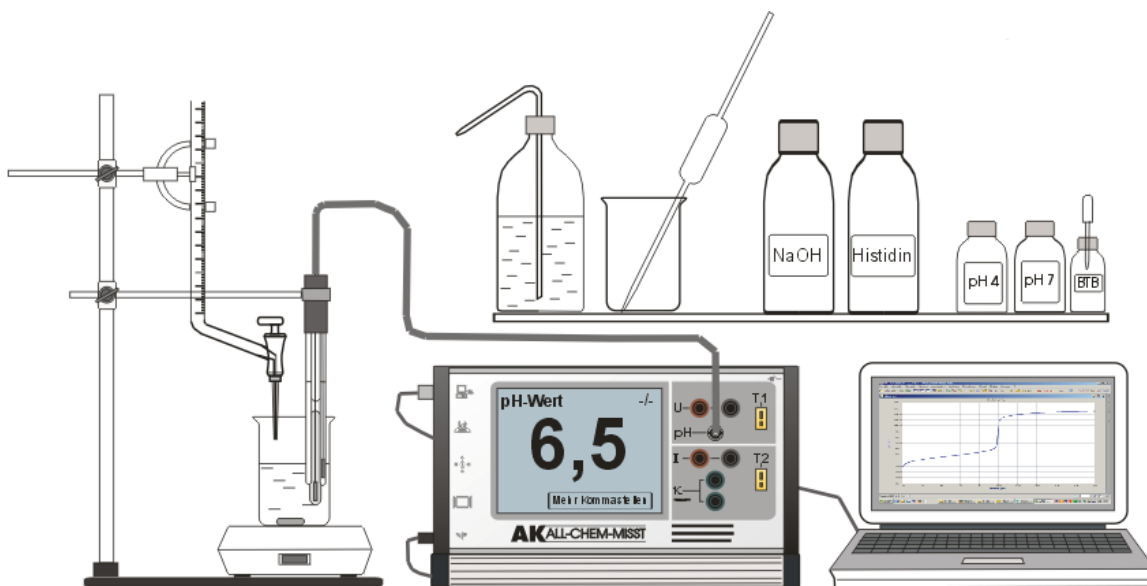


Prinzip: Malonsäure als Vertreter einer zweibasigen und Histidin als Vertreter einer dreibasigen Säure werden hier stellvertretend vorgestellt.

Versuchsaufbau:



Materialliste:

Geräte:

- | | |
|--------------------------------|--------------------|
| 1 ALL-CHEM-MISST II / Netzteil | 1 Bürette, 25 mL |
| 1 Computer mit Kabel | 1 Stativ |
| 1 serielles oder USB-Kabel | 1 Muffe |
| 1 pH- Elektrode mit BNC | 1 Bürettenklemme |
| 1 Becherglas, 100 mL | 1 Elektrodenklemme |
| 1 „Spülbecherglas“, 250 mL | 1 Magnetrührer |
| 1 Pipette, 10 mL | 1 Rührfisch |

Chemikalien:

- Natronlauge, c= 0,1 mol/L
- Malonsäure, c= 0,1 mol/L
- Histidindihydrochlorid, c= 0,5 mol/L
- dest. Wasser
- Evtl. Pufferlösung pH = 7
- Evtl. Pufferlösung pH = 2



Vorbereitung des Versuches:

- Geräte entsprechend der Zeichnung bereitstellen und aufbauen.
- 10 mL Malonsäure oder Histidinhydrochlorid (bzw. Analysenlösung) mit der Pipette in das Becherglas geben.
- Rührfisch dazugeben und Becherglas auf den Magnetrührer stellen.
- Die Bürette mit der Natronlauge spülen und füllen. Auf die Nullmarkierung einstellen.
- pH- Elektrode in das halb mit Leitungswasser gefüllte „Spülbecherglas“ stellen.
- Den Computer über das serielle oder USB-Kabel mit dem "ALL-CHEM-MISST II" verbinden.
- pH- Elektrode in die entsprechende pH-Buchse stecken.

Computerprogramm AK Analytik 32.NET (→ Schnellstarter → ALL-CHEM-MISST_II 1-Kanal)

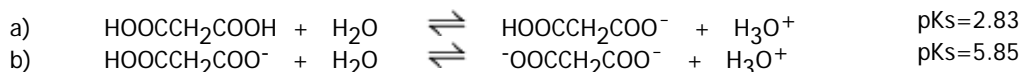
Messgröße:	pH-Wert	
pH Kalibrieren	Ja	Anweisungen befolgen und entsprechende Werte eingeben.
Für Grafik	0 - 14 pH	Bei Volumenintervall: 0,5 mL Gesamtvol.: (für Grafik) 30 mL
Titration über Volumen auf Tastendruck		Direkt zur Messung

Durchführung des Versuches:

- pH-Elektrode am Stativ befestigen. Der Rührfisch darf beim Drehen die Elektrode nicht berühren.
- Zur Messwertaufnahme bei 0,0 mL mit der Maus auf den Button  klicken oder besser auf die drücken.
- Die Titratorflüssigkeit kontinuierlich (mit recht kleiner Geschwindigkeit!) aus der Bürette auslaufen lassen und nach jeweils 0,5 mL einen Messwert mit Leertaste oder Maus speichern.
- Beenden mit Klick auf  oder mit der Taste **Esc**.

