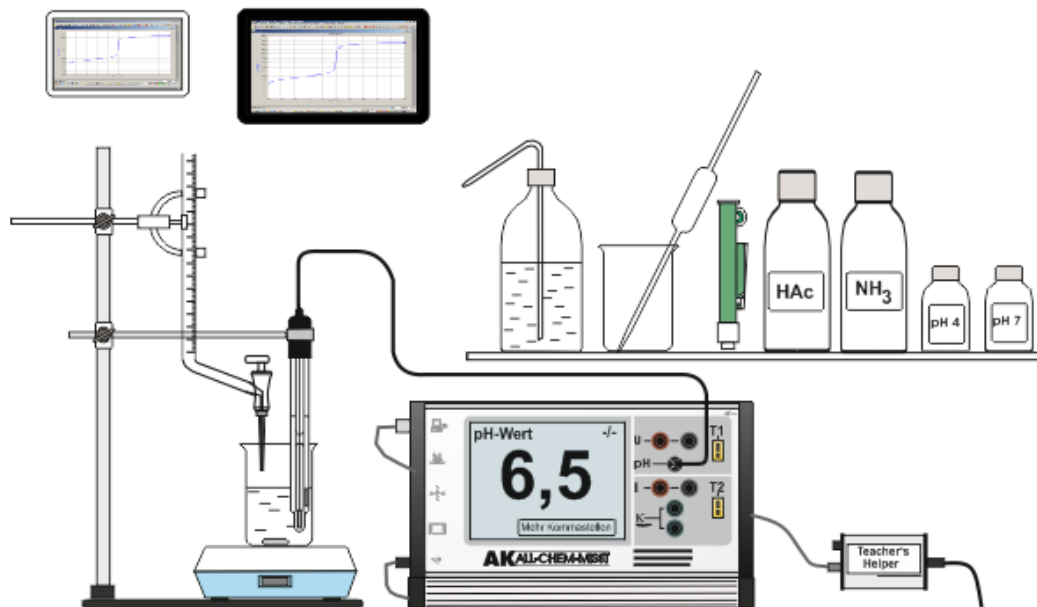




Prinzip

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 / Junior
- USB-Kabel / Netzteil
- Teacher's Helper /Netzteil
- Tablet, Laptop oder Smartphone
- 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.

Vorbereitung an den Tablets /Laptops (Clients)

- ▶ Am Tablet / Laptop / 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 erschein 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**



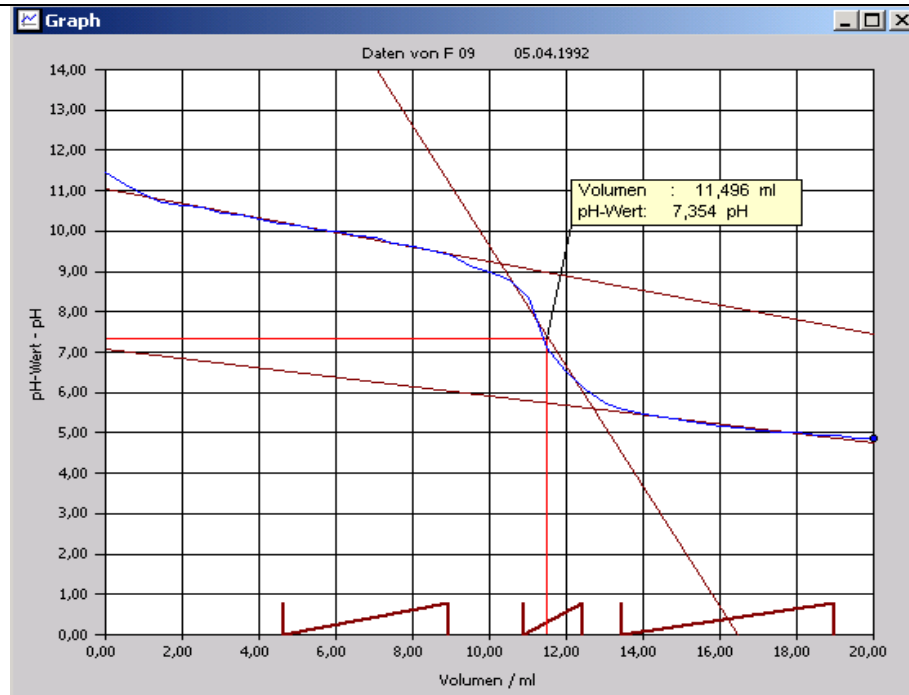
<b>Durchführung</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▶ <b>pH-Kalibrieren</b> antippen und bei 2-Punkt-Kalibrierung <b>Kalibrieren</b></li> <li>▶ Oben rechts steht der aktuelle pH- Wert. Man soll zwei unterschiedliche Pufferlösungen bereithalten.</li> <li>▶ Elektrode spülen, -&gt; in <b>Puffer 1</b>, pH-Wert z.B.  <b>4</b> eingeben, nach Messwertberuhigung <b>Übernehmen</b></li> <li>▶ Elektrode spülen, -&gt; in <b>Puffer 2</b>, pH-Wert, z.B.  <b>7</b> eingeben, nach Messwertberuhigung <b>Übernehmen</b></li> <li>▶ Umrechnung starten mit <b>Kalibrieren</b> und Erfolg bestätigen mit <b>OK</b></li> </ul> <p>Mit <b>OK</b> wird der Messbildschirm aufgebaut und Werte werden angezeigt.</p>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▶ pH-Elektrode am Stativ befestigen. Der Rührfisch darf beim Drehen die Elektrode nicht berühren.</li> <li>▶ Zur <b>Messwertaufnahme</b> bei <b>0,0 mL</b> <b>Messwert Aufzeichnen</b> drücken.</li> <li>▶ Die Titratorflüssigkeit kontinuierlich (mit recht kleiner Geschwindigkeit!) aus der Bürette auslaufen lassen und nach <b>jeweils 0,5 mL</b> einen <b>Messwert</b> mit <b>Messwert Aufzeichnen</b> <b>speichern</b>.</li> <li>▶ Zum Beenden <b>Messung beenden</b></li> </ul>

