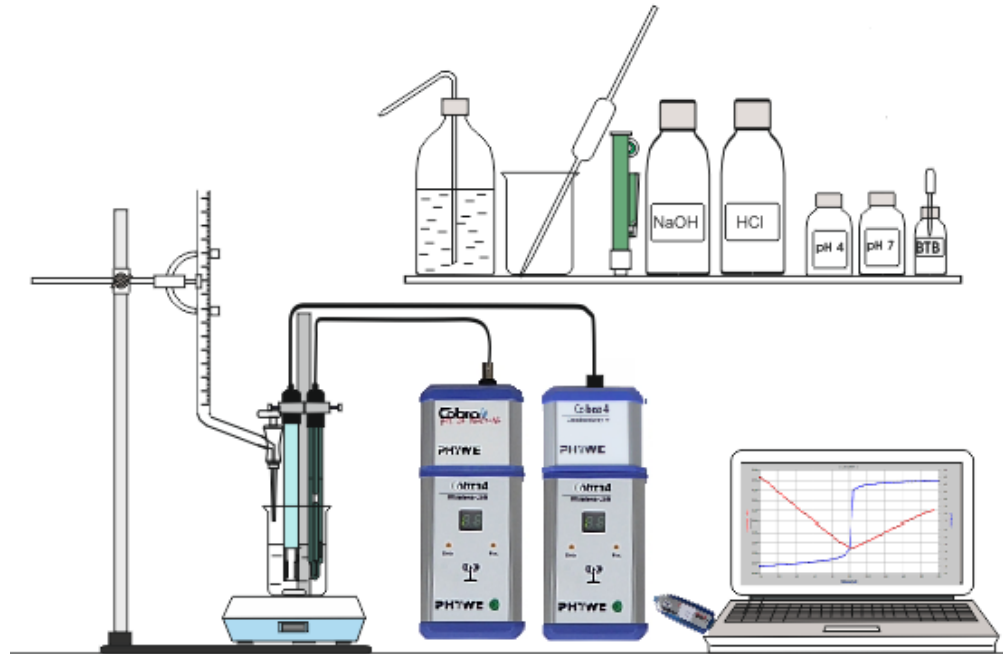


Prinzip

Da sich bei der Neutralisation die Leitfähigkeit und der pH-Wert ändern, kann man die Titration sowohl konduktometrisch wie auch potenziometrisch verfolgen.
Mit Phywe Cobra 4 / Measure hat man die Möglichkeit, Leitfähigkeit und pH-Wert gleichzeitig aufzunehmen.



Aufbau und Vorbereitung

Benötigte Geräte

- 2 Cobra 4 Wireless-Link
- Cobra 4 Wireless Manager (USB Stick)
- Cobra 4 Leitfähigkeits-Modul
- Cobra 4 pH-Modul
- LF-Elektrode
- pH-Elektrode
- Computer/Laptop **Eee 04**
- Becherglas, 150 mL
- Bürette, 25 mL
- Muffe

Verwendete Chemikalien

- "Spülbecherglas", 250 mL
- Pipette, 10 mL
- Magnetrührer
- Rührfisch
- 2 Stative
- Bürettenklemme
- Doppelelektrodenhalter
- Pipettierhilfe
- 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.
- ▶ Rührfisch dazugeben und Becherglas auf den Magnetrührer stellen.
- ▶ pH-Elektrode in das halb mit Leitungswasser gefüllte „Spülbecherglas“ stellen.
- ▶ Leitfähigkeitselektrode am Elektrodenhalter befestigen.
- ▶ Die Bürette mit Natronlauge füllen und auf die Nullmarkierung einstellen.
- ▶ pH-Elektrode über ein Cobra 4pH-Modul mit dem Cobra 4 Wireless Link verbinden.
- ▶ LF-Elektrode über ein Cobra 4 Conductivity-Modul mit einem weiteren Cobra 4 Wireless-Link verbinden.
- ▶ Cobra 4 Wireless Manager in den USB-Anschluss von Eee04 stecken.
- ▶ Am den Cobra-Wireless-Links die grünen Knöpfe drücken. Die Anzeigen leuchten auf.

