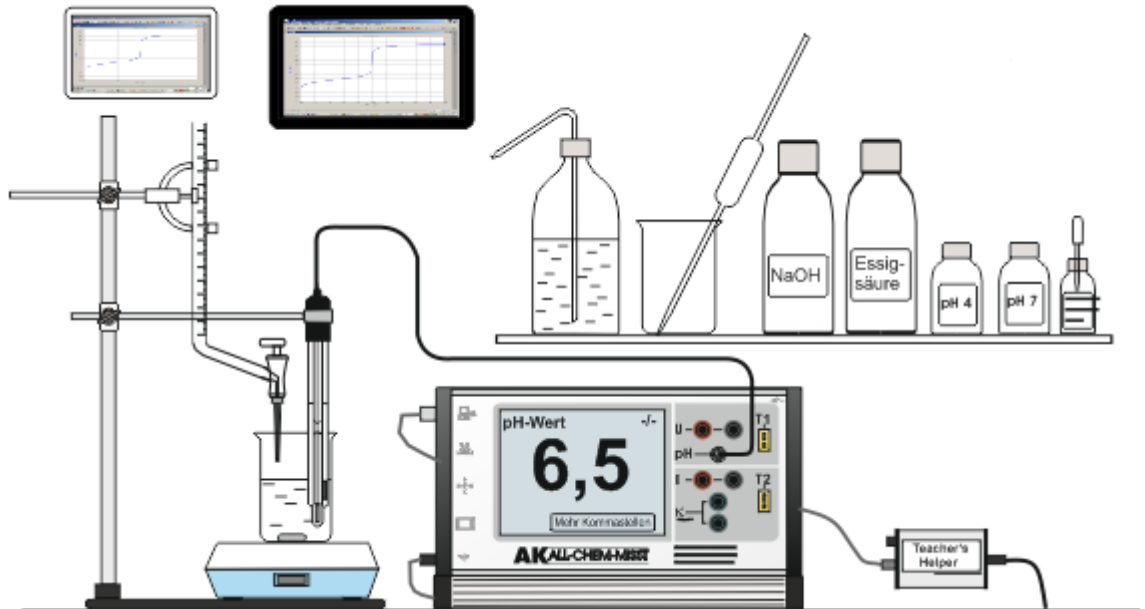


Prinzip

Essigsäure wird mit Natronlauge titriert. Durch Ermittlung des Äquivalenzpunktes lässt sich der Gehalt der Säure berechnen; durch Ermittlung des Halbäquivalenzpunktes der entsprechende pK_S-Wert.


**Aufbau
und
Vorbereitung**



Benötigte Geräte

- | | |
|--|---|
| <input type="checkbox"/> ALL-CHEM-MISST II oder ACM | <input type="checkbox"/> Becherglas, 100 mL |
| <input type="checkbox"/> Junior USB-Kabel / Netzteil | <input type="checkbox"/> Stativ |
| <input type="checkbox"/> Teacher's Helper /Netzteil | <input type="checkbox"/> Muffe |
| <input type="checkbox"/> pH-Elektrode mit BNC | <input type="checkbox"/> Bürettenklemme |
| <input type="checkbox"/> Spülbecherglas, 250 mL | <input type="checkbox"/> Elektrodenklemme |
| <input type="checkbox"/> Pipette, 10 mL | <input type="checkbox"/> Magnetrührer |
| <input type="checkbox"/> Bürette, 25 mL | <input type="checkbox"/> Rührfisch |











Verwendete Chemikalien

- | |
|---|
| <input type="checkbox"/> Natronlauge (c = 0,1 mol/L) |
| <input type="checkbox"/> Essigsäure (c = 0,1 mol/L) |
| <input type="checkbox"/> Pufferlösung, pH = 4 |
| <input type="checkbox"/> Pufferlösung, pH = 7 |
| <input type="checkbox"/> Phenolphthalein-Lsg. 0,5 %  |

Vorbereitung des Versuchs

- Geräte** entsprechend der Zeichnung aufbauen.
- Bürette** mit **Natronlauge** spülen, füllen und auf Nullmarkierung stellen.
- 10 mL Essigsäure** (bzw. Analysenlösung) mit **Pipette** in **Becherglas** geben.
- Rührfisch** dazugeben und das **Becherglas** auf **Magnetrührer** stellen.
- pH-Elektrode** in halb mit **Leitungswasser** gefülltes **Spülbecherglas** stellen.
- pH-Elektrode** in die entsprechende pH-Buchse stecken.

