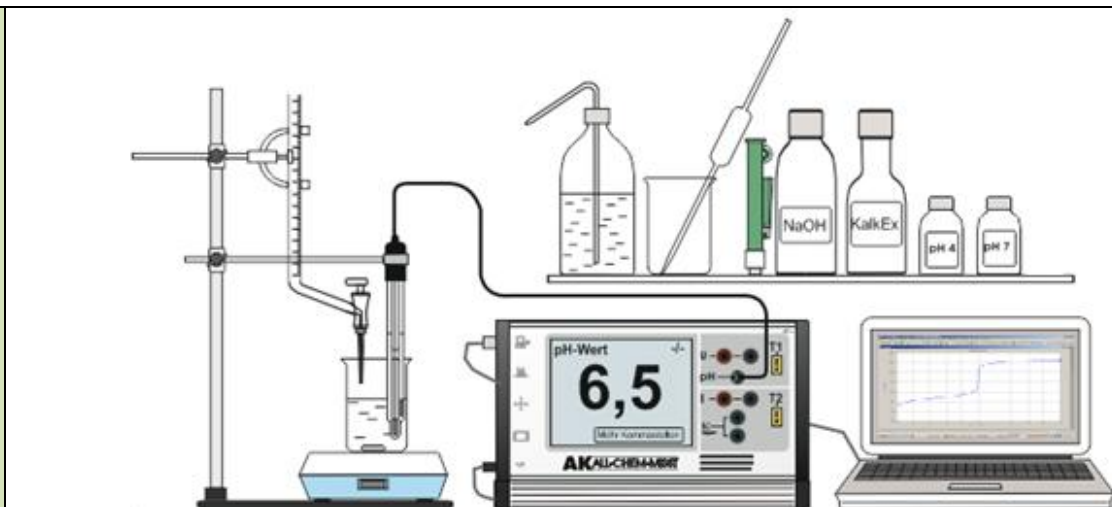




## Prinzip

Im Handel erhältlicher Kalklöser wird mit Natronlauge titriert. Enthält der Kalklöser Ameisensäure oder Essigsäure, so kann der Gehalt bestimmt und die Säure aufgrund des pKs-Wertes identifiziert werden.

## Aufbau und Vorbereitung



### Benötigte Geräte

- |   |   |
|---|---|
| <input type="checkbox"/> ALL-CHEM-MISST II / Netzteil | <input type="checkbox"/> Pipettierhilfe   |
| <input type="checkbox"/> USB- oder serielles Kabel    | <input type="checkbox"/> Titrierstativ    |
| <input type="checkbox"/> Computer mit Kabel           | <input type="checkbox"/> Muffe            |
| <input type="checkbox"/> pH-Elektrode mit BNC         | <input type="checkbox"/> Stativ           |
| <input type="checkbox"/> Spülbecherglas, 250 mL       | <input type="checkbox"/> Bürettenklemme   |
| <input type="checkbox"/> Pipette, 1 mL                | <input type="checkbox"/> Elektrodenklemme |
| <input type="checkbox"/> Bürette, 25 mL               | <input type="checkbox"/> Magnetrührer     |
| <input type="checkbox"/> Becherglas, 100 mL           | <input type="checkbox"/> Rührfisch        |

### Verwendete Chemikalien

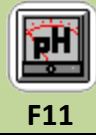
- |  |  |
|--|--|
| <input type="checkbox"/> Natronlauge (c = 1 mol/L) |  |
| <input type="checkbox"/> Kalklöser (z.B. Calcit)   |  |
| <input type="checkbox"/> destilliertes Wasser      |  |
| <input type="checkbox"/> Pufferlösung, pH = 2      |  |
| <input type="checkbox"/> Pufferlösung, pH = 7      |  |

### Vorbereitung des Versuchs

- ▶ **Geräte** entsprechend der Zeichnung aufbauen.
- ▶ **Bürette** mit **Natronlauge** spülen und füllen. Auf Nullmarkierung einstellen.
- ▶ **1 mL Kalklöser** (bzw. Analysenlösung) mit **Pipette** in **Becherglas** geben.
- ▶ **Rührfisch** dazugeben und **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 Kästen' 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:** **22,0** 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**



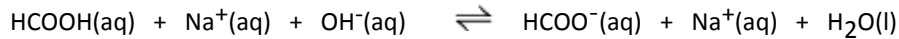
Durchführung

- ▶ 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**

Die Reaktion verläuft nach folgender Gleichung:



Der pH-Wert ist zu Beginn niedrig, da die im Kalklöser vorhandene Ameisensäure eine recht verhältnismäßig schwache Säure ist. Im Laufe der Titration werden die aus der Dissoziation der Ameisensäure stammenden  $\text{H}_3\text{O}^+$ -Ionen durch die Hydroxidionen neutralisiert. Wegen der Nachdissoziation steigt der pH-Wert nur geringfügig, besonders in der Nähe des Halbäquivalenzpunktes. In der Nähe des Äquivalenzpunktes steigt der pH-Wert bei weiterer Zugabe der Hydroxidionen sprunghaft an. Am Ende der Titration ist die Steigung wieder gering.