<b>Speichern</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▶ Icon oben links  und <b>Speichern unter</b> wählen</li> <li>▶ Unter ‚Projekt Speichern‘ Projektnamen eingeben (hier: Beispiel)  <b>F09 User</b> und <b>OK</b></li> </ul>
------------------	---

<b>Excel-Export</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▶ Icon oben links  und <b>Datenreihen exportieren</b> wählen</li> <li>▶ Unter ‚Datenreihen Speichern‘ Projekt <input checked="" type="checkbox"/> <b>F09 User</b> auswählen und <b>Speichern</b></li> <li>▶ Je nach Gerät mit ‚Speichern unter‘ noch Pfad aussuchen und bestätigen</li> </ul>
---------------------	--

<b>Öffnen bei Bedarf</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▶ Ist der Teacher’s Helper nicht mehr zu erreichen: Browser z.B. <b>Firefox/Safari</b> aufrufen, in die Adresszeile (URL-Zeile) - nicht in der (Google-Suchzeile!!)  <b>http://labor.ak</b> eingeben. -</li> <li>▶ Icon oben links  und <b>Laden</b> "Projekt Laden" <b>F09 User</b> direkt auswählen und →anklicken</li> </ul>
--------------------------	--

<b>Auswertung</b>	<p><b>Auswertung des Versuches 1. Gehaltsbestimmung</b></p>
	<p><b>Prinzip:</b> : Die Reaktion verläuft nach folgender Gleichung:</p> $\text{NH}_4^+(\text{aq}) + \text{OH}^-(\text{aq}) + \text{HAc}(\text{aq}) \rightleftharpoons \text{Ac}^-(\text{aq}) + \text{NH}_4^+(\text{aq}) + \text{H}_2\text{O}(\text{l})$ <p>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.</p> <p>Die Bestimmung des Äquivalenzpunktes erfolgt nach der Drei-Geraden-Methode (Tangentenmethode) oder mit Hilfe der im Programm vorgesehenen automatischen Wendepunktbestimmung.</p>
	<p><b>Bestimmung am Computer</b></p>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>▶ Icon 'Auswerten'  (3. von links) <b>Drei-Geraden-Methode</b> </li> <li>▶ Folgen Sie den Anweisungen (mit 'Abhaken') <b>1.</b> für die <b>Vorperiode</b>, <b>2. Hauptperiode</b> und <b>3. Nachperiode</b></li> <li>▶ Dann auf <b>Berechnen</b> tippen.</li> <li>▶ Evtl. die Position des Ergebniskästchens ändern.</li> </ul>



### Bestimmung der pKs-Werte

#### 1. pKs-Wert der Base (NH<sub>3</sub>)

Prinzip: Nach der Puffergleichung ist im Halbäquivalenzpunkt  $\text{pH} = \text{pKs}$ .

