

## Eksperiment 2: Komplekstitrering

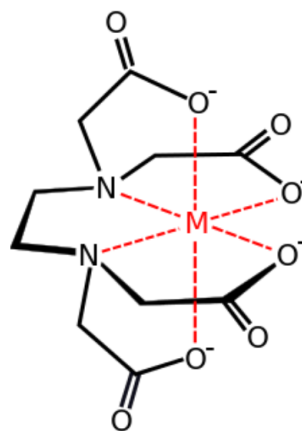
### Innledning

En utveid mengde EDTA ble løst opp og standardisert mot en kjent konsentrasjon av kalsium, med en konsentrasjon som var beregnet til å være 0.008069 M, og målt til å være 0.00686 M. Denne ble deretter brukt i komplekstitrering til å måle massen av kalsium og magnesium i en ukjent prøve til henholdsvis 0,0557 g og 0,0284 g som er henholdsvis 7,3% og 2,7% under den forventede verdien.

## 1 Teori

### 1.1 Chelatkjemi

Mange kationer kan bli kontrollert reagert ved danning av chelatkomplekser. Chelatkomplekser dannes av et sentralt kation som kompleksere med polydentate ligander. Disse kompleksene er ofte veldig stabile da de fortrenger store mengder kompleksert vann som øker entropi. Vanlig polydentat ligand er etylendiamintetraetsyre (EDTA) som er en heksadentat ligand med få faremomenter. EDTA kompleks er illustrert i figur 1.1. Typisk bruk av EDTA er å finne konsentrasjoner av kalsium og magnesium i vann for å beregne hardhet i vann. EDTA er en syre og må være løst i basisk løsning for å tilgjengeliggjøre det for å kompleksere med kation.<sup>[1]</sup> Endepunkt i titrering av metallioner gjøres oftest med enten potensiometri eller amperometri eller en (ofte) organisk fargeindikator<sup>[2]</sup>.



Figur 1.1: EDTA kompleksert med metallion.<sup>[1]</sup>

### 1.2 Hardhet i vann ved komplekstitrering

En av de vanligste brukene for komplekstitrering med EDTA er analyse av hardheten i vann, dvs. konsentrasjon av kalsium og magnesium. En utfordring med dette er at magnesiumhydroksid felles lett ut og EDTA krever en basisk løsning for å kunne kompleksere. Dette kan løses med å bruke en buffer som f.eks. ammoniumbuffer for å holde hydroniumkonsentrasjon lav uten å felle ut hydroksider. Total konsentrasjon av magnesium og kalsium finnes ved å titrere med en slik buffer. For å finne konsentrasjonen av hvert ion kan magnesiumhydroksid felles ut ved tilsats av sterkere base.

## 2 Eksperimentelt

### 2.1 Preperasjon av EDTA løsning

For å lage EDTA løsningen ble først 2,7127g tørket  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  veid ut, og overført til en 1L målekolbe. Den ble så oppløst gradvis og fortynnet til 1L.

1,0057 g  $\text{CaCO}_3$  ble overført til 250 mL beholder og tilsatt 50 mL vann. Deretter ble konsentrert HCl tilsatt dråpevis til all  $\text{CaCO}_3$  var oppløst. Løsningen ble så kokt i 5 minutter for å dampe ut resterende  $\text{CO}_2$  og HCl. Løsningen ble kjølt ned til romtemperatur og overført kvantitativt til en 1 L målekolbe og fortynnet.

25 mL av Ca-løsningen ble overført til ny 250 mL beholder og fortynnet med vann til ca. 50 mL. Løsningen ble tilsatt 2 mL ammonium buffer (pH 10) og 0,5 mL  $0,005\text{ mol L}^{-1}$  magnesium-EDTA løsning. Deretter ble 2-3 krystaller Erio-T indikator tilsatt. Løsningen ble titrert mot EDTA løsningen. Dette ble gjort for totalt 3 paraleller.

### 2.2 Bestemmelse av kalsiuminnhold

Ukjent prøve (nr. 16) ble fortynnet til 250mL. Tre paraleller på 25 mL ble overført til en 250 mL kolbe og fortynnet til ca. 50 mL. 5 mL 2 M NaOH og 2-3 krystaller kalkonkarboksylsyre indikator. Løsningen titreres mot innstilt EDTA løsning.

### 2.3 Bestemmelse av totalt kalsium- og magnesiuminnhold

Tre nye paraleller på 25 mL ble overført til en 250 mL kolbe og fortynnet til ca. 100 mL. 15 mL ammoniumbuffer og 2-3 krystaller med Erio-T indikator ble tilsatt. Løsningen ble varmet til  $40^\circ\text{C}$  og titrert mot instilt EDTA løsning.

## 3 Resultater

### 3.1 Fysikalske data

Relevante molare masser er listet i tabell 3.1.

**Tabell 3.1:** Molare masser for stoffer brukt i forsøket<sup>[3]</sup>

stoff	molar masse [ $\text{g mol}^{-1}$ ]
$\text{CaCO}_3$	100,0869
$\text{Na}_2\text{EDTA}$	336,2056
$\text{Na}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	372,2356
Ca	40,078
Mg	24,305

### 3.2 Preperasjon av EDTA løsning

Titrerdata og resultater for preperasjon og innstilling av EDTA-løsning er listet i henholdsvis tabell 3.2 og 3.3.