Vorbereitung an den Computern / Tablets (Clients)

- ▶ Am Laptop/Tablet/Smartphone Einstellungen  oder  mit **WLAN** eine Verbindung herstellen: **ak.net** anwählen und warten bis die Verbindung eingebucht ist.
- ▶ Browser z.B. **Firefox/Safari** aufrufen, in die Adresszeile (URL-Zeile) - nicht in der (Google-Suchzeile!!) **http://labor.ak** eingeben. Es erscheinen 4 Bildschirme ...
- ▶ **AK MiniAnalytik** wählen. Im erscheinen Bild können die Menüicons neben- oder (bei kleinen Bildschirmen) untereinander angeordnet sein.
- ▶ Icon 'Messen'  (2. von links) und **Mit Messgerät verbinden** auswählen
- ▶ **Messgrößen-Auswahl:** **pH-Wert (pH)** 
- ▶ **Konfiguration-Methode** y-Achse pH Min  **0,0** pH und Max  **14,0** pH
Nachkomma  **1** und Linie **ja**
- ▶ **x-Achse: Volumen (auf Tastendruck)**
- ▶ x-Achse Vol. Intervall  **0,5** mL und Vol. Max  **20,0** mL
Nachkomma  **1**



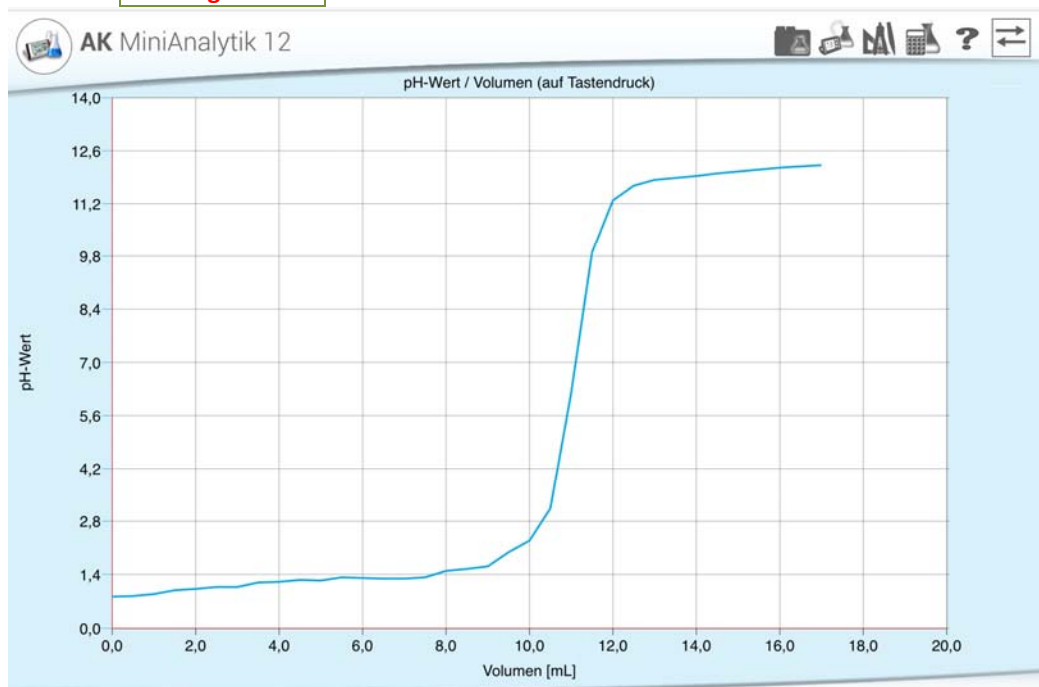
pH

Kali-
brieren

- ▶ **pH-Kalibrieren** antippen. Oben rechts steht der aktuell gemessene pH- Wert. Man soll nach Anleitung (unten) zwei unterschiedliche pH-Werte bearbeiten.
 - ▶ Elektrode spülen, **4** pH-Wert (Puffer 1) eingeben, nach Messwertberuhigung **Übernehmen** tippen.
 - ▶ Elektrode spülen, **7** pH-Wert (Puffer 2) eingeben, nach Messwertberuhigung **Übernehmen** tippen.
 - ▶ **-Kalibrieren** und **OK** Die Kalibrierdaten werden bis zum nächsten Kalibrieren im Client gespeichert .
 - ▶ Icon 'Messen' (2. von links) und **Mit Messgerät verbinden** auswählen.
