base-Titration mit Indikator:

- Benötigte Geräte: Vollpipette (25 mL)
Bürette + Stativ
Peleusball
3 Erlenmeyerkolben (100 mL)

- Benötigte Chemikalien: Natronlauge unbekannter Konzentration (NaOH)

$$\text{Salzsäure (HCl)} \left(c = 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \right)$$

Phenolphthalein

demineralisiertes Wasser

Versuchsdurchführung:

Wir füllen die Natronlauge im Messkolben mit demineralisiertem Wasser auf 100 mL auf, pipettieren dann je 25 mL der Lösung in die drei Erlenmeyerkolben und geben je 2-3 Tropfen Phenolphthalein hinzu.

Die Bürette füllen wir sachgemäß mit Salzsäure auf.

Nun geben wir so lange Salzsäure in den ersten Erlenmeyerkolben bis der Farbumschlag von rosa nach farblos erfolgt. Wir notieren das zugetropfte Volumen der Salzsäure genau.

Der Versuch wird dreimal durchgeführt, um genaue Messergebnisse zu erzielen.

Versuchsauswertung:

NaOH unbekannter Konzentration wird mit HCl titriert. $c(\text{HCl}) = 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}}$

1. Titration: $V_1(\text{HCl}) = 15,2 \text{ mL} = 0,0152 \text{ L}$

2. Titration: $V_2(\text{HCl}) = 15,2 \text{ mL} = 0,0152 \text{ L}$

3. Titration: $V_3(\text{HCl}) = 15,1 \text{ mL} = 0,0151 \text{ L}$

Rechnung:

Mittelwertberechnung:

$$V_M(\text{HCl}) = \frac{V_1(\text{HCl}) + V_2(\text{HCl}) + V_3(\text{HCl})}{3} = \frac{15,2 \text{ mL} + 15,2 \text{ mL} + 15,1 \text{ mL}}{3} = 15,1\bar{6} \text{ mL} = 0,0151\bar{6} \text{ L}$$

Stoffmengenberechnung:

$$n(\text{HCl}) = V_M(\text{HCl}) \cdot c(\text{HCl}) = 0,0151\bar{6} \text{ L} \cdot 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} = 0,00151\bar{6} \text{ mol} = 1,51\bar{6} \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

In 25 mL Lösung sind $0,00151\bar{6} \text{ mol}$ H^+ -Ionen also auch $0,00151\bar{6} \text{ mol}$ OH^- -Ionen.

Es folgt: In 100 mL Lösung sind $0,00151\bar{6} \text{ mol} \cdot 4 = 6,0\bar{6} \cdot 10^{-3} \text{ mol}$ OH^- -Ionen.

Die molare Masse von NaOH ist:

$$\text{Na} = 22,990$$

$$\text{O} = 15,999 \quad \Rightarrow \quad 22,990 + 15,999 + 1,0079 = 39,9969 \approx 40 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$\text{H} = 1,0079$$

Daraus können wir die Masse m von NaOH in der Lösung bestimmen:

$$m(\text{NaOH}) = n(\text{NaOH}) \cdot M(\text{NaOH}) = 6,06 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \cdot 40 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 0,2426 \text{ g} = 242,6 \text{ mg}$$

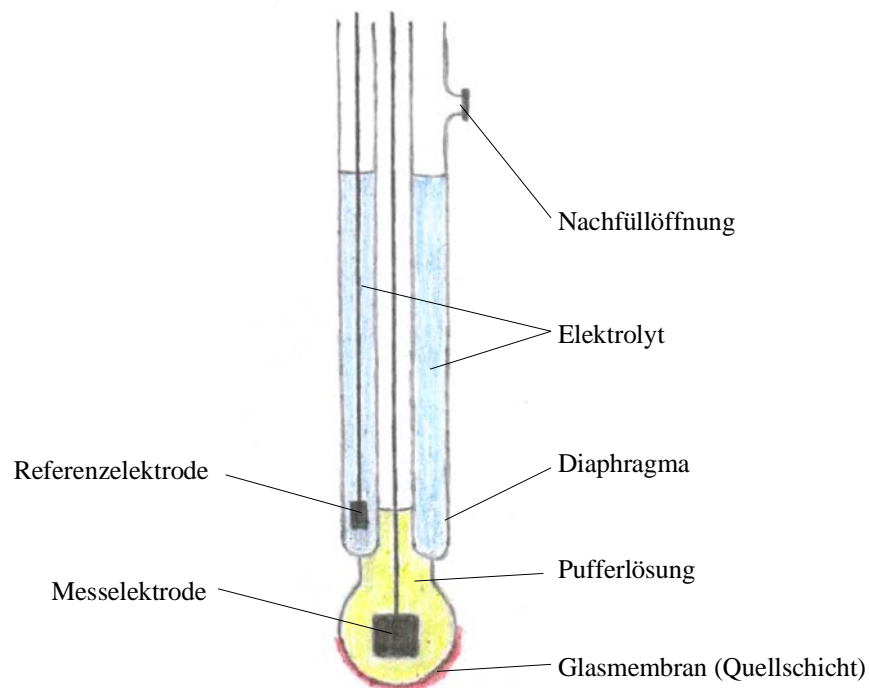
Das Prinzip der Säure-Base-Titration mit Glaselektrode und Computer (auch potentiometrische Titration genannt) ist folgendes:

Um den Äquivalenzpunkt zu bestimmen wird hier eine elektrochemische Potenzialmessung durchgeführt. Wir benutzen dazu eine Glaselektrode, die wie folgt funktioniert:

Die Glaselektrode besteht aus einer kleinen, dünnwandigen Glaskugel, in der sich eine Pufferlösung mit bestimmtem pH-Wert befindet. Die H^+ -Ionen der Lösung diffundieren in die Innenseite der Glasoberfläche. Wenn die Elektrode in eine (unbekannte) Lösung eingetaucht wird, diffundieren deren H^+ -Ionen in die Außenseite der Glasoberfläche. Die Menge der diffundierenden H^+ -Ionen hängt von der Ionenkonzentration der Lösung ab. So bildet sich zwischen den beiden Glasoberflächen eine messbare Potenzialdifferenz aus. Diese ist pH-abhängig und kann mit einem Voltmeter (mit Skala in pH-Einheiten) gemessen werden.

