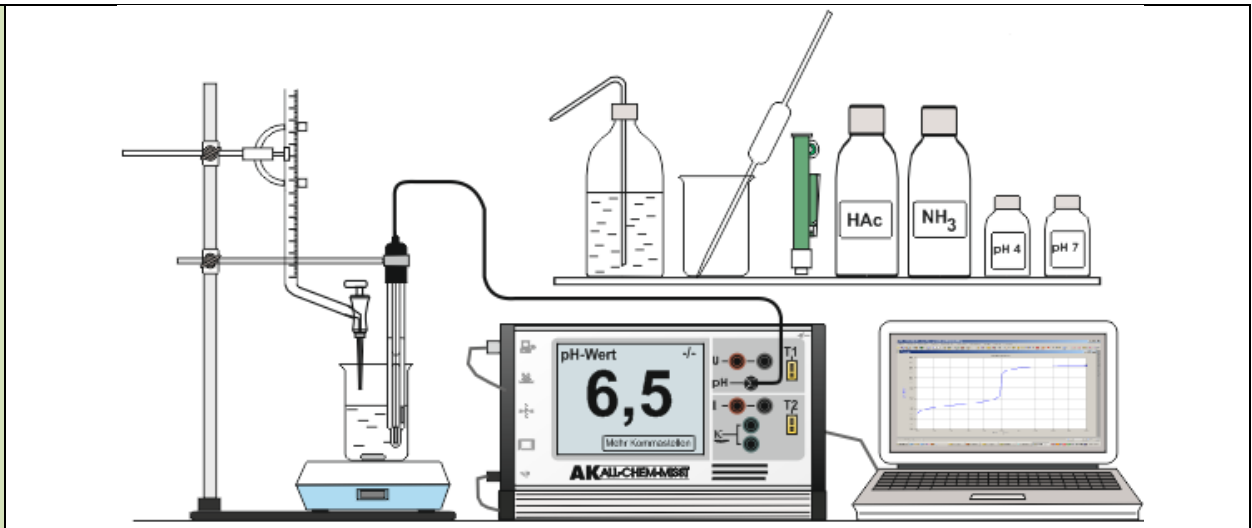




Prinzip

Ammoniaklösung wird mit Essigsäure titriert. Es handelt sich hierbei um die Reaktion einer schwachen Base mit einer schwachen Säure. Durch Ermittlung des Äquivalenzpunktes lässt sich der Gehalt der Säure berechnen, durch Ermittlung des Halbäquivalenzpunktes der entsprechende pKs-Wert.

**Aufbau
und
Vorbereitung**



Benötigte Geräte

- ALL-CHEM-MISST II oder ACM Junior
- Netzteil / USB-Anschlusskabel
- Computer
- pH-Elektrode mit BNC
- „Spülbecherglas“, 250 mL
- Pipette, 10 mL
- Pipettierhilfe

- Bürette, 25 mL
- Becherglas, 100 mL
- Stativ, Muffe
- Bürettenklemme
- Elektrodenklemme
- Magnetrührer
- Rührfisch

Verwendete Chemikalien

- Ammoniaklösung (c = 0,1 mol/L)
- Essigsäure (c = 0,1 mol/L)
- destilliertes Wasser
- evtl. Pufferlösung, pH = 2
- evtl. Pufferlösung, pH = 7

Vorbereitung des Versuchs

- ▶ **Geräte** entsprechend der Zeichnung aufbauen.
- ▶ **Bürette** mit **Essigsäure** spülen und füllen. Auf Nullmarkierung einstellen.
- ▶ **10 mL Ammoniaklösung** (bzw. Analysenlösung) mit **Pipette** in **Becherglas** geben.
- ▶ **Rührfisch** dazugeben und das **Becherglas** auf **Magnetrührer** stellen.
- ▶ **pH-Elektrode** in halb mit **Leitungswasser** gefülltes **Spülbecherglas** stellen.
- ▶ **ALL-CHEM-MISST II** mit **USB-Kabel** an **Computer** anschließen.