 - ▶ **Messgrößen-Auswahl:** **pH-Wert (pH)** und **OK**
 - ▶ **x- Achse: Volumen (auf Tastendruck)**
 - ▶ **OK**
- Der Messbildschirm wird aufgebaut und Werte angezeigt.

Durch-
führung

- ▶ pH-Elektrode am Stativ befestigen. Der Rührfisch darf beim Drehen die Elektrode nicht berühren.
- ▶ Zur **Messwertaufnahme** bei **0,0 mL** **Messwert Aufzeichnen** drücken.
- ▶ Die Titratorflüssigkeit kontinuierlich (mit recht kleiner Geschwindigkeit!) aus der Bürette auslaufen lassen und nach **jeweils 0,5 mL** einen **Messwert** mit **Messwert Aufzeichnen** speichern.
- ▶ Zum Beenden **Messung beenden**



Speichern

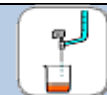
- ▶ Icon oben links und **Speichern unter** wählen
- ▶ Unter ‚Projekt Speichern‘ Projektnamen eingeben (hier: Beispiel) **F04 User** und **OK**

Excel-
Export

- ▶ Icon oben links und **Datenreihen exportieren** wählen
- ▶ Unter ‚Datenreihen Speichern‘ Projekt **F04 User** auswählen und **Speichern**
- ▶ Je nach Gerät mit ‚Speichern unter‘ noch Pfad aussuchen und bestätigen

Öffnen
bei
Bedarf
(zu Hause)

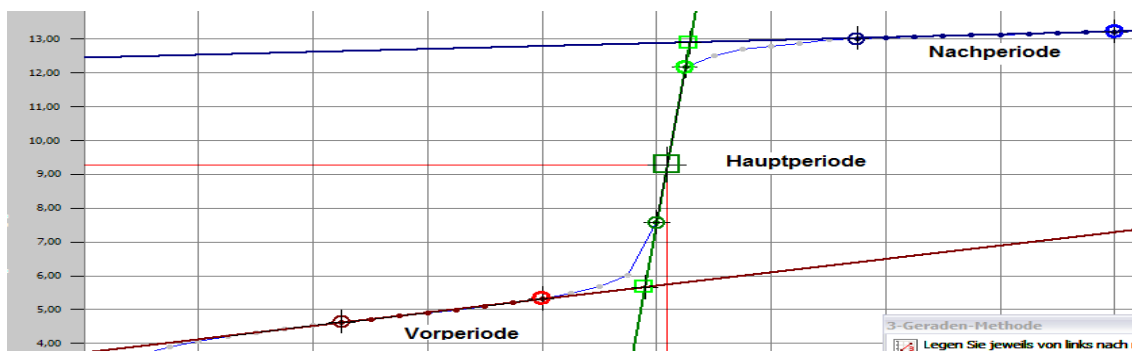
- ▶ Ist der Teacher's Helper nicht mehr zu erreichen: Browser z.B. **Firefox/Safari** aufrufen, in die Adresszeile (URL-Zeile) - nicht in der (Google-Suchzeile!!) **http://labor.ak** eingeben. -
- ▶ Evtl. Minianalytik wählen. Besteht keine Verbindung zum Teacher's Helper, geschieht dies automatisch.
- ▶ Icon oben links und **Laden** "Projekt Laden" **F04 User** direkt auswählen und → anklicken