Im Computer werden die zutitrierten Volumina und die zugehörigen pH-Änderungen gespeichert und meist sofort als Kurve dargestellt.

Aufbau einer Glaselektrode:



Beispiel einer Säure-Base-Titration mit dem Computer:

- Benötigte Geräte:
 - Bürette + Stativ
 - Glaselektrode
 - Magnetrührer
 - Becherglas
- Benötigte Chemikalien:
 - Salzsäure (HCl)
 - Essigsäure ($\text{CH}_3 - \text{COOH}$)
 - Phosphorsäure (H_3PO_4)
 - Natronlauge (NaOH) $\left(c = 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \right)$

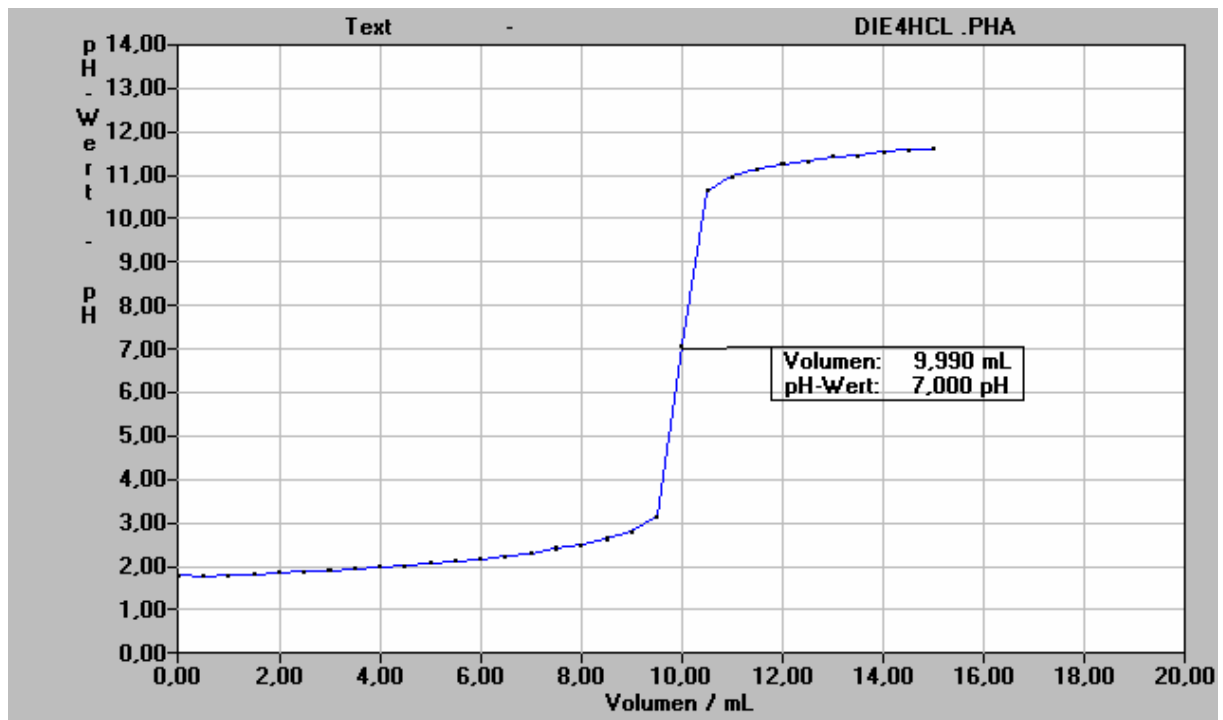
Versuchsdurchführung:

Wir geben etwas Salzsäure unbekannter Konzentration in ein Becherglas und stellen dieses auf den Magnetrührer. Nun befestigen wir die Glaselektrode so an einem Stativ, dass die Glaskugel in die Salzsäure eintaucht. Danach wird in 0,5-mL-Schritten

Natronlauge aus der Bürette hinzugegeben und am Computer der pH-Wert und das zugegebene Volumen gespeichert. Analog wird der Versuch mit Essig- und Phosphorsäure durchgeführt.

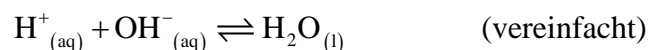
Versuchsauswertung:

Titration von Salzsäure:



Zu Anfang steigt der pH-Wert nur sehr langsam. Dies liegt daran, dass noch sehr viele H^+ -Ionen in der Lösung (dissoziiert) vorliegen, welche noch neutralisiert werden müssen.

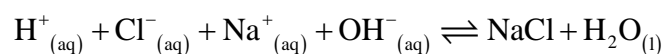
Reaktionsgleichung:



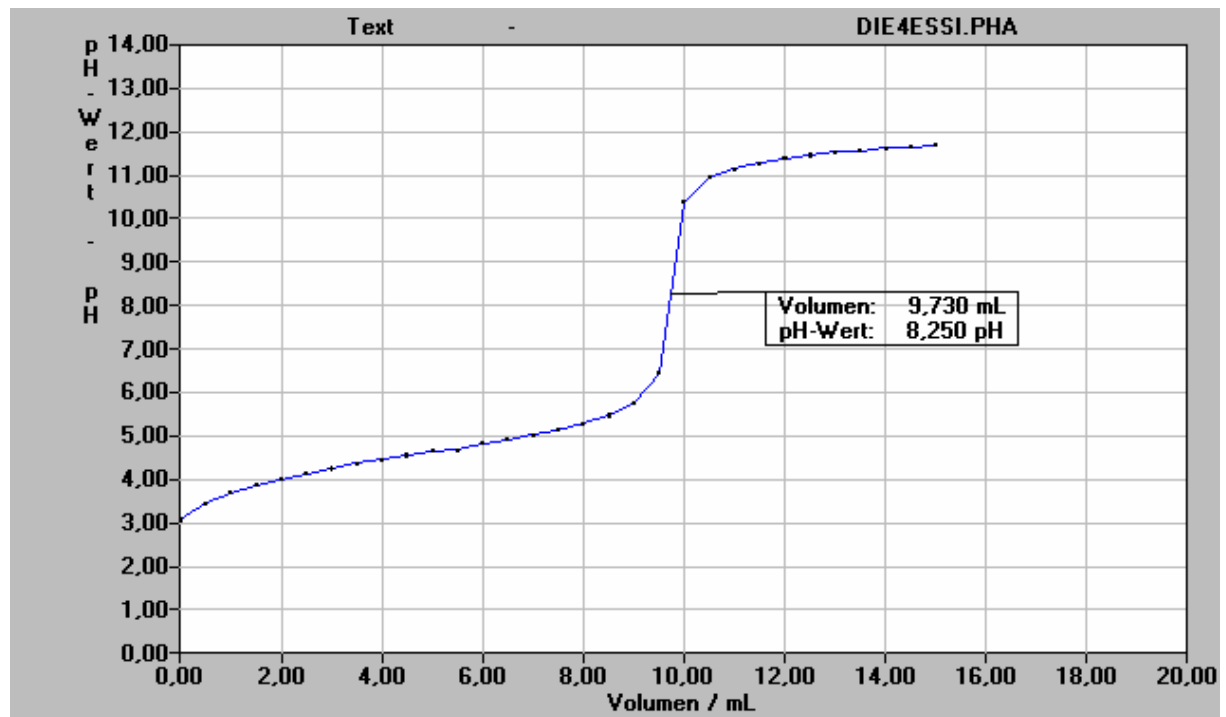
In der Nähe des Äquivalenzpunktes steigt der pH-Wert steil an. Dies kommt daher, dass zwischen $10^{-3} \frac{\text{mol}}{\text{L}}$ H^+ -Ionen ($\text{pH} = 3$) und ca. $10^{-3} \frac{\text{mol}}{\text{L}}$ OH^- -Ionen ($\text{pOH} = 3$) nur wenige Tropfen liegen, der pH-Wert sich aber um fast acht Einheiten ändert.

Ab einem pH-Wert von etwa 10,8 verläuft die Kurve wieder flach und nähert sich einem pH-Wert von 12 an. Die Salzsäure ist neutralisiert worden.

Reaktionsgleichung:

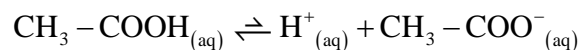


Titration von Essigsäure:



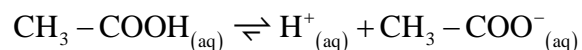
Essigsäure ist eine schwache Säure, dies hat zur Folge, dass nur wenig der Säure dissoziiert vorliegt. So kann man den höheren Anfangs- pH -Wert zur Salzsäure erklären.

Reaktionsgleichung:



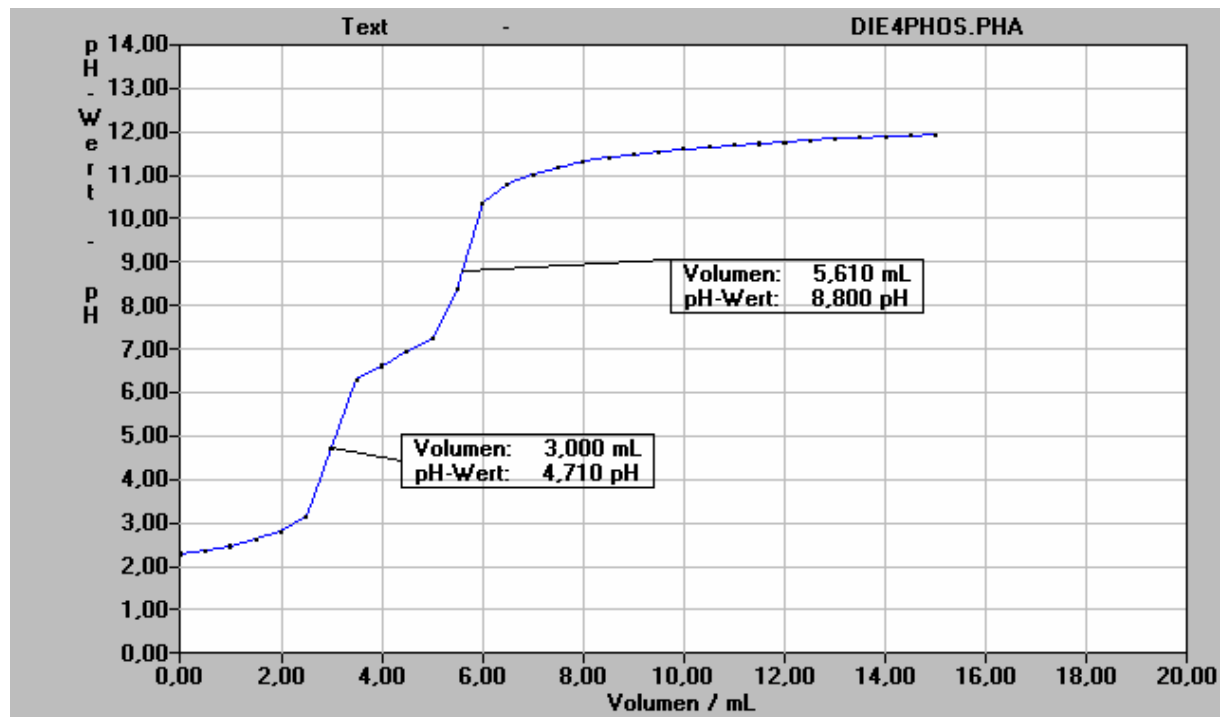
Während der Titration dissoziiert weitere Essigsäure. Dies liegt daran, dass sich das Gleichgewicht auf die Seite der Produkte verschiebt (durch die Neutralisation der H^+ - Ionen). Daher kommt der langsame Anstieg des pH -Wertes bis etwa 6,5.