Vorbereitung am Computer

- ▶ **AK Analytik 11** starten; **Messen** mit **Geräte-Schnellstarter App** **ALL-CHEM-MISST II**
- ▶ Anweisungen befolgen und 'abhaken' **Weiter**
- ▶ **Auswahl des Messkanals: (Buchse im Bild)** **pH** **Weiter** **Abfrage „pH-Wert kalibrieren?“:** **Ja**
- ▶ **Abfrage: „pH Wert kalibrieren“** **Ja** (bei „nein“ grünen Kasten 'überspringen!')
- ▶ Zwei unterschiedliche Pufferlösungen bereithalten!
- ▶ Anleitung gelesen, jetzt beginnen und abhaken
- ▶ Elektrode gespült und in Pufferlösung z.B. pH=7 getaucht
- ▶ pH-Wert 1 (Etikett) (bestätigen oder ändern) **z.B. 7**
- ▶ Warten bis Driftanzeige „stabil“, dann Puffer bestätigen
- ▶ Elektrode gespült und in 2. Pufferlösung z.B. pH=2 getaucht
- ▶ 2. pH-Wert (Etikett) (bestätigen oder ändern) **z.B. 2**
- ▶ Warten bis Driftanzeige „stabil“, dann Puffer bestätigen
- ▶ Abschließen der Kalibrierung mit **Akzeptieren**
- ▶ **Auf welche Weise möchten Sie messen:** **Volumen** dann: **Tastatur**
- ▶ **Volumenintervall:** **0,5** mL, **Gesamtvolumen:** **20,0** mL, **x-Komma** **1**
- ▶ **Darstellung der Kanäle im Graphen:** **pH-Wert** **y-Untergrenze im Graphen** **0**



y-Obergrenze 14 y-Nachkomma 1 – Bestätigen mit Akzeptieren dann Weiter

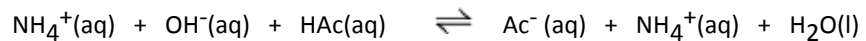
Durchführung

- ▶ pH-Elektrode am Stativ befestigen. Der Rührfisch darf beim Drehen die Elektrode nicht berühren.
- ▶ Zur **Messwertaufnahme** bei **0,0 mL** Einzelwert oder besser die 'Leertaste' drücken.
- ▶ Die Titratorflüssigkeit kontinuierlich (mit recht kleiner Geschwindigkeit!) aus der Bürette auslaufen lassen und nach **jeweils 0,5 mL** einen **Messwert** mit 'Leer'-Taste oder **Maus speichern**.
- ▶ Zum Beenden Messung beenden oder 'Esc'-Taste drücken.
- ▶ Projektname eingeben (hier: Beispiel) Mein erstes Projekt und Akzeptieren

Auswertung

Auswertung des Versuches 1. Gehaltsbestimmung

Prinzip: : Die Reaktion verläuft nach folgender Gleichung:

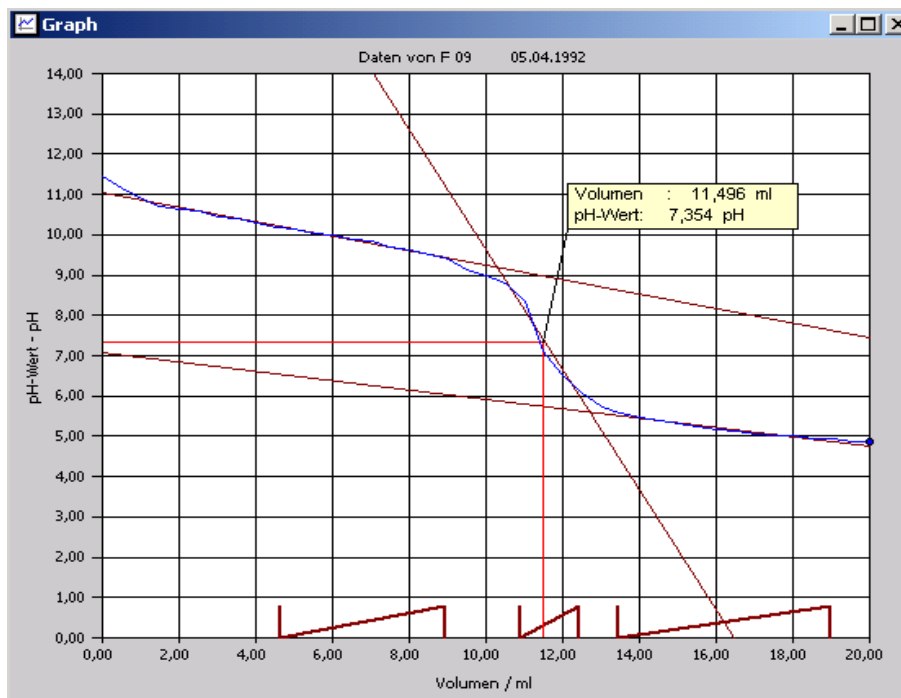


Zu Beginn der Titration ist der pH-Wert schon recht hoch. Die Ammoniaklösung ist etwas dissoziiert, so dass nicht sehr viele Hydroxidionen in der Lösung vorhanden sind. Im Laufe der Titration muss die Ammoniaklösung weiter dissoziieren, da die Hydroxidionen durch die Zugabe von Essigsäure neutralisiert werden. Dabei sinkt der pH-Wert nur geringfügig, besonders in der Nähe des Halbäquivalenzpunktes. Beim Erreichen des Äquivalenzpunktes sinkt der pH-Wert etwas stärker.

Die Bestimmung des Äquivalenzpunktes erfolgt nach der Drei-Geraden-Methode (Tangentenmethode) oder mit Hilfe der im Programm vorgesehenen automatischen Wendepunktbestimmung.

Bestimmung am Computer

- ▶ Hauptmenü: **AK Analytik 11** Start Messung Favoriten **Auswerten** Hinzufügen Drei-Geraden-Methode
- ▶ Folgen Sie den Anweisungen (mit 'Abhaken') **1.** für die **Vorperiode**, **2. Hauptperiode** und **3. Nachperiode**
- ▶ Zur Prüfung des Ergebnisses Koordinaten Zeichnen dann Konzentration berechnen
- ▶ Akzeptieren und Beschriften (evtl. Position ändern) und Fertig



Bestimmung der pKs-Werte

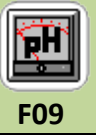
1. pKs-Wert der Base (NH₃)

Prinzip: Nach der Puffergleichung ist im Halbäquivalenzpunkt pH = pKs .

Man muss sich vorher den Äquivalenzpunkt bestimmen lassen und notiert haben!

- ▶ Auswerten im Hauptmenü **AK Analytik 11** Start Messung Favoriten **Auswerten** Hinzufügen
- ▶ Halbäquivalenzpunkt (**Achtung:** es folgen **Beispielwerte:!**)
- ▶ **Linker x-Wert:** 0,0 mL, **Rechter x-Wert:** 11.49 mL **Stützpunkte:** 24 und Berechnen