**Tabell 3.2:** Resultater for preperasjon og innstilling av EDTA løsning

$m_{\text{Na}_2\text{EDTA}}$	$C_{\text{Na}_2\text{EDTA}} \text{ calc}$	$C_{\text{Na}_2\text{EDTA}} \text{ titr}$	avvik
2,7127 g	0.008069 M	0.00686 M	15%

**Tabell 3.3:** Titrerdata for innstilling av EDTA løsning

$m_{\text{CaCO}_3} [\text{g}]$	$C_{\text{Ca}^{2+}} [\text{M}]$	$V_{\text{EDTA}} [\text{mL}]$	$\bar{C}_{\text{EDTA}} [\text{M}]$
1,0057	0,01005	36,9	$0.00686 \pm 0,00007$
		36,5	
		36,5	

### 3.3 Bestemmelse av kalsium og magnesium

En av parallellene for bestemmelse av kalsium gikk betydelig over ekvivalenspunktet og er derfor forkastet. Titrerdata fra bestemmelse av kalsium og magnesium står listet i tabell 3.4. Målt mengde kalsium og magnesium i utdelt prøve samt avvik fra forventet verdi er listet i tabell 3.5.

**Tabell 3.4:** Titrerdata for bestemmelse av kalsium og magnesium

Ca		Ca + Mg	
$V_{\text{EDTA}} [\text{mL}]$	$C_{\text{Ca}^{2+}} [\text{M}]$	$V_{\text{EDTA}} [\text{mL}]$	$C_{\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}} [\text{M}]$
20,25	$0,00556 \pm 0,000014$	37,4	$0,01023 \pm 0,00005$
20,30		37,2	
		37,2	

**Tabell 3.5:** Målt mengde kalsium og magnesium i prøve og avvik fra forventet verdi

	$m_{\text{målt}} [\text{g}]$	$m_{\text{forventet}} [\text{g}]$	avvik, %
kalsium	0,0557	0,0601	7,3
magnesium	0,0284	0,0292	2,7

## 4 Diskusjon

### 4.1 Standardisering av EDTA-løsning

EDTA-pulveret var tørket på forhånd siden det er hygroskopisk og vil ta til seg vannmolekyler fra lufta. Det var antatt at pulveret var fullstendig tørt når det ble veid, men dette er ikke sikkert. Molare massen for hydratisert EDTA salt er ca. 11% høyere enn tørt, så dette vil kunne stå for noe av avviket, men resten av avviket må komme fra andre urenheter eller målefeil. Det store avviket viser viktigheten av å instille løsningen mot en sikrere standard.

Forskjeller i mengde indikator hadde stor effekt på fargeintensiteten av løsningen og kunne gjøre at ekvivalenspunkt var meget vanskelig å se, både for løsninger med for mye og for lite indikator. Elektrodebasert måling av ekvivalenspunkt ville mulig gitt bedre nøyaktighet her.

Vi går også ut fra at den utveide mengden  $\text{CaCO}_3$  er helt nøyaktig, siden vi ikke har data på det og denne feilen høyst sannsynlig ville vært neglisjerbar i forhold til titrerfeilene i forsøket.

## 4.2 Bestemmelse av kalsium og magnesium

For titreringen av begge ionene i varmet blanding vil det være vanskelig å holde temperaturen helt stabilt og dersom denne er for lav vil en del magnesium bruke tid på å kompleksere med EDTA som vil føre til forsinket utslag på indikatoren som vil potensielt føre til overtitrering. Oppvarmingen av løsningen over lang tid vil også føre til fordamping av ammoniakk som vil føre til ustabilitet av pH. Dette vil kunne påvirke evnen til EDTA til å kompleksere med ionene som igjen vil føre til overtitrering. Disse faktorene kombinert vil stå for noe av forskjellen på hvor nærmt hver av målingene er den forventede verdien. Vi ser at magnesium har en høyere verdi i forhold til den forventede enn det kalsium har. Dette kan da være grunnet at det er flere faktorer som kan føre til overtitrering på den kombinerte titreringen enn den med kun kalsium. Det ble også brukt to ulike indikatorer for de to titreringene som kan påvirke hvor en avgjør om en har nådd ekvivalenspunktet.

Her vil også mengden titreringer være en feilkilde da det endelige resultatet noe. Hver av de tre titreringene er gjort av forskjellige personer med potensielt forskjellig fargesyn, og forskjellige nyanser av blå og lilla er ikke nødvendigvis veldig lett å se forskjell på avhengig av konsentrasjonen. Siden det endelige resultatet avhenger av resultatet på alle titreringene vil disse feilene som vi ikke har noe kvantifiserbare data på forplante seg gjennom hele beregningen.

## Referanser

- [1] D. Skoog, D. West, F. Holler, and S. Crouch, *Skoog and West's Fundamentals of Analytical Chemistry*. Cengage Learning, 2014.
- [2] L. Hofstad, Knut & Halbo, "Kalibrering." <https://snl.no/kompleksometri>, 2018. Hentet 26.09.2018
- [3] A. G. Blackman, *Aylward and Findlay's SI chemical data*. Wiley, 7th ed., 2014