Reaktionsgleichung:



Nachdem die Pufferlösung weggefallen ist (etwa bei $\text{pH} = 6$), macht die Titrationskurve einen Sprung auf $\text{pH} \approx 10,5$. Dies liegt daran, dass weitgehend die komplette Essigsäure durch die Pufferlösung neutralisiert wurde. Ab einem pH -Wert von 11 verläuft die Kurve wieder flach und nähert sich einem pH -Wert von 12 an.

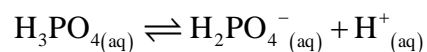
Titration von Phosphorsäure:



Phosphorsäure ist eine mehrprotonige Säure, wir erhalten daher zwei (eigentlich drei) Äquivalenzpunkte.

Die erste Protolysestufe geht bis ca. pH = 6,4.

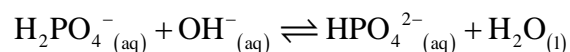
Reaktionsgleichung:



Man kann diesen Kurvenabschnitt mit der Titrationskurve von HCl vergleichen, da der „pH-Sprung“ bei einem pH-Wert von etwa 3 beginnt und die Anfangs-pH-Werte auch etwa gleich sind.

Die zweite Protolysestufe beginnt bei etwa pH = 6,4.

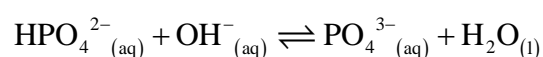
Reaktionsgleichung:



Diese Reaktion wirkt als Puffer, denn die Titrationskurve verflacht sich. Die Natronlauge wird, durch die Dissoziation von $\text{H}_2\text{PO}_4^{-}$ -Ionen zu HPO_4^{2-} -Ionen, neutralisiert. Die Kurve steigt wieder steil an, nachdem nur noch HPO_4^{2-} -Ionen vorliegen. Bei einem pH-Wert von ca. 11 verflacht sich die Kurve ein zweites Mal.

Die dritte Protolysestufe hat begonnen.

Reaktionsgleichung:



An der Titrationskurve können wir von dieser Stufe nicht mehr viel erkennen, da bereits ein pH-Wert von 11-12 erreicht wurde.

Vergleich der Äquivalenzpunkte:

	HCl	CH ₃ CO ₂ H	(1) H ₃ PO ₄	(2) H ₃ PO ₄
Volumen / mL	9,99	9,73	3	5,61
pH-Wert	7	8,25	4,71	8,8

Wir bestimmen den Gehalt an Salzsäure:

$$V(\text{NaOH}) = 9,99 \text{ mL} = 9,99 \cdot 10^{-3} \text{ L}$$

$$c(\text{NaOH}) = 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}}$$

Da am Äquivalenzpunkt $n(\text{OH}^-) = n(\text{H}^+)$ gilt, folgt:

$$n(\text{OH}^-) = V(\text{OH}^-) \cdot c(\text{OH}^-) = 9,99 \cdot 10^{-3} \text{ L} \cdot 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} = 9,99 \cdot 10^{-4} \text{ mol} = n(\text{H}^+)$$

Die molare Masse von HCl ist:

$$4 \cdot \text{H} = 04,0079$$

$$35,4530 \quad \Rightarrow \quad 36,4609 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = M(\text{HCl})$$

$$m(\text{HCl}) = n(\text{HCl}) \cdot M(\text{HCl}) = 9,99 \cdot 10^{-4} \text{ mol} \cdot 36,4609 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 0,03642 \text{ g} = 36,42 \text{ mg}$$

Wir bestimmen den Gehalt an Essigsäure:

$$V(\text{NaOH}) = 9,73 \text{ mL} = 9,73 \cdot 10^{-3} \text{ L}$$

$$c(\text{NaOH}) = 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}}$$

Da am Äquivalenzpunkt $n(\text{OH}^-) = n(\text{H}^+)$ gilt, folgt:

$$n(\text{OH}^-) = V(\text{OH}^-) \cdot c(\text{OH}^-) = 9,73 \cdot 10^{-3} \text{ L} \cdot 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} = 9,73 \cdot 10^{-4} \text{ mol} = n(\text{H}^+)$$

Die molare Masse von CH₃ – COOH ist:

$$4 \cdot \text{H} = 04,0316$$

$$2 \cdot \text{O} = 31,9980 \quad \Rightarrow \quad 60,0516 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = M(\text{CH}_3 - \text{COOH})$$

$$2 \cdot \text{C} = 24,0220$$

$$m(\text{CH}_3 - \text{COOH}) = n(\text{CH}_3 - \text{COOH}) \cdot M(\text{CH}_3 - \text{COOH}) = 9,73 \cdot 10^{-4} \text{ mol} \cdot 60,0516 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 0,05843 \text{ g} = 58,43 \text{ mg}$$

Wir bestimmen den Gehalt an Phosphorsäure:

$$V(\text{NaOH}) = 3,00 \text{ mL} = 3 \cdot 10^{-3} \text{ L}$$

$$c(\text{NaOH}) = 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}}$$

Da am Äquivalenzpunkt $n(\text{OH}^-) = n(\text{H}^+)$ gilt, folgt:

$$n(\text{OH}^-) = V(\text{OH}^-) \cdot c(\text{OH}^-) = 3 \cdot 10^{-3} \text{ L} \cdot 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} = 3 \cdot 10^{-4} \text{ mol} = n(\text{H}^+)$$

Die molare Masse von H_3PO_4 ist:

$$3 \cdot \text{H} = 03,0237$$

$$4 \cdot \text{O} = 63,9960 \quad \Rightarrow \quad 97,9937 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = M(\text{H}_3\text{PO}_4)$$

$$\text{P} = 30,9740$$

$$m(\text{H}_3\text{PO}_4) = n(\text{H}_3\text{PO}_4) \cdot M(\text{H}_3\text{PO}_4) = 3 \cdot 10^{-4} \text{ mol} \cdot 97,9937 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 0,029398 \text{ g} \approx 29,40 \text{ mg}$$

Wir ermitteln die pK_s -Werte von Essig- und Phosphorsäure anhand der Titrationskurven:

Der pK_s -Wert ist der Wendepunkt der Kurve. Man kann sagen der Wendepunkt liegt auf halber Strecke zum Äquivalenzpunkt.