Vorbereitung am Computer

- ▶ Vom Desktop **Measure** starten - warten, bis sich alle Fenster aufgebaut haben. .
- ▶ Im Navigator links **Allg. Einstellungen** wählen und Messung **Auf Tastendruck** auswählen.
- ▶ Für x-Achsen Darstellung auf **Messwert-Nummer** umstellen.
- ▶ Unten (!) bei "**Messkanäle aktivieren/deaktivieren**".



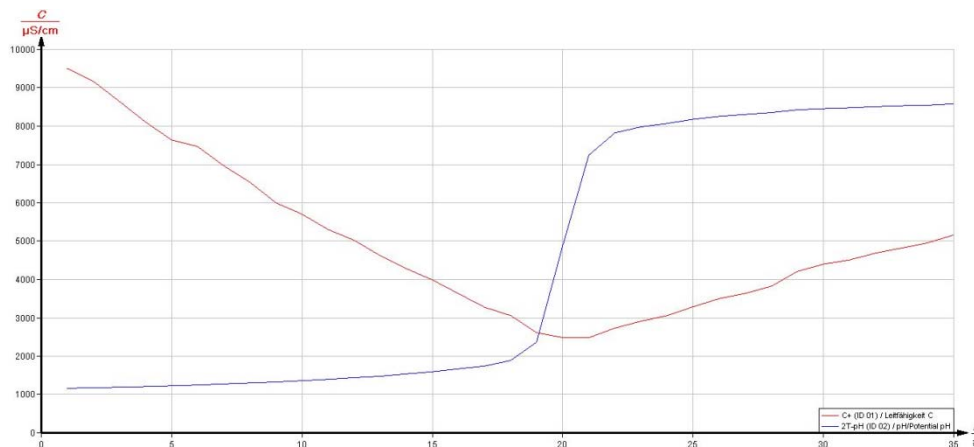
- Häkchen bei pH Leitfähigkeit die anderen Häkchen entfernen (evtl. runter-scrollen!).
- In **Leitfähigkeitskoordinatensystem** rechts und **Darstellungsoptionen**.
- Unten rechts **Multigraph Einstellungen** und für die y-Achse bei pH Leitfähigkeit setzen.
- Messkanal Leitfähigkeit** auf y-Achse: **Oben:** 15000, **Unten:** 0 $\mu\text{S/cm}$
- Messkanal pH** auf y-Achse: **Oben:** 14, **Unten:** 0 $\mu\text{S/cm}$
- Für x-Achse **Messwertnummer** auswählen dann **links an der Achse** 0 - **rechts** 40
- Mit **OK** bestätigen und nochmals **OK** Fenster schließen.

Kalibrieren

- pH Elektrode spülen in Pufferlösung pH = 7 stellen
- Im Untermenü „Navigator“ auf den Reiter **Übersicht** **pH/Potential** ooppelklick
- Im Menü „Messkanal pH/Potential pH“ auf **Kalibrieren**
- Wenn der aktuelle Messwert konstant ist, bei "Sollwert 1" 7,0 und **Anwenden**
- pH Elektrode spülen in Pufferlösung pH =4 stellen
- Wenn der aktuelle Messwert konstant ist, bei "Sollwert 2" 4,0 und **Anwenden**
- OK** Fenster schließen
- Die Digitalanzeigen nach links untereinander ziehen und das Fenster des Multigraphen groß ziehen.

