

# Bestimmung der Gleichgewichtskonstante für ein Homogenes Gleichgewicht

Autor: Florian KLUIBENSCHEDL

Bericht verfasst am: 28. Februar 2019

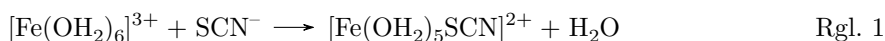
Versuchsdurchführung am: 04. März 2019  
Gruppe, Matrikelnummer: 3, 11805747  
Assistent: Professor Smith

## Zusammenfassung

## 1 Theoretische Grundlagen

### 1.1 Motivation

Das orange-gelbe  $\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})}$  Ion bildet mit farblosem  $\text{SCN}^-_{(\text{aq})}$  das blutrot gefärbte Komplexion  $[\text{Fe}(\text{OH}_2)_5\text{SCN}]^{2+}$  gemäß [1](#).



Bei  $[\text{Fe}(\text{OH}_2)_5\text{SCN}]^{2+}$  handelt es sich um einen Charge-Transfer Komplex<sup>[1](#)</sup>, was die tiefrote Farbe erklärt - Absorptionsmaximum  $\lambda_{\text{max}} = 485 \text{ nm}$  [[1](#), S. 540]. Die Intensität der Farbe korreliert mit der Konzentration, weswegen sich die Vis-Photometrie zur Konzentrationsbestimmung eignet [[2](#), S. 108]. Sind die Konzentrationen aller Spezies in [1](#) bekannt, errechnet sich nach ([1](#)) die entsprechende Komplexbildungskonstante  $\beta$ . Die Konzentration von  $\text{H}_2\text{O}$  wird dabei als Konstant angenommen.

$$\beta = \frac{[[\text{Fe}(\text{OH}_2)_5\text{SCN}]^{2+}]}{[[\text{Fe}(\text{OH}_2)_6]^{3+}] * [\text{SCN}^-]} \quad (1)$$

### 1.2 Ziel des Experiments

Auf Basis der obigen Überlegungen ist das Ziel, eine möglichst exakte Bestimmung der Komplexbildungskonstante der beschriebenen Reaktion mithilfe von Vis-Photometrie durchzuführen.

---

<sup>1</sup>high-spin

## 2 Experimenteller Teil

### 2.1 Verwendete Materialien

Tabelle 1: Auflistung der verwendeten Geräte und Chemikalien

Geräte	Hersteller	Chemikalie	Hersteller
16 mm × 160 mm Reagenzgläser - 6 Stück		0.002 M NaSCN Lösung	
6100-Vis Photometer		0.2 M Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> Lösung	
(10.00 ± 0.05) ml Vollpipette		deionisiertes Wasser	
(10.0 ± 0.1) ml Messzylinder			
(50.0 ± 0.1) ml Messzylinder			
Glasküvetten Ø1.6 cm			
Messpipette			

### 2.2 Versuchsdurchführung

Um die Konzentrationen bestimmen zu können, wurde eine Verdünnungsreihe erstellt. Dazu wurden 6 gereinigte Reagenzgläser jeweils mit 10 mL einer 0.002 M NaSCN Lösung gefüllt<sup>2</sup>. In Reagenzglas 1 wurden 10 mL einer 0.2 M Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> Lösung pipettiert<sup>3</sup>. In diesem Reagenzglas liegt Fe<sup>3+</sup><sub>(aq)</sub> im Überschuss vor ( $[\text{SCN}^-] \ll [\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})}]$ , also  $[\text{Fe}(\text{OH}_2)_5\text{SCN}]^{2+} = [\text{SCN}^-]_0$ ), weswegen es im Folgenden als Standard verwendet wurde. Anschließend wurden 10 mL einer 0.2 M Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> in einen 50 mL Messzylinder pipettiert und mit deionisiertem Wasser auf 25 mL aufgefüllt. Nach dem homogenisieren wurden 10 mL entnommen<sup>4</sup> und in Reagenzglas 2 pipettiert. Mit einer Messpipette wurden weitere 5 mL vom Messzylinder entnommen und verworfen. Die verbleibenden 10 mL wurden mit deionisiertem Wasser auf 25 mL aufgefüllt, wovon wieder 10 mL entnommen und in Reagenzglas 3 pipettiert wurden. Diese Prozedur wurde wiederholt, bis man 6 Reagenzgläser mit jeweils verschiedenen Konzentrationen an Fe<sup>3+</sup><sub>(aq)</sub>, SCN<sup>-</sup><sub>(aq)</sub> und  $[\text{Fe}(\text{OH}_2)_5\text{SCN}]^{2+}$  hatte - deutlich erkennbar an der abnehmenden Intensität der roten Färbung.

Die Messung mit dem Vis-Photometer erfolgte in Glasküvetten ( $d = 1.6$  cm), die 10 mL der Probelösung aus den Reagenzgläsern der Verdünnungsreihe enthielten<sup>5</sup>. Die Messung der Extinktion  $E_{\lambda_{\text{max}}}$  erfolgte beim Absorptionsmaximum  $\lambda_{\text{max}} = 485$  nm. Für die Messung wurde die Methode *Eisenthiocyanat - Nr. 1001* verwendete, die bereits eine entsprechende Kalibriergerade enthält<sup>6</sup>. Als Ergebnis der Messung erhält man die Konzentration von  $[\text{Fe}(\text{OH}_2)_5\text{SCN}]^{2+}$ .