Wir haben bei dem Äquivalenzpunkt von Essigsäure 9,73 mL NaOH zugegeben. Die Hälfte davon sind etwa 4,8 mL. Bei 4,8 mL stand der pH-Wert bei etwa 4,7. Demnach ist der ermittelte pK_s -Wert für Essigsäure:

$$\text{pK}_s(\text{CH}_3 - \text{COOH}) = 4,7$$

Für Phosphorsäure gibt es zwei sichtbare (eigentlich drei) Wendepunkte, also auch zwei pK_s -Werte. Der erste Wendepunkt liegt bei 1,5 mL NaOH und einem pH-Wert von etwa 2,8.

$$(1) \text{pK}_s(\text{H}_3\text{PO}_4) = 2,8$$

Der zweite Wendepunkt liegt bei etwa 4,3 mL NaOH und einem pH-Wert von 7.

$$(2) \text{pK}_s(\text{H}_3\text{PO}_4) = 7,0$$

2. Redox titration

Bei der Redox titration wird zwischen permanganometrischer und iodometrischer Titration unterschieden.

Bei einer permanganometrischen Titration geht man wie folgt vor:

Wir haben eine farblose Lösung in unserem Messkolben und titrieren mit einer farbigen Kaliumpermanganat-Lösung (rot/violett). Die KMnO_4 -Lösung reagiert mit den Ionen in der farblosen Lösung zu einer farblosen Verbindung, bis der Äquivalenzpunkt erreicht ist. Das heißt, sämtliche Ionen in der Lösung haben mit KMnO_4 reagiert. Nachdem somit keine Ionen mehr (die mit KMnO_4 reagieren) in Lösung sind, kann auch keine „Entfärbung“ der KMnO_4 -Lösung mehr stattfinden. Den Äquivalenzpunkt erkennen wir demnach, wenn die Lösung sich durch die KMnO_4 -Lösung rot/violett färbt.

Als Beispiel für eine permanganometrische Titration bestimmen wir den Aktivsauerstoff in Natriumperborat (einem Bleichmittel):

- Benötigte Geräte:
 - Messkolben (100 mL)
 - Vollpipette (20 mL)
 - Vollpipette (10 mL)
 - 3 Erlenmeyerkolben (300 mL)
 - Spatel
 - Becherglas (50 mL)
 - Bürette + Stativ
- Benötigte Chemikalien:
 - Methylrot (0,01 %ig)
 - Natriumperborat-Tetrahydrat ($\text{NaBO}_3 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$)
 - Natriumtetraborat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$)
 - Schwefelsäure (H_2SO_4) (20 %ig)
 - Kaliumpermanganat-Lösung (KMnO_4) $\left(c = 0,02 \frac{\text{mol}}{\text{l}} \right)$
 - Mangan(II)-sulfat-Lösung (MnSO_4) (3 %ig)
 - demineralisiertes Wasser

Versuchsdurchführung:

Wir wiegen 0,7 g Natriumperborat-Tetrahydrat ab und geben es mit etwas demineralisiertem Wasser in einen Messkolben. Dann geben wir 10 mL Schwefelsäure hinzu und füllen mit demineralisiertem Wasser auf 100 mL auf.

Wir pipettieren 20 mL aus unserer eben hergestellten Stammlösung in einen Erlenmeyerkolben und füllen auf 100 mL mit demineralisiertem Wasser auf. Dann geben wir 5 Tropfen Mangan(II)-sulfat-Lösung hinzu und titrieren mit Kaliumpermanganat-Lösung bis zu einem Farbumschlag von farblos nach violett.

Die Titration wird dreimal durchgeführt.

Versuchsauswertung:

Wir haben genau 0,710 g Natriumperborat-Tetrahydrat abgewogen.

Rechnung:

$\text{NaBO}_3 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ unbekannter Konzentration wird mit KMnO_4 titriert.

$$c(\text{KMnO}_4) = 0,02 \frac{\text{mol}}{\text{L}}$$

1. Titration: $V_1(\text{KMnO}_4) = 18,5 \text{ mL} = 0,0185 \text{ L}$

2. Titration: $V_2(\text{KMnO}_4) = 18,2 \text{ mL} = 0,0182 \text{ L}$

3. Titration: $V_3(\text{KMnO}_4) = 18,3 \text{ mL} = 0,0183 \text{ L}$

Mittelwertberechnung:

$$V_M(\text{KMnO}_4) = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} = \frac{18,5 \text{ mL} + 18,2 \text{ mL} + 18,3 \text{ mL}}{3} = 18,3 \text{ mL} = 0,0183 \text{ L}$$

Hinweis:

$$1 \text{ mL } \text{KMnO}_4\text{-Lösung} \left(c = 0,02 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \right) \text{ entspricht } 7,693 \text{ mg } \text{NaBO}_3 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}.$$

$$\text{Somit folgt: } 18,3 \cdot 7,693 \text{ mg} = 141,0383 \text{ mg}$$

In 20 mL unserer Lösung sind 141,0383 mg $\text{NaBO}_3 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ enthalten.

$$\text{Für 100 mL folgt: } 141,0383 \text{ mg} \cdot 5 = 705,1916 \text{ mg} \approx 0,70519 \text{ g}$$

$$\text{Berechnung des Massenanteils } w(X) = \frac{m(X)}{m(\text{Lösung})}:$$

In unserem Fall ist $m(X)$ gleich der berechneten Menge an $\text{NaBO}_3 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ (0,70519 g) und $m(\text{Lösung})$ der Wert für unser abgewogenes $\text{NaBO}_3 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ (0,71 g).

$$w(\text{NaBO}_3) = \frac{m_{\text{berechnet}}(\text{NaBO}_3)}{m_{\text{gewogen}}(\text{NaBO}_3)} = \frac{0,70519 \text{ g}}{0,71 \text{ g}} = 0,99323$$

In Massenprozent: $0,99323 \cdot 100 = 99,32 \%$

Berechnung des Faktors 7,693 im Hinweis:

Gegeben: $c(\text{KMnO}_4) = 0,02 \frac{\text{mol}}{\text{L}}$

$$V(\text{KMnO}_4) = 1 \text{ mL} = 0,001 \text{ L}$$

$$M(\text{NaBO}_3 \cdot 4 \text{ H}_2\text{O}): 8 \cdot \text{H} = 8,0632$$

$$7 \cdot \text{O} = 111,993$$

$$\text{B} = 10,811$$

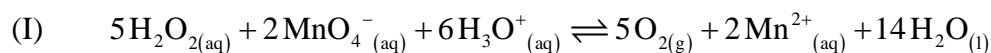
$$\text{Na} = 22,990$$

$$\Rightarrow M(\text{NaBO}_3 \cdot 4 \text{ H}_2\text{O}) = 153,8572 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

Somit können wir $n(\text{KMnO}_4)$ berechnen:

$$n(\text{KMnO}_4) = c(\text{KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4) = 0,02 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \cdot 0,001 \text{ L} = 2 \cdot 10^{-5} \text{ mol}$$

Reaktionsgleichung (vereinfacht):



Anhand der Reaktionsgleichung können wir erkennen, dass am Äquivalenzpunkt folgendes Verhältnis gilt: $5 \cdot n(\text{MnO}_4^{-}) = 2 \cdot n(\text{H}_2\text{O}_2)$

$$\Rightarrow n(\text{H}_2\text{O}_2) = \frac{5 \cdot n(\text{MnO}_4^{-})}{2} = \frac{5 \cdot 2 \cdot 10^{-5} \text{ mol}}{2} = 5 \cdot 10^{-5} \text{ mol}$$

In der Reaktionsgleichung wurde zur Vereinfachung $\text{NaBO}_3 \cdot 4 \text{ H}_2\text{O}$ durch H_2O_2 ersetzt.

Wir können also sagen, dass $n(\text{H}_2\text{O}_2) = n(\text{NaBO}_3 \cdot 4 \text{ H}_2\text{O}) = 5 \cdot 10^{-5} \text{ mol}$.

Somit können wir jetzt $m(\text{NaBO}_3 \cdot 4 \text{ H}_2\text{O})$ berechnen:

$$m(\text{NaBO}_3 \cdot 4 \text{ H}_2\text{O}) = n(\text{NaBO}_3) \cdot M(\text{NaBO}_3) = 5 \cdot 10^{-5} \text{ mol} \cdot 153,8572 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 7,69286 \cdot 10^{-3} \text{ g} = 7,69286 \text{ mg}$$



(Anfangszustand)

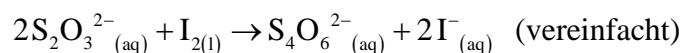


(Endzustand)

Bei einer iodometrischen Titration (auch Iodometrie genannt) geht man wie folgt vor:

Zu der Analysenlösung wird Iod im Überschuss hinzugegeben und mit Natriumthiosulfat-Lösung titriert, bis eine schwache Gelbfärbung zu erkennen ist. Dann gibt man etwas Stärkelösung hinzu und titriert weiter, bis die Blaufärbung verschwindet. Die Stärkelösung bildet mit dem noch vorhandenen Iod einen Iod-Stärke-Komplex, welcher die Blaufärbung bewirkt. Das Natriumthiosulfat reduziert das Iod zu Iodid. Dadurch kann sich kein Iod-Stärke-Komplex mehr bilden und die Lösung entfärbt sich.

Reaktionsgleichung:



Hierdurch wird der Äquivalenzpunkt angezeigt.

Diese Form der Titration nennt man **Rücktitration**.

Die eigentlich zu bestimmende Menge von Ionen ergibt sich nun wie folgt:

Die Ionen haben bei Zugabe von Iod mit diesem reagiert. Wir müssen dabei genau wissen wie viel Iod wir hinzugegeben haben. Durch die Rücktitration können wir die überschüssige Menge an Iod bestimmen. Nun ziehen wir die überschüssige Menge von der insgesamt hinzugegebenen Menge an Iod ab und erhalten die Menge an Iod, die mit

den Ionen reagiert hat. Nun müssen wir nur noch wissen, in welchem Verhältnis das Iod mit den zu bestimmenden Ionen reagiert hat und können so die Konzentration (Menge) an Ionen bestimmen.

Als Beispiel einer iodometrischen Titration bestimmen wir die Menge an Kupfer-Ionen in einer Kupfer-Lösung:

- Benötigte Geräte:
 - Vollpipette (20 mL)
 - 3 Erlenmeyerkolben (300 mL)
 - Stopfen
 - Bürette + Stativ
 - Vollpipette (5 mL)
 - Messzylinder (50 mL)
 - Messzylinder (10 mL)
- Benötigte Chemikalien:
 - konzentrierte Schwefelsäure (H_2SO_4)
 - Kaliumiodid (KI)
 - Natriumthiosulfat-Lösung ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) $\left(c = 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \right)$
 - Stärkelösung
 - demineralisiertes Wasser

Versuchsdurchführung:

Wir pipettieren 20 mL unserer Analysenlösung in einen Erlenmeyerkolben und füllen auf 50 mL mit demineralisiertem Wasser auf. Dann geben wir noch 2 mL konzentrierte Schwefelsäure und 1 g (genau abgewogenes) Kaliumiodid hinzu, verschließen den Erlenmeyerkolben mit dem Gummistopfen und schütteln kurze Zeit.

Wir titrieren nun bis eine schwache Gelbfärbung entsteht, dann geben wir 2 mL Stärkelösung hinzu und titrieren weiter, bis die Blaufärbung verschwindet.

Die Titration wird dreimal durchgeführt.

Versuchsauswertung:

Eine Kupfer-Lösung unbekannter Konzentration wird mit $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ titriert.

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}}$$

	vor Zugabe der Stärkelösung	nach Zugabe der Stärkelösung	Summe
$V_1(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$	5,3 mL	1,6 mL	6,9 mL
$V_2(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$	5,3 mL	1,7 mL	7,0 mL
$V_3(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$	5,3 mL	1,7 mL	7,0 mL

Mittelwertberechnung:

$$V_M(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} = \frac{6,9 \text{ mL} + 7,0 \text{ mL} + 7,0 \text{ mL}}{3} = 6,9\bar{6} \text{ mL} = 0,0069\bar{6} \text{ L}$$

Hinweis:

1 mL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Lösung $\left(c = 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \right)$ zeigt 6,3546 mg Kupfer an.