Durchführung

- 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.
- Mit **Start** oben links die Messwertspeicherung starten.
- Zur **Messwertaufnahme** bei 0,0 mL **Blauer Pfeil**
- Die Titratorflüssigkeit kontinuierlich (mit recht kleiner Geschwindigkeit!) aus der Bürette auslaufen lassen und nach **jeweils 0,5 mL** einen **Messwert** **Blauer Pfeil** jeweils speichern.
- Zum Beenden **schwarzes Viereck** oben links drücken.
- Im Fenster „Weitere Datenbearbeitung“ Speichern **Alle Messungen an measure übertragen** bestätigen und mit **OK** Fenster schließen.
- In Menüzeile **Messauswertung** **Wurzel alpha Kanalumwandlung** anklicken,
- unter Quellkanäle1: **Messwert-Nr.**, unter Operation f:= $n * 0,5 - 0,5$ bei
- Zielkanal **überschreiben** **Messwert-Nr.**
- Unter Bezeichnung: „Volumen“, Messgröße: **Volumen**, Messeinheit: **mL**,
- oben rechts **Berechne**
- In Koordinatensystem** rechts
- Mit rechter Maustaste ins Diagramm klicken **Darstellungsoptionen**
- oben **x-Datensatz** "sinnvolle Nachkommastellen" 2 mit **OK** bestätigen

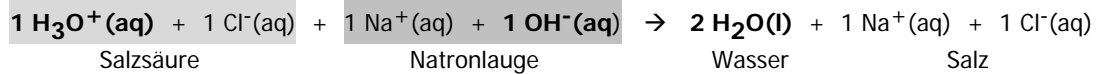




Speichern	<ul style="list-style-type: none"> ▶ Zum Speichern Datei und dann Messung speichern unter ▶ Ordner Phywe auswählen. ▶ Projektnamen eingeben (hier: Beispiel) N02a-4-1 user und Speichern
Excel-Export	<ul style="list-style-type: none"> ▶ Hauptmenü: Messung - Messwerte exportieren ▶ Ziel: in Zwischenablage kopieren Format: als Zahlenwerte kopieren OK . <p>Bearbeitung in Excel:</p> <ul style="list-style-type: none"> ▶ Vom Desktop Excel starten und Einfügen
Öffnen bei Bedarf	<ul style="list-style-type: none"> ▶ Measure starten und warten, bis alle Fenster aufgebaut sind. ▶ Im Hauptmenü Experiment und Hauptprogramm aufrufen ▶ Öffnen das gewünschte Projekt

Neutralisationstiteration - Theorie

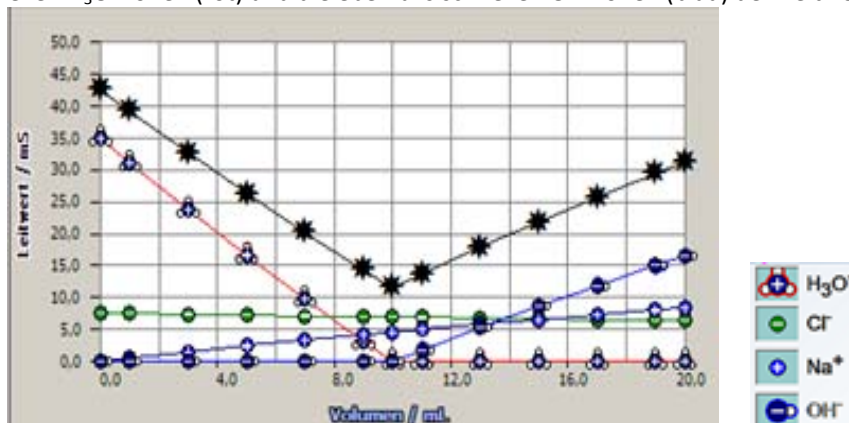
Die Neutralisationsreaktion verläuft nach folgender Gleichung:



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.

