

Bestimmung der Gleichgewichtskonstante für ein Homogenes Gleichgewicht [1]

Autor: Florian KLUIBENSCHEDL

Bericht verfasst am: 3. März 2019

Versuchsdurchführung am: 04. März 2019

Gruppe, Matrikelnummer: 3, 11805747

Lehrveranstaltung: PR Allgemeine Chemie A

Institut: Allgemeine, Anorganische
und Theoretische Chemie

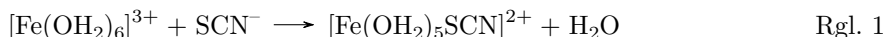
Assistent: Ladstätter Eva

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 Komplex¹, was die tiefröte Farbe erklärt - Absorptionsmaximum $\lambda_{\text{max}} = 485 \text{ nm}$ [2, S. 540]. Die Intensität der Farbe korreliert mit der Konzentration, weswegen sich die Vis-Photometrie zur Konzentrationsbestimmung eignet [3, S. 108]. Sind die Konzentrationen aller Spezies in 1 bekannt, errechnet sich nach (1) die entsprechende Komplexbildungskonstante β . Die Konzentration von H_2O 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.

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 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 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 gefüllt². In Reagenzglas 1 wurden 10 mL einer 0.2 M $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ Lösung pipettiert³. In diesem Reagenzglas liegt $\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})}$ im

¹high-spin

²Vollpipette

³Vollpipette

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 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ in einen 50 mL Messzylinder pipettiert und mit deionisiertem Wasser auf 25 mL aufgefüllt. Nach dem homogenisieren wurden 10 mL entnommen⁴ 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 $\text{Fe}^{3+}_{(\text{aq})}$, $\text{SCN}^-_{(\text{aq})}$ 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 ($d = 1.6 \text{ cm}$), die 10 mL der Probelösung aus den Reagenzgläsern der Verdünnungsreihe enthielten⁵. Die Messung der Extinktion $E_{\lambda_{\text{max}}}$ erfolgte beim Absorptionsmaximum $\lambda_{\text{max}} = 485 \text{ nm}$. Für die Messung wurde die Methode *Eisenthioocyanat - Nr. 1001* verwendet, die bereits eine entsprechende Kalibriergerade enthält⁶. 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.

Bei der Verdünnungsreihe wird in jedem Schritt die Konzentration von 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 $\varepsilon_{\lambda_{\text{max}}} = 4250 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ und der Schichtdicke $d = 1.6 \text{ cm}$ mit dem Lamber-Beer'schen Gesetz berechnen:

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

⁴Vollpipette

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

⁶zuvor wurde eine Hintergrundkorrektur der Grundabsorption von H_2O - Lösungsmittel - durchgeführt

2.4 Messergebnisse und Literaturwerte

In Tabelle 3 sind alle Messwerte angeführt, die im Rahmen der Versuchsdurchführung wie in 2.2 beschrieben, gemessen wurden. Tabelle 2 enthält die Konzentrationen der Verdünnungsreihe.

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	$[\text{SCN}^-]_0$ in M	$[\text{Fe}^+]_0$ 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	β	$E_{\lambda_{max}}$	$[[\text{Fe}(\text{OH}_2)_5\text{SCN}]^{2+}]_{th.,eq.}$ in M
1	1×10^{-4}					
2	1×10^{-4}					
3	1×10^{-4}					
4	1×10^{-4}					
5	1×10^{-4}					
6	1×10^{-4}					

3 Ergebnisse und Diskussion

Reaktionsverzeichnis

Reaktion Rgl. 1	2
---------------------------	---

Literaturverzeichnis

- [1] Wolfgang Viertl et al. *Versuchsvorschriften PR Allgemeine Chemie - Universität Innsbruck*. 2019.
- [2] Peter Atkins, Tina Overton, Jonathan Rourke, Mark Weller und Fraser Armstrong. *Inorganic Chemistry*. 6th edition. Oxford: Oxford University Press, 2014 (siehe S. 2).
- [3] Georg Schwedt. *Taschenatlas der Analytik*. 3. Auflage. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co., 2007 (siehe S. 2).

Abbildungsverzeichnis

Tabellenverzeichnis

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