

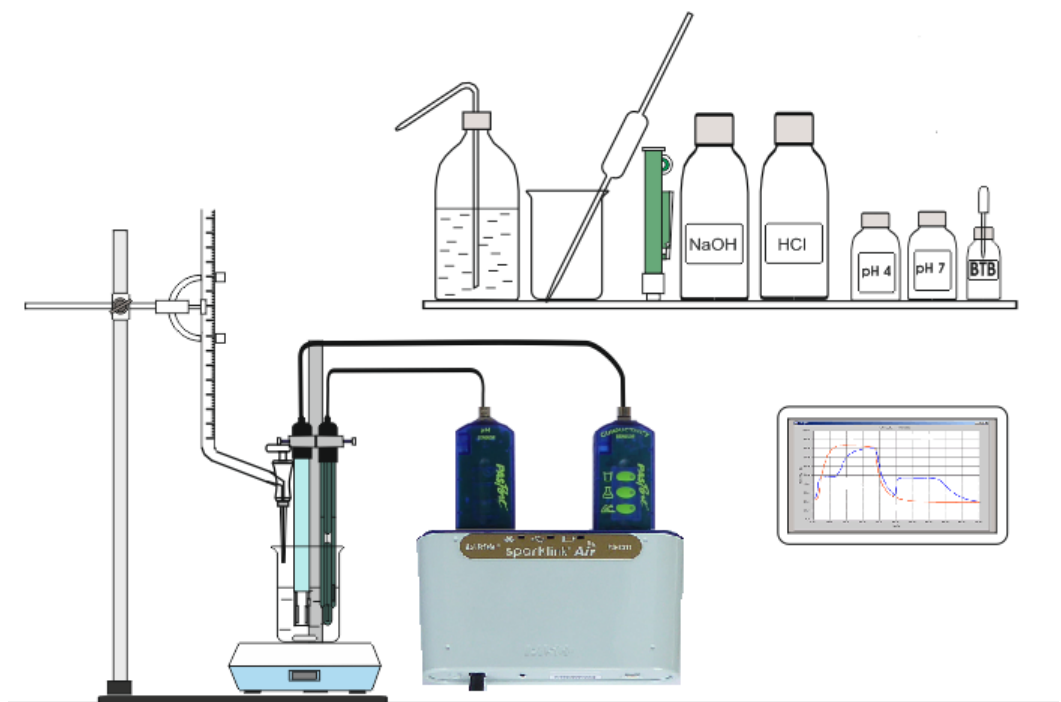
Prinzip

Da sich bei der Neutralisation die Leitfähigkeit und der pH-Wert ändern, kann man die Titration sowohl konduktometrisch wie auch potenziometrisch verfolgen. Mit Sparklink Air (PASCO) / Sparkvue (App für Tablets) hat man die Möglichkeit, Leitfähigkeit und pH-Wert gleichzeitig aufzunehmen.

Versuch als 2-Kanal Messung nicht durchführbar: Die Module besitzen keine Potentialtrennung

Die Messung ist auch nicht mit normaler Bürette durchführbar, weil mit Sparkvue manuell keine sinnvolle x-Achse zu erstellen ist. Als Ersatzlösung wird hier eine Gleichlaufbürette eingesetzt.

**Aufbau
und
Vorbe-
reitung**



Benötigte Geräte

- | | |
|---|---|
| <input type="checkbox"/> Sparklink Air (PASCO) | <input type="checkbox"/> 2Muffe |
| <input type="checkbox"/> Netzteil | <input type="checkbox"/> "Spülbecherglas", 250 mL |
| <input type="checkbox"/> Pasport Conductivity Sensor | <input type="checkbox"/> Pipette, 10 mL |
| <input type="checkbox"/> LF-Elektrode | <input type="checkbox"/> Magnetrührer |
| <input type="checkbox"/> PasPort pH Sensor | <input type="checkbox"/> Rührfisch |
| <input type="checkbox"/> pH-Elektrode | <input type="checkbox"/> 2 Stative |
| <input type="checkbox"/> Tablet mit Blue Tooth z.B. iPad | <input type="checkbox"/> Bürettenklemme |
| <input type="checkbox"/> Becherglas, 150 mL | <input type="checkbox"/> Doppelelektrodenhalter |
| <input type="checkbox"/> Bürette, 25 mL | <input type="checkbox"/> Pipettierhilfe |

Verwendete Chemikalien

- Natronlauge (c = 0,1 mol/L)
- Salzsäure (c = 0,1 mol/L)
- dest. Wasser
- Pufferlösung, pH 7
- Pufferlösung, pH 4
- evtl. Bromthymolblaulösung