Auswertung des Versuches 1. Gehaltsbestimmung

a) Bestimmung des Volumens im Äquivalenzpunkt

Die Ermittlung erfolgt nach der sogenannten „Drei-Geraden-Methode“: Die Messwerte in und um den Äquivalenzpunkt werden in 3 „Zonen“ eingeteilt. 1. „Vorperiode“, 2. „Hauptperiode“ und 3. „Nachperiode“. Durch diese Bereiche werden vom Computer nacheinander einzelne Ausgleichsgeraden gelegt. Der Mittelwert der x-Werte der beiden Schnittpunkte der drei Geraden ist das Volumen im Äquivalenzpunkt. (Die Schüler können die Ausgleichsgeraden mit dem Geo-Dreieck einzeichnen).



Auswertung

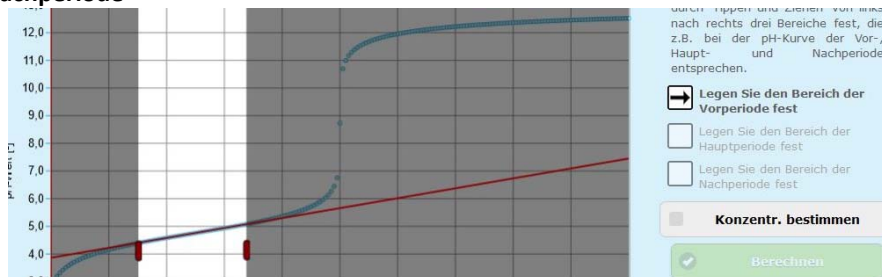
Theorie

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

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

Bestimmung an den Clients / Computer

- ▶ Icon 'Auswerten' (3. von links) **Drei-Geraden-Methode**
- ▶ Folgen Sie den Anweisungen (Legen Sie die Bereiche der drei Ausgleichsgeraden von links nach rechts durch Tippen, **gedrückt halten**, ziehen und loslassen fest) **1.** für die **Vorperiode** **2.** für die **Hauptperiode** und **3.** für die **Nachperiode**



- ▶ **Konzentr. bestimmen**
- ▶ Dann auf **Berechnen** tippen.
- ▶ Evtl. die Position des Ergebniskästchens ändern.

Auswertung des Versuches 2. pK_S-Wert-Bestimmung (pH-Wert im Halbäquivalenzpunkt)

Die **Puffergleichung** für die schwache Säure HAc lautet: $\text{pH} = \text{pK}_S - \log \frac{c(\text{HAc})}{c(\text{Ac}^-)}$

Bei der Titration wird die schwache Säure HAc durch die starke Base OH⁻ in die schwache Base Ac⁻ überführt. In einem bestimmten Punkt sind die **Konzentrationen von HAc bzw. Ac⁻ gleich** und die Gleichung vereinfacht sich, da (log(1)=0) ist, zu:

$$\text{pH} = \text{pK}_S$$

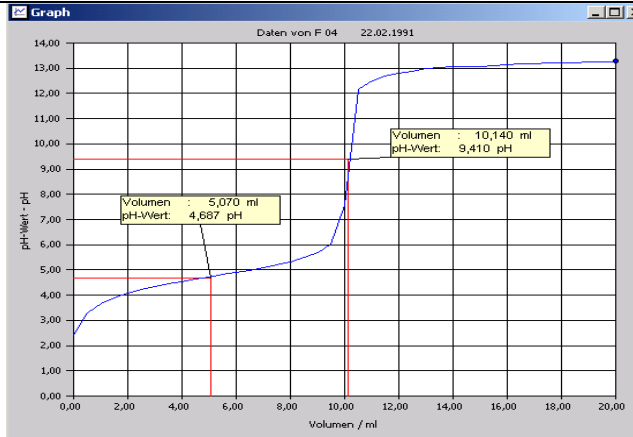
Dies ist genau dann der Fall, wenn die **Hälfte der vorgelegten Säure umgesetzt** ist (Halbäquivalenz). Das zugegebene Volumen im HÄP ist **genau halb so groß wie das im Äquivalenzpunkt**.