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

- ▶ 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.

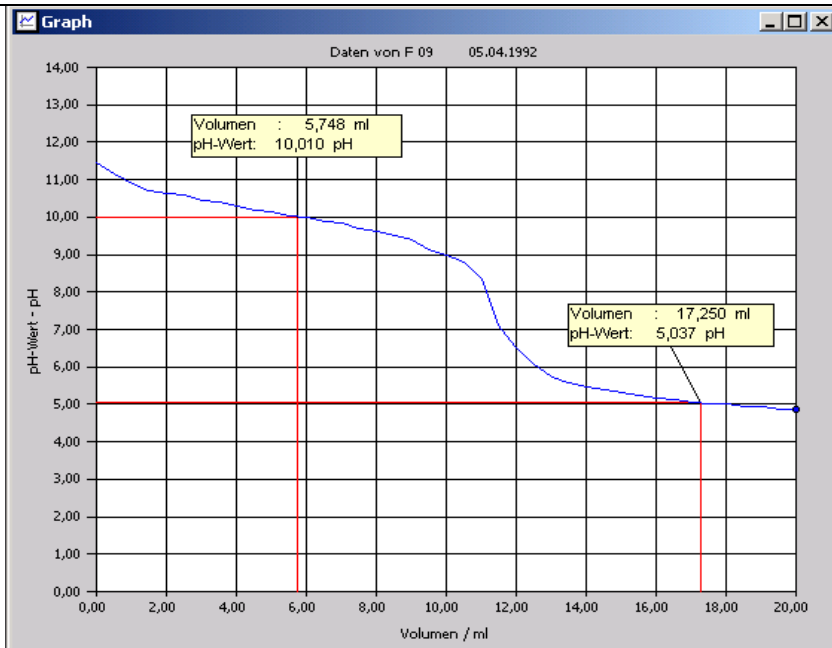
### Theorie

#### 2. pKs-Wert der Säure (CH<sub>3</sub>COOH)

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:

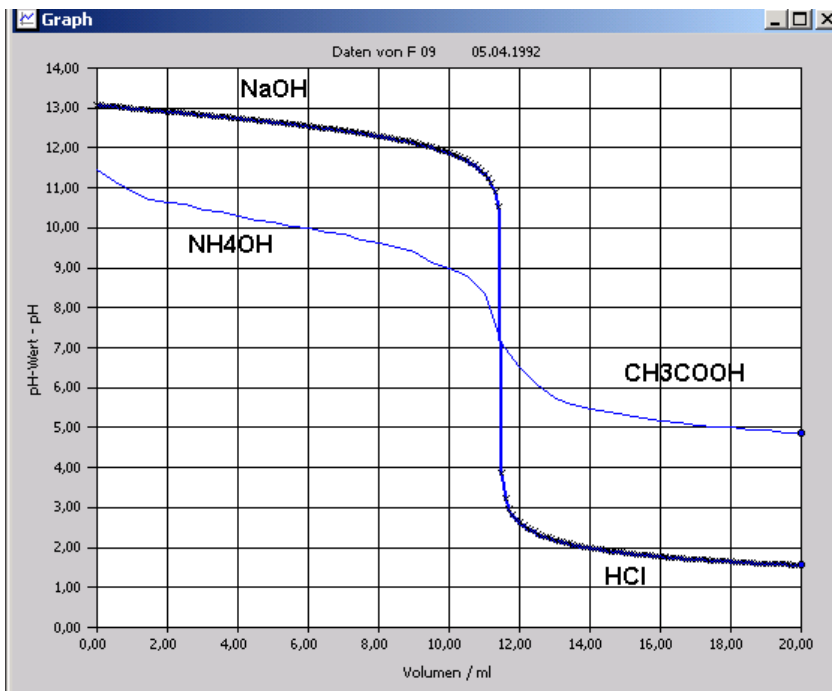
$$\text{pH} = \text{pKs} - \log \frac{c(\text{HA})}{c(\text{A}^-)} \text{ vereinfacht sich zu. } \text{pH} = \text{pKs}$$

- ▶ 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.



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