Vorbereitung des Versuchs

- ▶ Geräte entsprechend der Zeichnung bereitstellen, aufbauen und verbinden.
- ▶ 10 mL Salzsäure (bzw. Analysenlösung) mit der Pipette in das Becherglas geben und 2 Tropfen Indikator.
- ▶ Rührfisch dazugeben und Becherglas auf den Magnetrührer stellen.
- ▶ pH-Elektrode in das halb mit Leitungswasser gefüllte „Spülbecherglas“ stellen.
- ▶ pH-Elektrode in die entsprechende pH-Buchse stecken.
- ▶ Leitfähigkeitslektrode in die entsprechende κ(LF)-Buchse stecken und am Elektrodenhalter befestigen.
- ▶ Die Bürette mit Natronlauge füllen und auf die Nullmarkierung einstellen.
- ▶ Conductivity- Modul und pH-Modul auf den Sparklink Air stecken



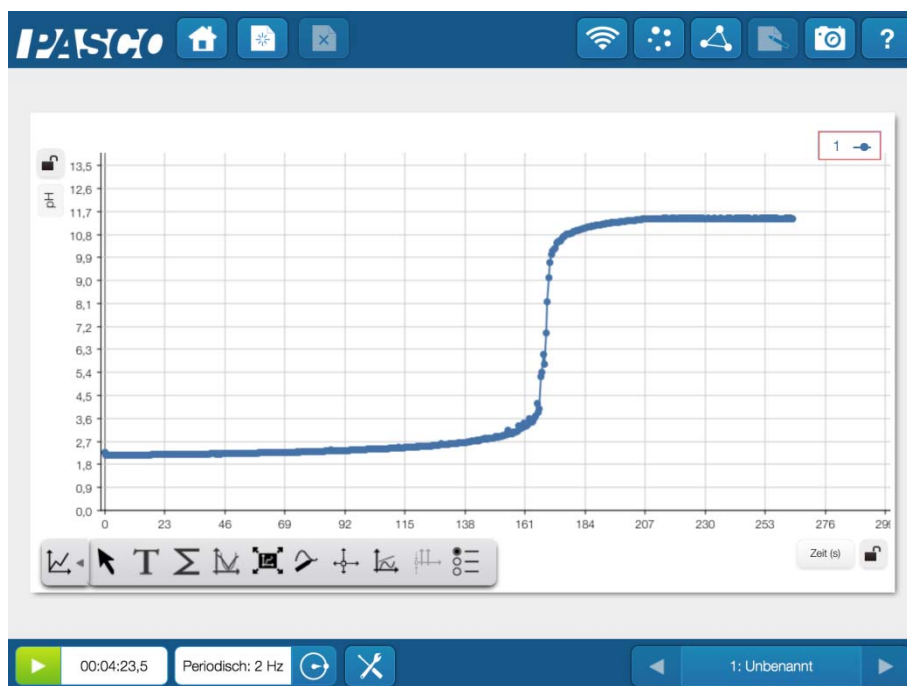
Vorbereitung am Computer

- ▶ iPad/Tablet einschalten
- ▶ Mit Bluetooth koppeln: **Einstellungen** **Bluetooth einschalten** **Sparklink Air XXX Verbinden**
- ▶ Die App **Sparkvue** starten. Das iPad zeigt den letzten bearbeiteten Bildschirm.
- ▶ **Nur für Android-Tablet:** Das **Home-Icon** oben links anklicken, **5Punktekreis-Icon** oben rechts anklicken, **Tilslut sensorer via Bluetooth** anklicken.
- ▶ **Tilslut** anklicken. Es erscheint **Afbrid**. Mit **OK** bestätigen. **OK**
- ▶ Das **Home-Icon** oben links anklicken, unten **Erstellen** anklicken, oben rechts **Ungeteilten Hintergrund** auswählen, in dem Icon-Auswahlbild **Tabelle** auswählen
- ▶ Icon unten links **Tabelle** anklicken mittleres Icon (**Spalte einfügen**) anklicken
- ▶ oben **Messung auswählen** anklicken und Feld bei Messung anklicken, **pH**, keine Einheit wählen, mit **OK** bestätigen, oben **Messung auswählen** anklicken und **Leitfähigkeit (10X)** und Einheit $\mu\text{S}/\text{cm}$ wählen, mit **OK** bestätigen

