

Bestimmung von Fe³⁺ mit 5-Sulfosalicylsäurelösung

Prinzip:

Fe³⁺-Ionen mit Hilfe der 5-Sulfosalicylsäurelösung als Indikator und EDTA als Komplexbildende Maßlösung bestimmen.

Durchführung:

- Das gewählte Aliquot in einen Titrierkolben füllen. Es sollte nicht mehr als 25 mg Eisen im Aliquot vorhanden sein.
- Zu der Probe ca. 1ml konz. HNO₃ und diese dann aufkochen lassen. HNO₃ ist ein starkes Oxidationsmittel und lässt die vorhandenen Fe²⁺-Ionen zu Fe³⁺-Ionen oxidieren.¹ Eine gelbe Färbung zeigt an dass die Oxidation erfolgreich war.
- Abkühlen lassen und mit Deionat das Volumen auf ungefähr 100 ml erhöhen. Die gelbe Färbung wird schwach bis kaum sichtbar.
- pH-Wert mit NH₃ auf 2-2,5 einstellen.² Bei Zugabe von zu viel NH₃ fällt das vorhandene Eisen als Hydroxid aus.
- 2ml 5-Sulfosalicylsäurelösung (w= 2%) zugeben. Durch die Zugabe der Indikatorlösung färbt sich die Probe weinrot.
- Mit EDTA titrieren bis die Probe nur noch eine schwache Färbung anzeigt.
- 1ml der Indikatorlösung erneut zugeben³
- Anschließend titriert man nur noch **sehr** langsam bis die Probe gelb ist.

Hinweise:

¹ Fe³⁺-Ionen besitzen eine höhere Komplexbildungskonstante als Fe²⁺-Ionen somit kann man auch trotz anderer vorhandener Metalle das Eisen bestimmen.

² Bei pH 2-2,5 bekommt die Probe eine gelblich bis orange Färbung somit muss man nicht nach jeder Zugabe den pH-Wert mit pH Papier kontrollieren, sondern kontrolliert erst ab der Färbung der Probe den pH-Wert.

³ Die zusätzliche Zugabe der 5-Sulfosalicylsäurelösung ist nötig da sich der Indikator verbrauchen würde und die gelbe Färbung zu früh eintreten würde. Daher ohne die zusätzliche Zugabe von der Indikatorlösung würde man zu wenig Eisen finden. 5-Sulfosalicylsäurelösung reagiert sehr langsam daher muss man am Ende sehr langsam titrieren um eine Übertitration zu vermeiden.

Komplexe		
#	Name	Komplexe
1.	Kobalt(III)-EDTA-Komplex, Co(EDTA) ⁻	36
2.	Zirkonium-EDTA-Komplex, Zr(EDTA)	32.8
3.	Vanadium(III)-EDTA-Komplex, V(EDTA) ⁻	25.9
4.	Uran(IV)-EDTA-Komplex, U(EDTA)	25.7
5.	Thorium-EDTA-Komplex, Th(EDTA)	25.3
6.	Eisen(III)-EDTA-Komplex, Fe(EDTA) ⁻	25.1
7.	Indium(III)-EDTA-Komplex, In(EDTA) ⁻	25
8.	Scandium-EDTA-Komplex, Sc(EDTA) ⁻	23.1
9.	Wismut(III)-EDTA-Komplex, Bi(EDTA) ⁻	22.4
10.	Zinn(II)-EDTA-Komplex, Sn(EDTA) ²⁻	22.1
11.	Thulium-EDTA-Komplex, Tm(EDTA) ⁻	21.88
12.	Quecksilber(II)-EDTA-Komplex, Hg(EDTA) ²⁻	21.8

Berechnung der Massenanteils der 5-Sulfosalicylsäurelösung:

$$M(C_7H_6O_6S) = 218,184 \text{ g/mol}$$

$$M(C_7H_6O_6S \cdot 2H_2O) = 254,215 \text{ g/mol}$$

50g 5-Sulfosalicylsäure Dihydrat in 950mL H₂O

$$\rho(\text{Lösung}) = 1,0081 \text{ g/cm}^3$$

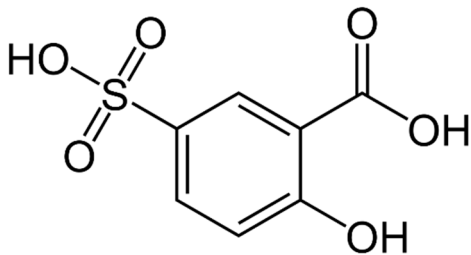
$$n = \frac{m}{M} = \frac{50}{254,215} = 0,1966839 \text{ mol Sulfosalicylsäure}$$

$$c = \frac{n}{v} = \frac{0,1966839}{0,950} = 0,207036 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \text{ Sulfosalicylsäure}$$

$$m = n \cdot M = 0,207036 \cdot 218,184 \\ = 45,171876 \text{ g Sulfosalicylsäure}$$

$$m = \rho \cdot V = 1,00809 \cdot 1000 = 1008,1 \text{ g Lösung}$$

$$\omega = \frac{m(\text{Sulfosalicylsäure})}{m(\text{Lösung})} = \frac{45,171876}{1008,1} = 0,044808924 \\ = 4,4809\% \text{ Sulfosalicylsäure}$$



Quellen:

<http://www.lickl.net/doku/komplexometrie.pdf> S. 12; 28; 29

<http://www.periodensystem-online.de/index.php?kation=%2C&anion=EDTA&sort=&sel=wertdesc&prop=Komplexe&show=list&el=&id=> {Bild}

Arbeitsbuch für Analytische Chemie und das Analytisch-Chemische Laboratorium

Band 2 Brunda & Sefcik