Theorie

Bestimmung am Computer



- ▶ Icon 'Auswerten' (3. von links **Halbäquivalenzpunkt**)
- ▶ In den Grafen in x-Richtung irgendwo in der Mitte zwischen dem "Null"- und dem Äquivalenzpunkt tippen. Das Programm gibt direkt den Halbäquivalenzpunkt aus
- ▶ Evtl. die Position des Ergebniskästchens ändern.



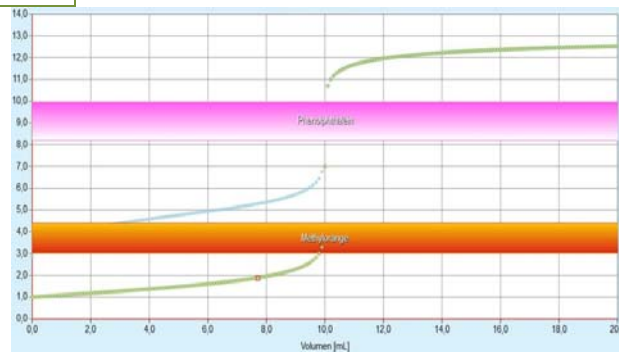
Nebenstehend
der Graph der komplett
ausgewerteten Messreihe

Auswertung

1. Einblenden verschiedener Indikatoren

Icon 'Auswerten' (3. von links **pH-Indikatoren**)

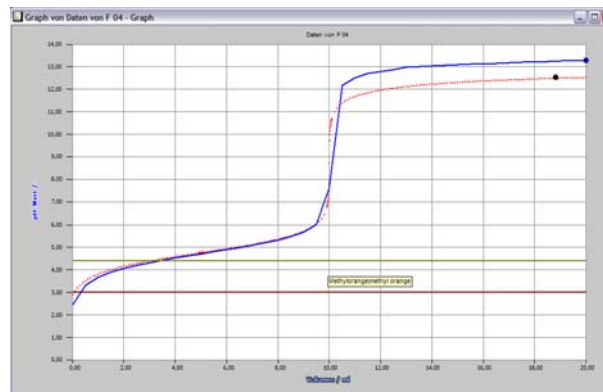
- ▶ Wählen Sie z.B. **Methylorange** aus, um zu zeigen, dass der Indikator für diese Titration ungeeignet ist.
- ▶ Ein geeigneter Indikator ist: **Phenolphthalein**



Zusatzauswertung

2. Vergleich der gemessenen mit einer theoretisch ermittelten Kurve

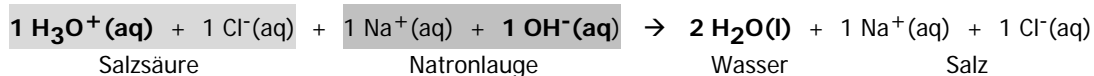
- ▶ Icon 'Simulieren' (4. von links **pH-Indikatoren**)
- ▶ **pH-Kurve** Vorlage: **Säure**
- ▶ Vorlage: **Essigsäure** Konzentration: **0,101** (mol/L): (hier ermittelte Konzentration einsetzen!)
Volumen: **10** (mL)
- ▶ Titrierm.: **Natronlauge** Konzentration: **0,1** (mol/L)
Volumen Anfang (mL): **0** Ende(mL): **20 ml** **OK**





Neutralisationstiteration - Theorie

Die Neutralisationsreaktion verläuft nach folgender Gleichung:

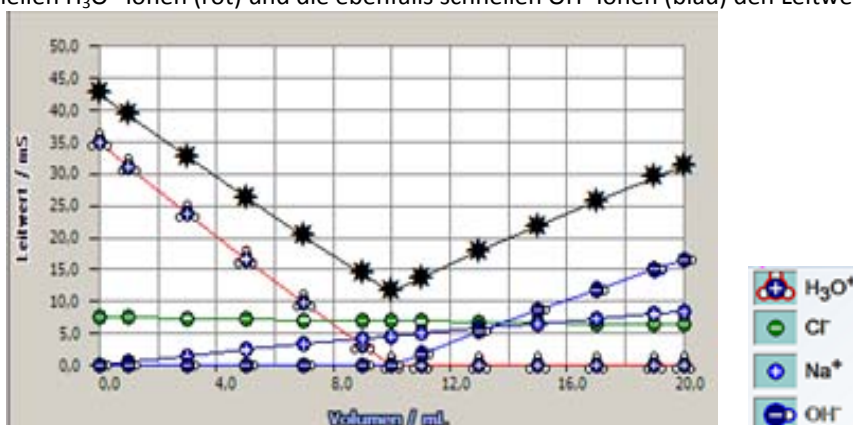


Es reagieren eigentlich nur die schon vorliegenden Oxoniumionen mit den zugetropften Hydroxidionen

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 H₃O⁺-Ionen (rot) und die ebenfalls schnellen OH⁻-Ionen (blau) den Leitwert beeinflussen.

Prinzip:

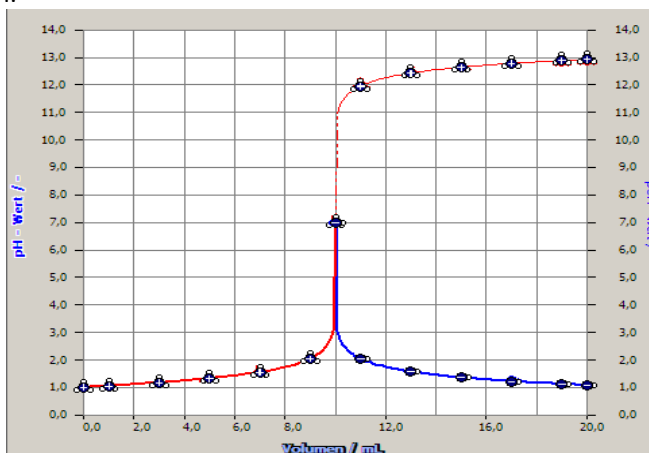


Die **Leitfähigkeit** fällt zunächst, weil die schnellen H₃O⁺-Ionen durch langsamere Na⁺-Ionen „ersetzt“ werden. Nach dem Äquivalenzpunkt steigt die Leitfähigkeit durch die etwas weniger beweglichen OH⁻-Ionen wieder an. Der Äquivalenzpunkt ergibt sich aus dem Schnittpunkt der beiden Regressionsgeraden 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 H₃O⁺- 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.



Programmpaket AK-Labor für PC (kostenlos aus dem Internet „downloadbar“)

Neben vielen anderen Simulations- und Rechenprogrammen ist auch das Programm **TitraCalc** zur Verdeutlichung von Elementarreaktionen wie die einer Säure mit einer Base enthalten. Man kann für die Schüler (oder diese für sich selbst) jeden einzelnen Schritt des Zustandekommens von so komplexen Zusammenhängen wie Titrationskurven nach und nach „aufdröseln“.

- ▶ Vom Desktop AK Labor 11 starten
- ▶ Rechnen & Nachschlagen
- ▶ TitraCalc
- ▶ Rechen-Demos
- ▶ pH- schwache Säure mit starker Base

Erläuterung der Abbildung:
Linker Teil „Blick ins Titriergefäß: Zugabe von '2 mL Base“

Rechts: oben: Aufgabenstellung
Mitte: Bilanz der Stoffe (nur wichtige Teilchen - keine Wasserteilchen)

| Aktuelle Bilanz | |
|-------------------------------|--------|
| H ₃ O ⁺ | 0 mmol |
| Na ⁺ | 2 mmol |
| HAc | 8 mmol |
| Ac ⁻ | 2 mmol |
| OH ⁻ | 0 mmol |