Kalibrieren

- ▶ Icon **Werkzeuge** **Sensor kalibriere** **2-Punkt (Steigung und Versatz)** **Weiter**
- ▶ pH-Elektrode spülen und in Pufferlösung pH = 4 stellen. Warten, bis... **Vom Sensor ablesen**
- ▶ pH-Elektrode spülen und in Pufferlösung pH = 7 stellen. Warten, bis... **Vom Sensor ablesen**
- ▶ mit **OK** bestätigen
- ▶ Unten das **Kreis-Icon** auswählen, den **Abtastmodus** auf **Manuell** stellen und mit **OK** bestätigen

- ▶ pH-Elektrode am Stativ befestigen. Rührfisch darf beim Drehen die Elektroden nicht berühren.
- ▶ So viel dest. Wasser zugeben, dass die Pt-Bleche der LF-Elektrode gut bedeckt sind.
- ▶ Am Conductivity-Sensor untersten Knopf drücken (leuchtet rot)
- ▶ Zur **Messwertaufnahme** bei **0,0 mL** **Grüner Pfeil und** **Orange Haken** speichern
- ▶ Die Titratorflüssigkeit kontinuierlich (mit recht kleiner Geschwindigkeit!) aus der Bürette auslaufen lassen und nach **jeweils 0,5 mL** einen **Messwert** **Orange Haken** jeweils speichern.
- ▶ Mit Klick auf **Quadratischen weißen Knopf** (rechts neben "manuell") beenden.
- ▶ Unten rechts **1: Unbenannt** anklicken und die aktuelle Seite in **Strom/Spannung** umbenennen und mit **OK** bestätigen. Die Tastatur mit **OK** beenden.



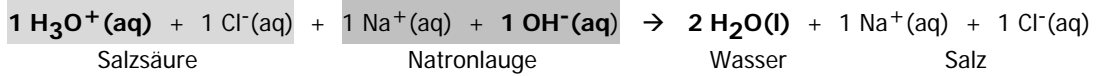
Durchführung



Speichern	<ul style="list-style-type: none"> ▶ Zum Speichern oben rechts das Dreiecks-Icon anwählen Datei speichern unter ▶ Gespeicherte Arbeit auswählen und Namen ersetzen durch (hier: Beispiel) N02a-3-2 user und OK
Excel Export	<ul style="list-style-type: none"> ▶ Hast noch nicht geklappt
Öffnen bei Bedarf	<ul style="list-style-type: none"> ▶ Die App Sparkvue starten, oben links auf das Home-Icon klicken, gespeicherte Arbeit aufrufen, entsprechende Datei anklicken und Öffnen.

Neutralisationstiteration - Theorie

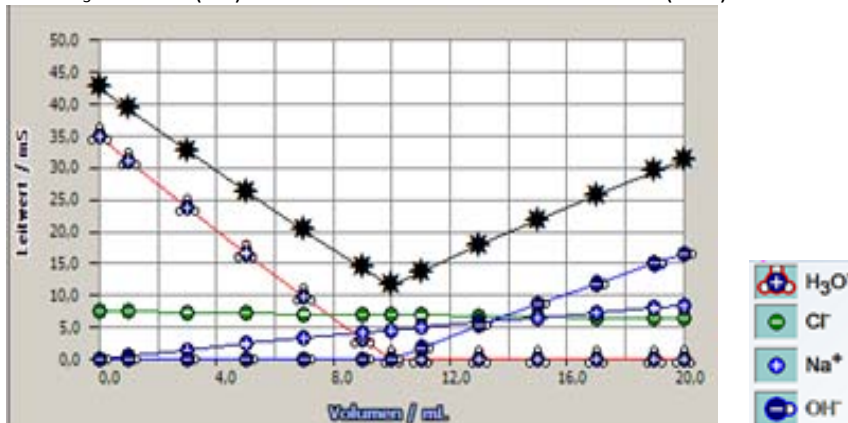
Die Neutralisationsreaktion verläuft nach folgender Gleichung:



Es reagieren eigentlich nur die schon vorliegenden Oxoniumionen mit den zugetropften Hydroxidionen

1. Betrachtung der elektrischen Leitfähigkeit

Hier ist der Leitwert (elektrische Leitfähigkeit = einzig meßbarer Wert) als Summe der Einzelleitwerte von Oxonium-, Chlorid-, Natrium- und Hydroxidionen gegen das Titratorvolumen aufgetragen. Man erkennt, wie fast nur die sehr schnellen H_3O^+ -Ionen (rot) und die ebenfalls schnellen OH^- -Ionen (blau) den Leitwert beeinflussen.