Theorie



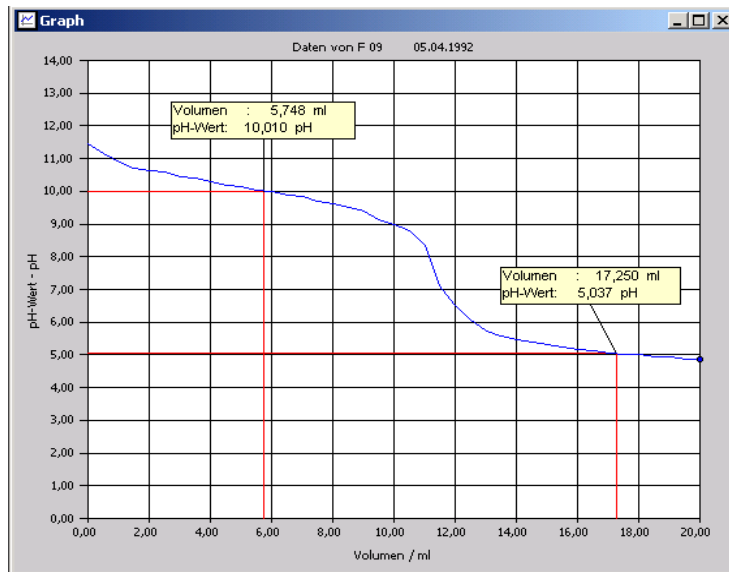
- ▶ **Akzeptieren** (evtl. Position ändern) und **Fertig**
- ▶ **Koordinaten Zeichnen** und **Beschriften** (evtl. Position ändern) und **Fertig**

2. pKs-Wert der Säure (CH₃COOH)

In diesem speziellen Fall kann man auch den pKs-Wert der Säure, mit der man (weit genug) titriert, bestimmen. Im "Doppeläquivalenzpunkt" liegen nämlich gleiche Konzentrationen an (Essig-)Säure und ihrer konjugierten Base vor. Die Gleichung:

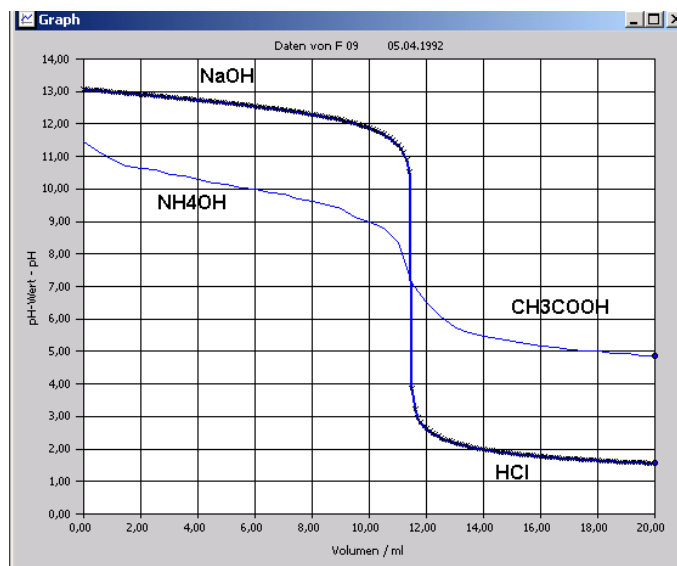
$$\text{pH} = \text{pKs} - \log \frac{c(\text{HA})}{c(\text{A}^-)} \text{ vereinfacht sich zu. } \text{pH} = \text{pKs}$$

- ▶ Auswerten im Hauptmenü **AK Analytik 11** Start Messung Favoriten **Auswerten** Hinzufügen
- ▶ **Halbäquivalenzpunkt** (Achtung: es folgen Beispielwerte:!) **23**
- ▶ **Linker x-Wert: 11,49** mL, **Rechter x-Wert: 23** mL **Stützpunkte: 24** und **Berechnen**
- ▶ **Akzeptieren** (evtl. Position ändern) und **Fertig**



Vergleich der Titration einer starken Säure mit einer schwachen Base

Im mitgelieferten Projekt **F09.AKA** findet sich ein Graph, in dem zusätzlich zum Graphen dieses Versuches auch der Graph einer Titration von NaOH mit HCl eingezeichnet ist.



Beachten:



Entsorgung

Ausguss



Literatur Analog F. Kappenberg; Computer im Chemieunterricht 1988, S. 85, Verlag Dr. Flad, Stuttgart