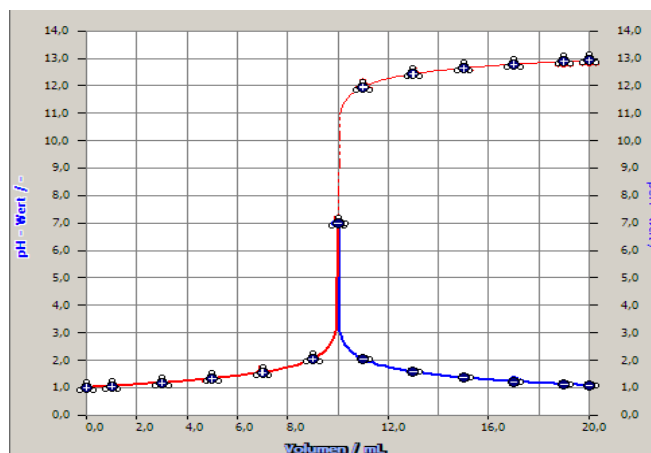


Die **Leitfähigkeit** fällt zunächst, weil die schnellen H_3O^+ -Ionen durch langsamere Na^+ -Ionen „ersetzt“ werden. Nach dem Äquivalenzpunkt steigt die Leitfähigkeit durch die etwas weniger beweglichen OH^- -Ionen wieder an. Der Äquivalenzpunkt ergibt sich aus dem Schnittpunkt der beiden Regressionsgeraden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

2. Betrachtung des pH-Wertes

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

1. Es werden nur noch die H_3O^+ - und die OH^- -Ionen betrachtet.
2. 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.
3. 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
3. 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:

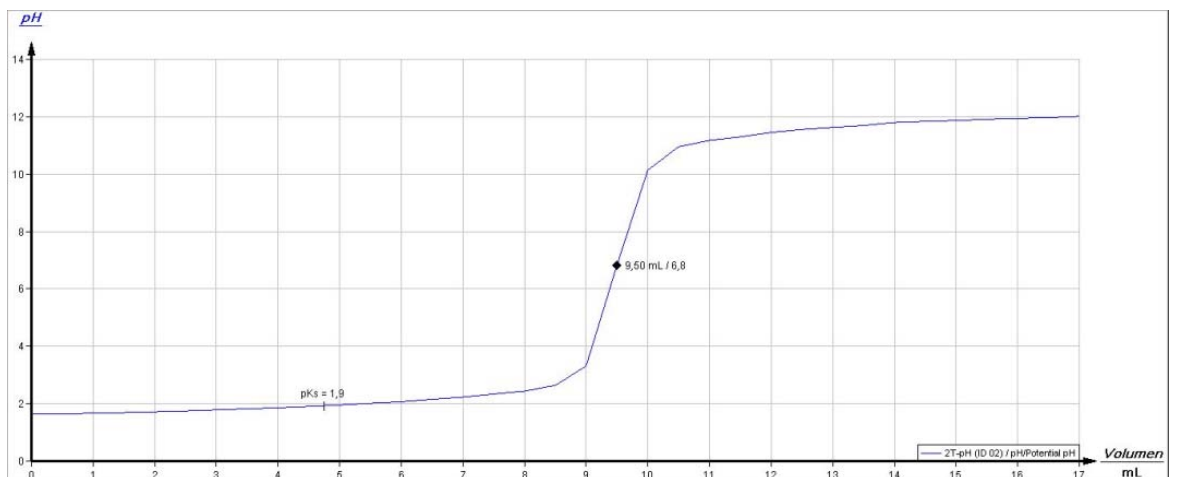
1. Auswertung des Graphen für den pH-Wert

Auswertung

pH-Teil

Bestimmung des Volumens im Äquivalenzpunkt

- Leitfähigkeitskurve anwählen und die pH-Kurve mit wegblenden
- 7. Icon von links anklicken,
- Unter Einstellungen bei Häkchen entfernen und
- bei und Haken setzen und



Berechnung des Gehaltes (Bedeutung der Indizes: v = vorgelegt – z = zugegeben bis zum Äquivalenzpunkt)

Bei Äquivalenz gilt: $n_v(\text{HAc}) = n_z(\text{NaOH}) \quad \Rightarrow \quad c_v(\text{HAc}) = \frac{c_z(\text{NaOH}) \cdot V_z(\text{NaOH})}{V_v(\text{HAc})}$