### 2.3 Auswertung

Um die Komplexbildungskonstante berechnen zu können, müssen die Gleichgewichtskonzentrationen der an der Reaktion beteiligten Spezies bekannt sein.

<sup>2</sup>Vollpipette

<sup>3</sup>Vollpipette

<sup>4</sup>Vollpipette

<sup>5</sup>Probelösung wurde mit einem 10 mL Messzylinder überführt; es wurde darauf geachtet, eine saubere, trockene Küvette zu verwenden, um ungewollte Änderungen der Konzentrationen zu verhindern

<sup>6</sup>zuvor wurde eine Hintergrundkorrektur der Grundabsorption von H<sub>2</sub>O - Lösungsmittel - durchgeführt

Bei der Verdünnungsreihe wird in jedem Schritt die Konzentration von  $\text{SCN}^-$  halbiert, da das Volumen durch die Zugabe von jeweils 10 mL der verdünnten  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  verdoppelt wird ( $V_2 = 20 \text{ mL}$ ). Für die  $\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})}$  Konzentration in den Reagenzgläsern ergibt sich eine Folge, wie in (2) dargestellt. Die genannten Konzentrationen entsprechen den Anfangskonzentrationen und sind in aufgelistet.

$$[\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})}]_{n+1} = \frac{V_n}{V_{n+1}} * [\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})}]_n = \frac{10}{25} * [\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})}]_n = 0.4 * [\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})}]_n \quad (2)$$

Die Gleichgewichtskonzentrationen lassen sich wie in (3) und (4) angeführt berechnen.  $[[\text{Fe}(\text{OH}_2)_5\text{SCN}]^{2+}]_{eq.}$  wurde mit dem Vis Photometer bestimmt.

$$[\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})}]_{eq.} = [\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})}]_0 - [[\text{Fe}(\text{OH}_2)_5\text{SCN}]^{2+}]_{eq.} \quad (3)$$

$$[\text{SCN}^-_{(\text{aq})}]_{eq.} = [\text{SCN}^-_{(\text{aq})}]_0 - [[\text{Fe}(\text{OH}_2)_5\text{SCN}]^{2+}]_{eq.} \quad (4)$$

Durch Einsetzen der Gleichgewichtskonzentration in (1) errechnet sich die gesuchte Komplexbildungskonstante. Die theoretischen Konzentrationen von  $[\text{Fe}(\text{OH}_2)_5\text{SCN}]^{2+}$  lassen sich ausgehend von der gemessenen Extinktion, dem bekannten molaren Extinktionskoeffizienten  $\varepsilon_{\lambda_{max}} = 4250 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$  und der Schichtdicke  $d = 1.6 \text{ cm}$  mit dem Lamber-Beer'schen Gesetz berechnen:

$$[[\text{Fe}(\text{OH}_2)_5\text{SCN}]^{2+}]_{theoret.,eq.} = \frac{E_{\lambda_{max}}}{\varepsilon_{\lambda_{max}} * d} \quad (5)$$

## 2.4 Messergebnisse und Literaturwerte

In Tabelle ?? sind alle Messwerte, die im Rahmen der Versuchsdurchführung wie in 2.2 beschrieben, gemessen wurden.

Tabelle 2: Ausgangs- und Anfangskonzentrationen

Nr.	$V_1$ in ml	$[\text{SCN}^-_{(\text{aq})}]$ in M	$[\text{Fe}^+_{(\text{aq})}]$ in M	$V_2$ in ml	$[\text{SCN}^-_{(\text{aq})}]_0$ in M	$[\text{Fe}^+_{(\text{aq})}]_0$ in M
1	10	0.002	0.2	20	0.001	0.1
2	10	0.002	0.08	20	0.001	0.04
3	10	0.002	0.03	20	0.001	0.02
4	10	0.002	0.01	20	0.001	0.006
5	10	0.002	0.005	20	0.001	0.003
6	10	0.002	0.002	20	0.001	0.001

Tabelle 3: Messergebnisse und Komplexbildungskonstanten

Nr.	$[\text{Fe}^+]_{eq.}$ in M	$[\text{SCN}^-]_{eq.}$ in M	$[[\text{Fe}(\text{OH}_2)_5\text{SCN}]^{2+}]_{eq.}$ in M	$\beta$	$E_{\lambda_{max}}$	$[[\text{Fe}(\text{OH}_2)_5\text{SCN}]^{2+}]_{th.,eq.}$ in M
1	$1 \times 10^{-4}$					
2	$1 \times 10^{-4}$					
3	$1 \times 10^{-4}$					
4	$1 \times 10^{-4}$					
5	$1 \times 10^{-4}$					
6	$1 \times 10^{-4}$					

### 3 Ergebnisse und Diskussion

## Reaktionsverzeichnis

Reaktion Rgl. 1 . . . . .	1
---------------------------	---

## Literaturverzeichnis

- [1] Peter Atkins, Tina Overton, Jonathan Rourke, Mark Weller und Fraser Armstrong. *Inorganic Chemistry*. 6th edition. Oxford: Oxford University Press, 2014 (siehe S. 1).
- [2] Georg Schwedt. *Taschenatlas der Analytik*. 3. Auflage. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co., 2007 (siehe S. 1).

## Abbildungsverzeichnis

## Tabellenverzeichnis

1	Materialienliste, Quelle: Autor . . . . .	2
2	Ausgangs- und Anfangskonzentrationen, Quelle: Autor . . . . .	3
3	Messergebnisse und Komplexbildungskonstanten, Quelle: Autor . . . . .	4