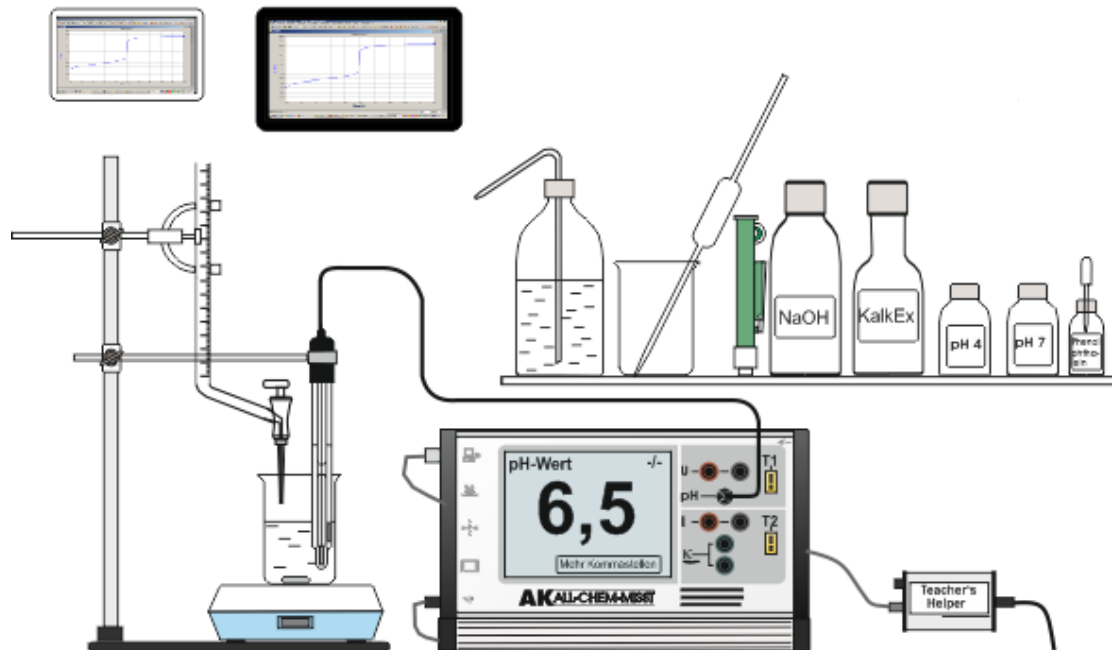




Prinzip

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

- ALL-CHEM-MISST II / Junior
- USB-Kabel / Netzteil
- Teacher's Helper /Netzteil
- Tablet, Laptop oder Smartphone
- pH-Elektrode mit BNC
- Spülbecherglas, 250 mL
- Pipette, 1 mL
- Bürette, 25 mL
- Becherglas, 100 mL

- Pipettierhilfe
- Titrierstativ
- Muffe
- Stativ
- Bürettenklemme
- Elektrodenklemme
- Magnetrührer
- Rührfisch










Verwendete Chemikalien

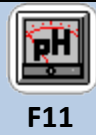
- Natronlauge (c = 1 mol/L) 
- Kalklöser (z.B. Calcit) 
- destilliertes Wasser
- Pufferlösung, pH = 2
- Pufferlösung, pH = 7

Vorbereitung des Versuchs

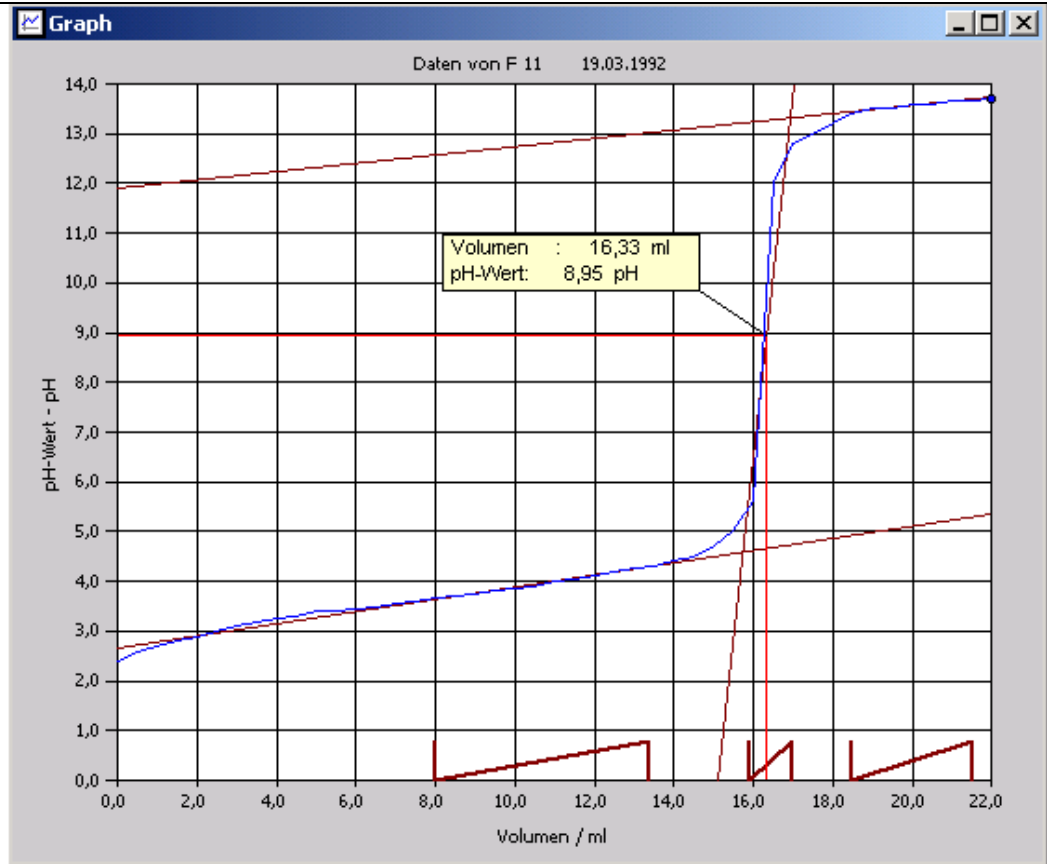
- ▶ **Geräte** entsprechend der Zeichnung aufbauen.
- ▶ **Bürette** mit **Natronlauge** spülen und füllen. Auf Nullmarkierung einstellen.
- ▶ **1 mL Kalklöser** (bzw. Analysenlösung) mit **Pipette** in **Becherglas** geben.
- ▶ **Rührfisch** dazugeben und **Becherglas** auf **Magnetrührer** stellen.
- ▶ **pH-Elektrode** in halb mit **Leitungswasser** gefülltes **Spülbecherglas** stellen.