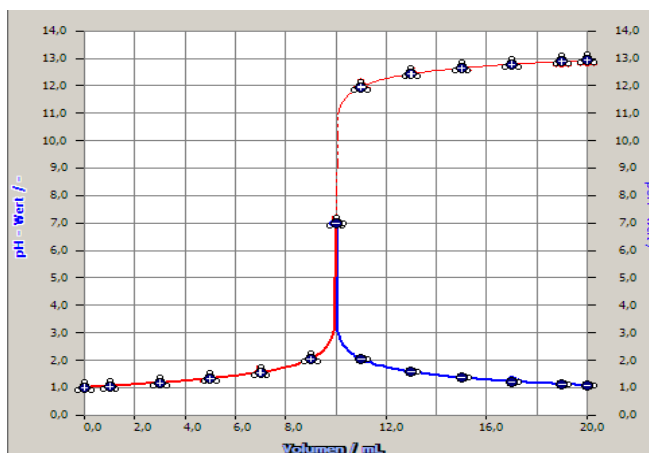


Die **Leitfähigkeit** fällt zunächst, weil die schnellen H_3O^+ -Ionen durch langsamere Na^+ -Ionen „ersetzt“ werden. Nach dem Äquivalenzpunkt steigt die Leitfähigkeit durch die etwas weniger beweglichen OH^- -Ionen wieder an. Der Äquivalenzpunkt ergibt sich aus dem Schnittpunkt der beiden Regressionsgeraden der zwei Phasen.

2. Betrachtung des pH-Wertes

Wir benutzen dieselben Konzentrationen wie oben und wählen nur eine andere Darstellung im Graphen:

- Es werden nur noch die H_3O^+ - und die OH^- -Ionen betrachtet.
- Auf der y Achse wird statt Leitwert der negative dekadische Logarithmus der Oxonium-/Hydroxid-Ionenkonzentrationen $\text{pH} = -\log(c(\text{H}_3\text{O}^+))$ gegen das Titratorvolumen aufgetragen.
- Im oberen Graphen ist im Äquivalenzpunkt die Konzentration der Oxoniumionen durch die Titration (fast) $c(\text{H}_3\text{O}^+) = 0 \text{ mol/L}$. Aber man kann noch einen pH-Wert messen: er beträgt: 7
- Ab dem Äquivalenzpunkt erhöht sich die Hydroxidionenkonzentration $c(\text{OH}^-)$. Daraus wird der pH-Wert berechnet: $\text{pH} = 14 - \text{pOH}$.



Zu Beginn ist der **pH-Wert** ist sehr niedrig, da die Chlorwasserstoffsäure vollständig dissoziiert ist. Im Laufe der Titration werden die Oxoniumionen durch die Hydroxidionen neutralisiert. In der Nähe des Äquivalenzpunktes aber steigt der pH-Wert bei weiterer Zugabe der Hydroxidionen sprunghaft an. Am Ende der Titration ist die Steigung wieder gering. Daher bietet sich hier die „3 Geradenmethode“ als Auswertemethode an.

Prinzip:

Auswertung

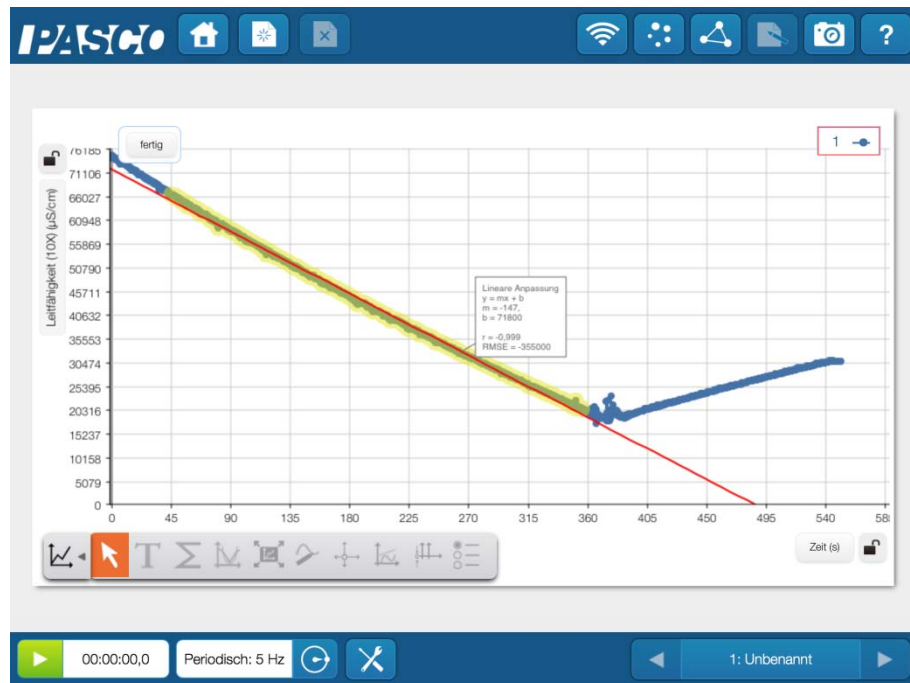
Die Auswertung / Umrechnung der Datenreihen ist noch nicht klar!!!