Somit folgt: $6,9\bar{6} \cdot 6,3546 \text{ mg} = 44,27038 \text{ mg}$

In 20 mL unserer Lösung sind 44,27038 mg Kupfer enthalten.

Für 100 mL folgt: $44,27038 \text{ mg} \cdot 5 = 221,3519 \text{ mg}$

Berechnung des Faktors 6,3546 im Hinweis:

Gegeben: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \in \frac{\text{mol}}{\text{L}}$

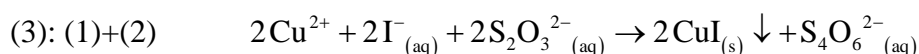
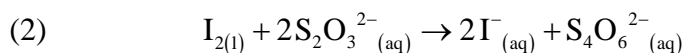
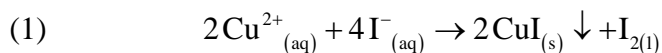
$$V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1 \text{ mL} = 0,001 \text{ L}$$

$$M(\text{Cu}^{2+}): \quad \text{Cu} = 63,546 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

Somit können wir $n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ berechnen:

$$n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \cdot 0,001 \text{ L} = 1 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

Reaktionsgleichungen:



Anhand der Reaktionsgleichung (3) können wir erkennen, dass am Äquivalenzpunkt folgendes Verhältnis gilt: $2 \cdot n(\text{Cu}^{2+}) = 2 \cdot n(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$

$$\Rightarrow n(\text{Cu}^{2+}) = n(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) = 1 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

Daraus können wir nun $m(\text{Cu}^{2+})$ berechnen:

$$m(\text{Cu}^{2+}) = n(\text{Cu}^{2+}) \cdot M(\text{Cu}^{2+}) = 1 \cdot 10^{-4} \text{ mol} \cdot 63,546 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 6,3546 \cdot 10^{-3} \text{ g} = 6,3546 \text{ mg}$$



(Anfangszustand)

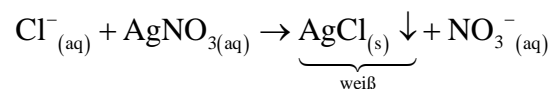


(Endzustand)

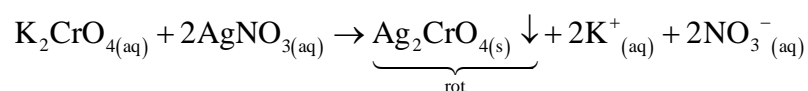
3. Fällungstitation

Bei einer Fällungstitation wird, wie der Name schon sagt, ein Niederschlag gefällt. Dafür haben wir eine Lösung, mit zum Beispiel Cl^- -Ionen, unbekannter Konzentration in einem Messkolben. Die Cl^- -Ionen bilden mit Silbernitrat-Lösung einen weißen Niederschlag von AgCl . Als Indikator kann eine Kaliumchromat-Lösung verwendet werden. Diese bildet mit der Silbernitrat-Lösung einen roten Niederschlag aus Silberchromat.

Wir geben also die Cl^- -Lösung und die K_2CrO_4 -Lösung in einen Messkolben und titrieren mit AgNO_3 -Lösung. Die Cl^- -Ionen reagieren nach folgender Gleichung:



Solange Cl^- -Ionen in Lösung sind und wir AgNO_3 zutitrieren, wird ein weißer Niederschlag gefällt. Sind alle Cl^- -Ionen gefällt, so reagiert die AgNO_3 -Lösung mit dem K_2CrO_4 wie folgt



zu einem roten Niederschlag. \Rightarrow Der Äquivalenzpunkt ist erreicht.

Als Beispiel bestimmen wir die Menge an Cl^- -Ionen in Salzsäure:

- Benötigte Geräte: Vollpipette (25 mL)
Bürette + Stativ
Peleusball
3 Erlenmeyerkolben (100 mL)
- Benötigte Chemikalien: Salzsäure unbekannter Konzentration
Silbernitrat-Lösung (AgNO_3) $\left(c = 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \right)$
Kaliumchromat-Lösung (K_2CrO_4)
demineralisiertes Wasser

Versuchsdurchführung:

Wir füllen die Salzsäure im Messkolben mit demineralisiertem Wasser auf 100 mL auf, pipettieren dann je 25 mL der Lösung in die drei Erlenmeyerkolben und geben ein paar Tropfen Kaliumchromat-Lösung als Indikator hinzu.

Die Bürette füllen wir sachgemäß mit Silbernitrat-Lösung auf.

Nun geben wir so lange AgNO_3 -Lösung in den ersten Erlenmeyerkolben bis ein roter Niederschlag ausfällt. Wir notieren genau das zugetropfte Volumen der AgNO_3 . Der Versuch wird dreimal durchgeführt, um genaue Messergebnisse zu erzielen.

Versuchsauswertung:

HCl unbekannter Konzentration wird mit AgNO_3 titriert. $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}}$

1. Titration: $V_1(\text{AgNO}_3) = 55,2 \text{ mL} = 0,0552 \text{ L}$

2. Titration: $V_2(\text{AgNO}_3) = 55,3 \text{ mL} = 0,0553 \text{ L}$

3. Titration: $V_3(\text{AgNO}_3) = 55,4 \text{ mL} = 0,0554 \text{ L}$

Rechnung:

Mittelwertberechnung:

$$V_M(\text{AgNO}_3) = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} = \frac{55,2 \text{ mL} + 55,3 \text{ mL} + 55,4 \text{ mL}}{3} = 55,3 \text{ mL} = 0,0553 \text{ L}$$

Stoffmengenberechnung:

$$n(\text{AgNO}_3) = V_M(\text{AgNO}_3) \cdot c(\text{AgNO}_3) = 0,0553 \text{ L} \cdot 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} = 0,00553 \text{ mol} = 5,53 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

Anhand der obigen Reaktionsgleichung können wir erkennen, dass folgendes Verhältnis vorliegt: $n(\text{Ag}^+) = n(\text{Cl}^-)$

In 25 mL Lösung sind 0,00553 mol Ag^+ -Ionen also auch 0,00553 mol Cl^- -Ionen.