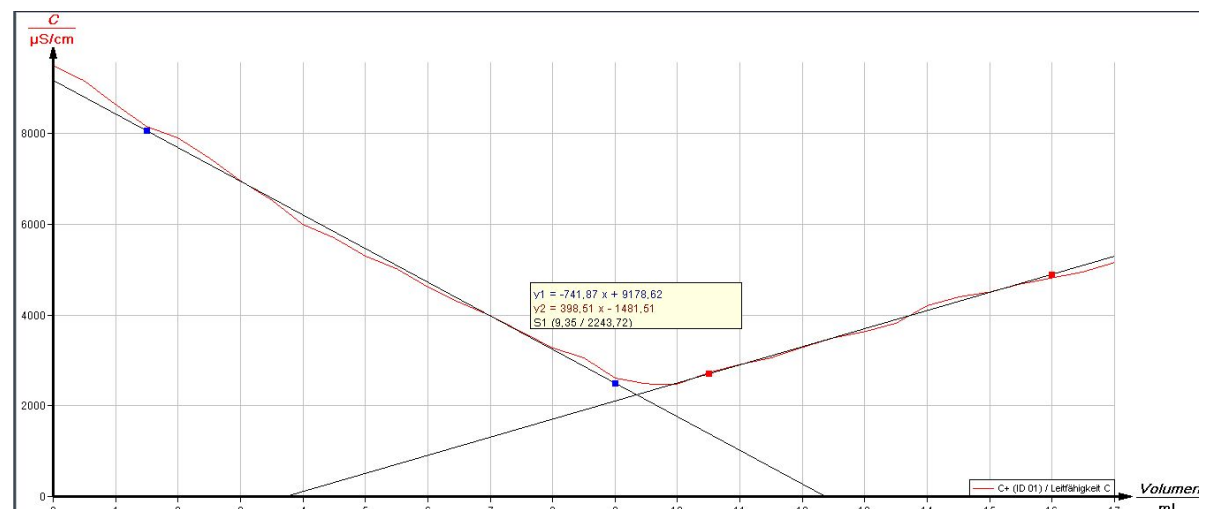
2. Auswertung des Graphen für die elektrische Leitfähigkeit

Auswertung

pH-Teil

Bestimmung des Volumens im Äquivalenzpunkt

- Leitfähigkeitskurve anwählen und die pH-Kurve mit wegblenden
- 4. Icon von links Punkte mit so verschieben, dass der gewünschte Bereich markiert ist.
- rechts und
- und die beiden Punkte mit so verschieben, dass der gewünschte Bereich markiert ist. Die beiden Geradengleichungen und deren Schnittpunkt lassen sich an die gewünschte Position ziehen



Berechnung des Gehaltes (Bedeutung der Indizes: v = vorgelegt – z = zugegeben bis zum Äquivalenzpunkt)

Bei Äquivalenz gilt: $n_v(\text{HAc}) = n_z(\text{NaOH}) \quad \Rightarrow \quad c_v(\text{HAc}) = \frac{c_z(\text{NaOH}) \cdot V_z(\text{NaOH})}{V_v(\text{HAc})}$



Quick- Start	Geräte (richtiger Link und richtige Sensoren) und Chemikalien müssen schon aufgebaut, anschlossen und eingeschaltet sein!
	<p>Einmal gespeicherte Einstellungen können für eine sofortige neue Messung benutzt werden.</p> <ul style="list-style-type: none"> Vom Desktop Measure starten, warten, bis sich alle Fenster aufgebaut haben, und die Aufforderung zum Update ignorieren. <p>Hauptmenü Experiment, Konfiguration laden Wählen von N02a-4-1-QS.c4o</p> <ul style="list-style-type: none"> Multigraph auf Vollbild stellen Weiter, wie bei Durchführung beschrieben.

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

Beachten:		Entsorgung	Ausguss evtl. nach Neutralisation
-----------	--	-------------------	-----------------------------------

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