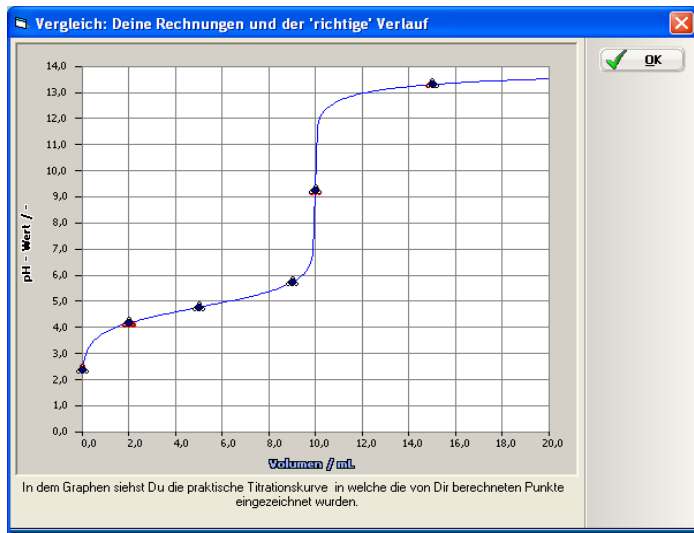
$c_V(\text{HAc}) = 1 \text{ mol/L}$ $V_V(\text{HAc}) = 0,010 \text{ L}$
 $c_Z(\text{OH}) = 1 \text{ mol/L}$ $V_Z(\text{OH}) = 0,002 \text{ L}$

pH Wert: Demo

Auf der rechten Seite steht das Beispiel eines Rechenweges zum pH Wert.

Dieser komplette Weg und noch weitere Hinweise erscheinen nur, wenn DEMO angewählt wurde, oder wenn man bei jedem der fünf Schritte Fehler gemacht hat.

So kann man die praktisch aufgenommene Kurve rechnerisch „verstehen“:



pH-Wert ausrechnen

1. Stoffmenge vorgelegte Säure 'one' - Klick

$$n_V(\text{HAc}) = c_V(\text{HAc}) \cdot V_V(\text{HAc})$$

$c_V(\text{HAc}) = 1 \text{ mol/L}$
 $V_V(\text{HAc}) = 0,01 \text{ L}$
 $n_V(\text{HAc}) = 1 \cdot 0,01$
 $n_V(\text{HAc}) = 0,01 \text{ mol}$ Rechnung beibehalten

2. Stoffmenge der zugetropften Base

$$n_Z(\text{OH}) = c_Z(\text{OH}) \cdot V_Z(\text{OH})$$

$c_Z(\text{OH}) = 1 \text{ mol/L}$
 $V_Z(\text{OH}) = 0,002 \text{ L}$
 $n_Z(\text{OH}) = 1 \cdot 0,002$
 $n_Z(\text{OH}) = 0,002 \text{ mol}$

3. Welcher Fall liegt vor - ist für den pH entscheidend?

(Fast) nur HAc $n_Z(\text{OH}) = 0$
 HAc neben Ac⁻ $0 < n_Z(\text{OH}) < n_V(\text{HAc})$
 (Fast) nur Ac⁻ $n_Z(\text{OH}) = n_V(\text{HAc})$
 Wichtig nur OH⁻ $n_Z(\text{OH}) > n_V(\text{HAc})$

4. HAc und Ac⁻ liegen nebeneinander vor

$$n(\text{HAc}) = n_V(\text{HAc}) - n_Z(\text{OH})$$

$n(\text{HAc}) = 0,008 \text{ mol}$
 $n(\text{Ac}^-) = n_Z(\text{OH})$
 $n(\text{Ac}^-) = 0,002 \text{ mol}$
 $n(\text{HAc})/n(\text{Ac}^-) = n(\text{HAc})/n_Z(\text{OH})$
 $n(\text{HAc})/n(\text{Ac}^-) : 4,000 \text{ mol}$

5. pH-Wert berechnen

$$\text{pH} = \text{pK}_S - \log(n(\text{HAc}) / n(\text{Ac}^-))$$

pH = 4,16 D-Klick!

Beachten:



Entsorgung

Ausguss (nach evtl. Neutralisation)

Literatur

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