Es folgt: In 100 mL Lösung sind $0,00553 \text{ mol} \cdot 4 = 2,212 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$ Cl^- -Ionen.

Die molare Masse von Cl^- ist $M(\text{Cl}^-) = 35,453 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$

Daraus können wir die Masse m von Cl^- in der Lösung bestimmen:

$$m(\text{Cl}^-) = n(\text{Cl}^-) \cdot M(\text{Cl}^-) = 2,212 \cdot 10^{-2} \text{ mol} \cdot 35,453 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 0,78422 \text{ g} = 784,22 \text{ mg}$$



(Anfangszustand)



(Endzustand)

4. Komplexometrische Titration

Die Grundlage einer komplexometrischen Titration beruht im Wesentlichen darauf, dass Metall-Ionen mit Komplexbildnern reagieren. Komplexbildner wie Ethylendiamintetraacetat (EDTA), Weinsäure und Ethylendiamin („en“) sind organische Verbindungen, die über eine oder mehrere koordinative Stellen verfügen. Das heißt, sie fungieren als Donatoren (elektronengebend), da sie freie Elektronen für koordinative Bindungen zu

Verfügung stellen. Die Zentralionen fungieren als Akzeptoren (elektronen(auf)nehmend). Sie gehen koordinative Bindungen mit den Komplexbildnern (Liganden) ein. Hierbei umschließen die so genannten Liganden das metallische Zentral-Ion. Dieses wird daher von anderen Ionen „abgeschirmt“ (maskiert) und die Verbindung weist keinerlei Eigenschaften des Metallatoms mehr auf.

Komplexbildner (Liganden) mit mehreren koordinativen Stellen nennt man Chelat-Liganden (Chelatbildner).

Die komplexometrische Titration beruht nun auf dem Prinzip, dass wir Metallionen in Lösung haben und eine Lösung aus einem Komplexbildner zutitrieren. Zur Äquivalenzpunktbestimmung benutzt man farbige Indikatoren. Diese gehen mit dem Metallion auch Komplexverbindungen ein, diese sind jedoch schwächer als die Verbindungen mit dem Komplexbildner und werden so nach und nach verdrängt. Somit titrieren wir zu einer farbigen Lösung eine farblose Lösung bis eine Entfärbung stattfindet. Zur Mengenbestimmung bei komplexometrischen Titrationen ist es wichtig zu wissen, in welchem Verhältnis zueinander die Metallionen und die Komplexbildner Verbindungen eingehen. Zum Beispiel reagiert EDTA immer im Verhältnis 1:1 mit Kationen, unabhängig von deren Ladung.

Als Beispiel bestimmen wir die Menge der Magnesium-Ionen in einer Lösung:

- Benötigte Geräte:
 - Messkolben (100 mL)
 - 3 Erlenmeyerkolben (300 mL)
 - Vollpipette (20 mL)
 - Vollpipette (30 mL)
 - Pinzette
 - Messzylinder (10 mL)
 - Bürette + Stativ
- Benötigte Chemikalien:
 - Magnesiumsalzlösung
 - demineralisiertes Wasser
 - Indikatorpuffertablette
 - konzentrierte Ammoniaklösung (NH_3)
 - Ethylendiamintetraessigsäure (EDTA-Lösung) $\left(c = 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \right)$

Versuchsdurchführung:

Wir füllen die Magnesiumsalzlösung im Messkolben auf 100 mL auf. Dann pipettieren wir 20 mL der Lösung in einen Erlenmeyerkolben ab und geben 30 mL demineralisiertes Wasser hinzu. Nun lösen wir darin eine Indikatorpuffertablette und geben dann 1 mL konzentrierte Ammoniaklösung hinzu. Anschließend titrieren wir diese Lösung mit EDTA-Lösung von rot nach grün. Die Titration wird dreimal durchgeführt.

Versuchsauswertung:

1. Titration: $V_1(\text{EDTA}) = 19,7 \text{ mL} = 0,0197 \text{ L}$

2. Titration: $V_2(\text{EDTA}) = 20,0 \text{ mL} = 0,0200 \text{ L}$

3. Titration: $V_3(\text{EDTA}) = 20,0 \text{ mL} = 0,0200 \text{ L}$

Rechnung:

Mittelwertberechnung:

$$V_M(\text{EDTA}) = \frac{V_1(\text{EDTA}) + V_2(\text{EDTA}) + V_3(\text{EDTA})}{3} = \frac{19,7 \text{ mL} + 20,0 \text{ mL} + 20,0 \text{ mL}}{3} = 19,9 \text{ mL} = 0,0199 \text{ L}$$

Stoffmengenberechnung:

$$c(\text{EDTA}) = 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}}$$

$$n(\text{EDTA}) = V_M(\text{EDTA}) \cdot c(\text{EDTA}) = 0,0199 \text{ L} \cdot 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} = 0,00199 \text{ mol} = 1,99 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

In 20 mL Lösung sind 0,00199 mol EDTA-Lösung, welche genauso viele Magnesium-Ionen bindet. Also enthält die Lösung 0,00199 mol Magnesium-Ionen.

$$n(\text{EDTA}) = n(\text{Mg}^{2+}) = 1,99 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

Die molare Masse von Mg^{2+} ist:

$$M(\text{Mg}^{2+}) = 24,305 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

Daraus können wir die Masse m der in der Lösung enthaltenen Magnesium-Ionen bestimmen:

$$m(\text{Mg}^{2+}) = n(\text{Mg}^{2+}) \cdot M(\text{Mg}^{2+}) = 1,99 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \cdot 24,305 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 0,04837 \text{ g (in 20 mL)}$$

In 100 mL Lösung sind somit $0,04837 \text{ g} \cdot 5 = 0,241835 \text{ g} = 241,835 \text{ mg}$ enthalten.