Auswertung

Elektrische Leitfähigkeit

1. Auswertung des Graphen für die elektrische Leitfähigkeit mit Gleichlaufbürette

- ▶ Unten links **Koordinatensystem mit Graph** dann viertes Icon von links **Koordinatensystem mit Kurven**
- ▶ **Lineare Anpassung** und **OK**
- ▶ In der unteren Iconleiste **Pfeil** anklicken, mit dem Finger auf dem Display den abfallenden Ast markieren. Die Werte m1 und b1 der Ausgleichsgeraden notieren.
- ▶ In der unteren Iconleiste wieder **Pfeil** drücken und mit dem Finger auf dem Display den aufsteigenden Ast markieren. Die Werte m2 und b2 der Ausgleichsgeraden notieren.
- ▶ Die Schnittstelle "zu Fuß" berechnen durch $x = (b_2 - b_1) / (m_1 - m_2)$



- ▶ Wiegt man das gesamte zugetropfte Volumen V , so lässt sich t umrechnen durch
- ▶ $V(\text{Äquiv.pkt}) = \text{Gesamt volumen} / \text{Dauer} * t$.

2. Auswertung des Graphen für den pH-Wert - mit Gleichlaufbürette

Auswertung

pH-Wert

- ▶ Unten links **Koordinatensystem mit Graph** dann viertes Icon von links **Koordinatensystem mit Kurven**
- ▶ **Lineare Anpassung** und **OK**
- ▶ In der unteren Iconleiste **Pfeil** anklicken, mit dem Finger auf dem Display die Vorperiode markieren. Die Werte m1 und b1 der Ausgleichsgeraden notieren.
- ▶ In der unteren Iconleiste wieder **Pfeil** drücken und mit dem Finger auf dem Display die Hauptperiode markieren. Die Werte m2 und b2 der Ausgleichsgeraden notieren.
- ▶ In der unteren Iconleiste wieder **Pfeil** drücken und mit dem Finger auf dem Display die Nachperiode markieren. Die Werte m3 und b3 der Ausgleichsgeraden notieren.
- ▶ Den Zeitwert t des Äquivalenzpunktes berechnen durch $t = 0,5 * [(b_2 - b_1) / (m_1 - m_2) + (b_3 - b_2) / (m_2 - m_3)]$
- ▶ Wiegt man das gesamte zugetropfte Volumen V , so lässt sich t umrechnen durch
- ▶ $V(\text{ÄP}) = \text{Gesamt volumen} / \text{Dauer} * t$.



Quick-
Start

Geräte und Chemikalien müssen schon aufgebaut, anschlossen und eingeschaltet sein!

Einmal gespeicherte Einstellungen können für eine sofortige neue Messung benutzt werden.

- ▶ Die App **Sparkvue** starten und oben links auf das **Home-Icon** klicken, **gespeicherte Arbeit** aufrufen, entsprechende Datei **N01A-3-2-QS** anklicken und **Öffnen**.
- ▶ Unten auf **Werkzeuge** **Datensätze verwalten** und **alle Datensatz löschen... OK... OK**

Weiter, wie bei **Durchführung** beschrieben.

Zeitbedarf		Aufbau		Vorber.		Durch-		Auswer-		Ab-		Intuitive Be-	
Minuten		(Exp):		Rechn.		führ.		tung		bau		dienung (+1-6)	

Tipp

Es wird vom Gerät nicht richtig gemeldet, wenn der Akku schwach wird: Die Bluetooth-Übertragung fällt dann aus.

Die Leitfähigkeitskurve erinnert an die Dead-Stop-Methode. Gibt es einen Gleichspannungsanteil?

Beachten:



Entsorgung

Ausguss evtl. nach Neutralisation

Literatur

F. Kappenberg; Computer im Chemieunterricht 1988 , S. 142, Verlag Dr. Flad, Stuttgart