Theorie

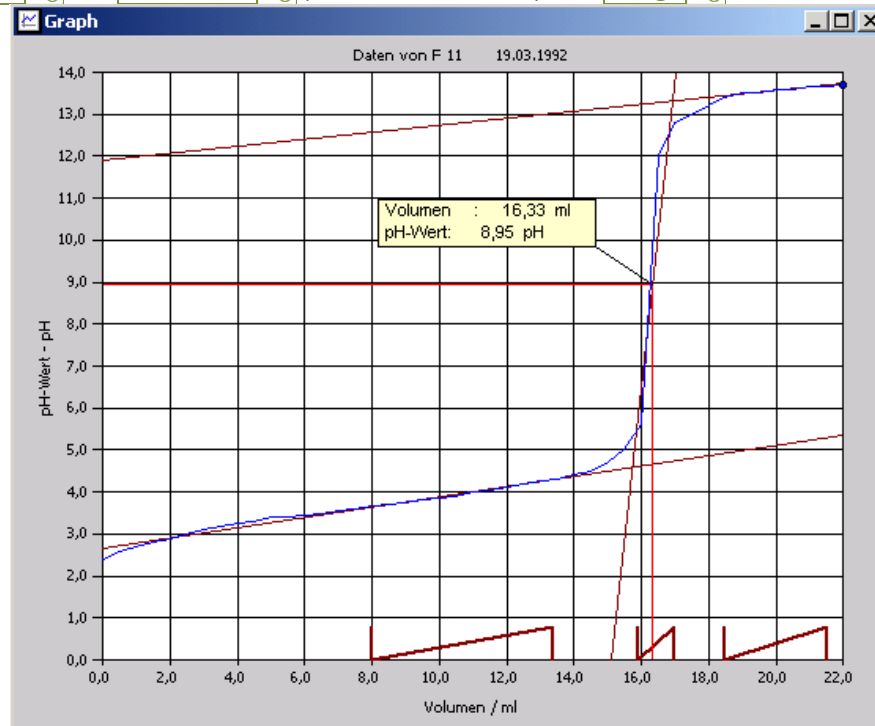
**Möglichkeit: Dreigeradenmethode**

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

Bei Äquivalenz gilt:  $n(\text{HAc}) = n(\text{NaOH})$  also  $c(\text{HAc}) \cdot V(\text{HAc}) = c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH})$

$$c(\text{HAc}) = \frac{c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH})}{V(\text{HAc})}$$

- ▶ 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**



Ergebnis:  $c = 16,3 \text{ mol/L}$



**Bestimmung des pKs - Wertes: (Identifizierung als Ameisensäure)**

Prinzip: Nach der Puffergleichung ist im Halbäquivalenzpunkt  $\text{pH} = \text{pK}_s$ . Man muss vorher den Äquivalenzpunkt bestimmen 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: 16.33 mL Stützpunkte: 22** und **Berechnen**
- ▶ **Akzeptieren** **Koordinaten Zeichnen** und **Beschriften** (evtl. Position ändern) und **Fertig**

Aus Beispiel:  $\text{pK}_s = 3,67$ . Literaturwert  $\text{pK}_s = 3,74$

So kann die Säure auf Grund Ihres  $\text{pK}_s$ - Wertes als Ameisensäure identifiziert werden.

**Bestimmung des Gehaltes / Bestimmung des prozentualen Gehaltes**

In 1000 mL sind  $16,27 \text{ mol/L} \cdot 46 \text{ g/mol} = 750 \text{ g} / 1000 \text{ g}$  Ameisensäure enthalten.

Unter Vernachlässigung der Dichte beträgt der Gehalt etwa  $w = 75 \%$ .

(Anmerkung: Die Dichte von reiner Ameisensäure beträgt  $\rho = 1,22 \text{ g/mL}$ ).

Beachten:



Entsorgung

Ausguss nach Neutralisation

Literatur

W. Wagner, UNI Bayreuth, persönliche Mitteilungen