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  **22,0** mL



	<p style="text-align: center;">Nachkomma 1</p> <ul style="list-style-type: none"> ▶ pH-Kalibrieren antippen und bei 2-Punkt-Kalibrierung Kalibrieren ▶ Oben rechts steht der aktuelle pH- Wert. Man soll zwei unterschiedliche Pufferlösungen bereithalten. ▶ Elektrode spülen, -> in Puffer 1, pH-Wert z.B. 4 eingeben, nach Messwertberuhigung Übernehmen ▶ Elektrode spülen, -> in Puffer 2, pH-Wert, z.B. 7 eingeben, nach Messwertberuhigung Übernehmen ▶ Umrechnung starten mit Kalibrieren und Erfolg bestätigen mit OK <p>Mit OK wird der Messbildschirm aufgebaut und Werte werden angezeigt.</p>
<p>Durchführung</p>	<ul style="list-style-type: none"> ▶ 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
<p>Speichern</p>	<ul style="list-style-type: none"> ▶ Icon oben links und Speichern unter wählen <ul style="list-style-type: none"> ▶ Unter ‚Projekt Speichern‘ Projektnamen eingeben (hier: Beispiel) F11 User und OK
<p>Excel-Export</p>	<ul style="list-style-type: none"> ▶ Icon oben links und Datenreihen exportieren wählen Unter ‚Datenreihen Speichern‘ Projekt <input checked="" type="checkbox"/> F11 User auswählen und Speichern ▶ Je nach Gerät mit ‚Speichern unter‘ noch Pfad aussuchen und bestätigen
<p>Öffnen bei Bedarf</p>	<ul style="list-style-type: none"> ▶ 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. - ▶ Icon oben links und Laden "Projekt Laden" F11 User direkt auswählen und →anklicken
<p>Auswertung Theorie</p>	<p>Auswertung des Versuches 1. Gehaltsbestimmung</p> <p>Die Reaktion verläuft nach folgender Gleichung:</p> $\text{HCOOH}(\text{aq}) + \text{Na}^+(\text{aq}) + \text{OH}^-(\text{aq}) \rightleftharpoons \text{HCOO}^-(\text{aq}) + \text{Na}^+(\text{aq}) + \text{H}_2\text{O}(\text{l})$ <p>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 H_3O^+-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.</p> <p>Möglichkeit: Drei-Geraden-Methode</p> <p>Die Bestimmung des Äquivalenzpunktes erfolgt nach der Drei-Geraden-Methode (Tangentenmethode) oder mit Hilfe der im Programm vorgesehenen automatischen Wendepunktbestimmung.</p> <p>Bei Äquivalenz gilt: $n(\text{HAc}) = n(\text{NaOH})$ also $c(\text{HAc}) \cdot V(\text{HAc}) = c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH})$</p> $c(\text{HAc}) = \frac{c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH})}{V(\text{HAc})}$ <ul style="list-style-type: none"> ▶ Icon 'Auswerten' (3. von links) Drei-Geraden-Methode ▶ Folgen Sie den Anweisungen (mit 'Abhaken') 1. für die Vorperiode, 2. Hauptperiode und 3. Nachperiode ▶ Dann auf Berechnen tippen. ▶ Evtl. die Position des Ergebniskästchens ändern.



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

Bestimmung des pK_s - Wertes: (Identifizierung als Ameisensäure)

Prinzip: Nach der Puffergleichung ist im Halbäquivalenzpunkt $pH = pK_s$. Man muss vorher den Äquivalenzpunkt bestimmen 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.

Aus Beispiel: $pK_s = 3,67$. Literaturwert $pK_s = 3,74$

So kann die Säure auf Grund Ihres 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