Auswertung des Versuches:

Prinzip: Die Reaktion von Malonsäure mit Wasser verläuft nach folgenden Gleichungen



Die Neutralisation der Malonsäure erfolgt in zwei Stufen, in denen, besonders in der Nähe des Halbäquivalenzpunktes, jeweils zunächst der pH-Wert nur geringfügig steigt. In der Nähe des Äquivalenzpunktes steigt der pH-Wert bei Zugabe der Hydroxidionen stärker.

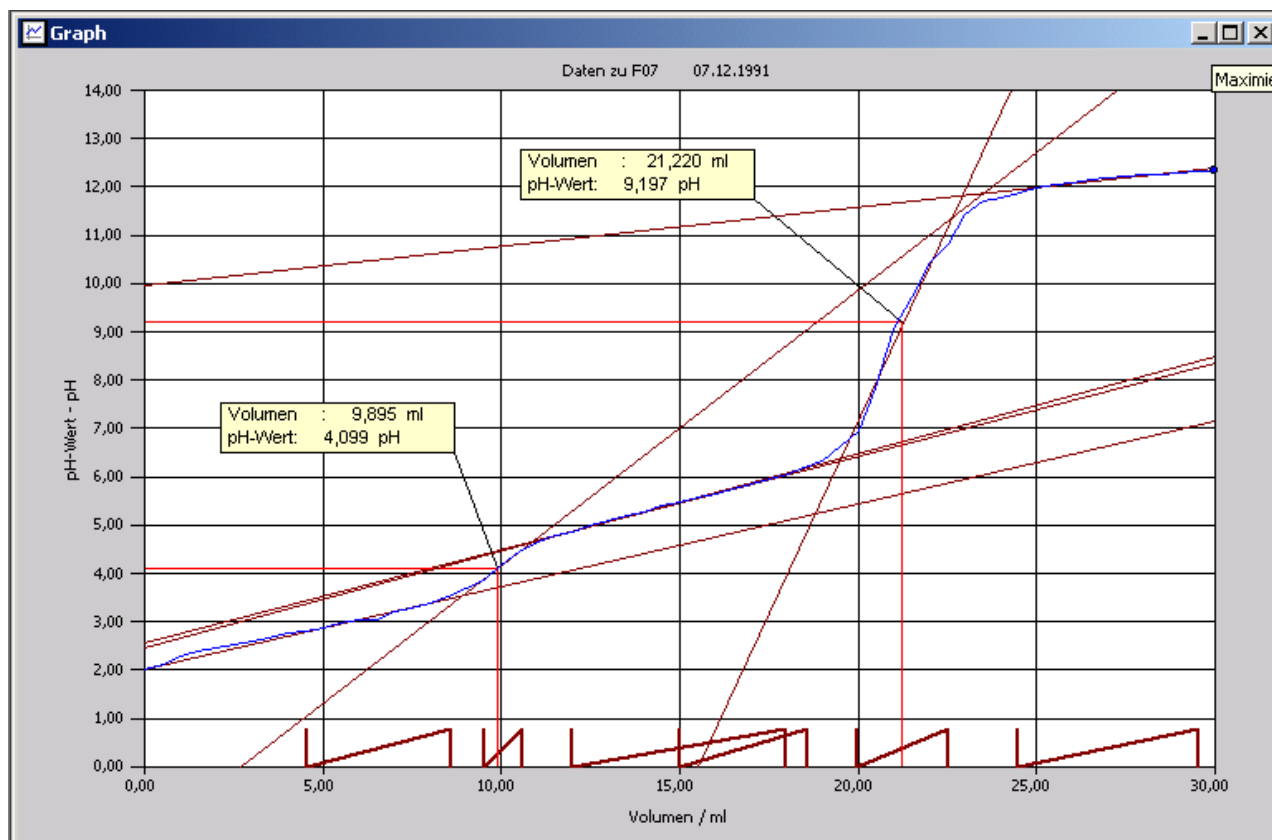
Die Bestimmung des Äquivalenzpunktes erfolgt nach der Drei-Geraden-Methode (Tangentenmethode) oder mit Hilfe der im Programm vorgesehenen automatischen Wendepunktbestimmung.

1. Äquivalenzpunkt

Auswerten aufrufen mit: oder im Hauptmenü: ⇒Auswerten ⇒ „Drei-Geraden-Methode“	
Folgen Sie den Anweisungen für die 1. Vorperiode , 2. Hauptperiode und 3. Nachperiode ; dann:	
Ergebnis des Rechners: Volumen im Äquivalenzpunkt: 9,895 mL / zugehöriger pH- Wert: 4,009	
Einzeichnen des Äquivalenzpunktes	Eintragen der Werte: Ende:

2. Äquivalenzpunkt

Auswerten aufrufen mit: oder im Hauptmenü: ⇒Auswerten ⇒ „Drei-Geraden-Methode“	
Folgen Sie den Anweisungen für die 1. Vorperiode , 2. Hauptperiode und 3. Nachperiode ; dann:	
Ergebnis des Rechners: Volumen im Äquivalenzpunkt: 21,22 mL / zugehöriger pH- Wert: 9,197	
Einzeichnen des Äquivalenzpunktes	Eintragen der Werte: Ende:

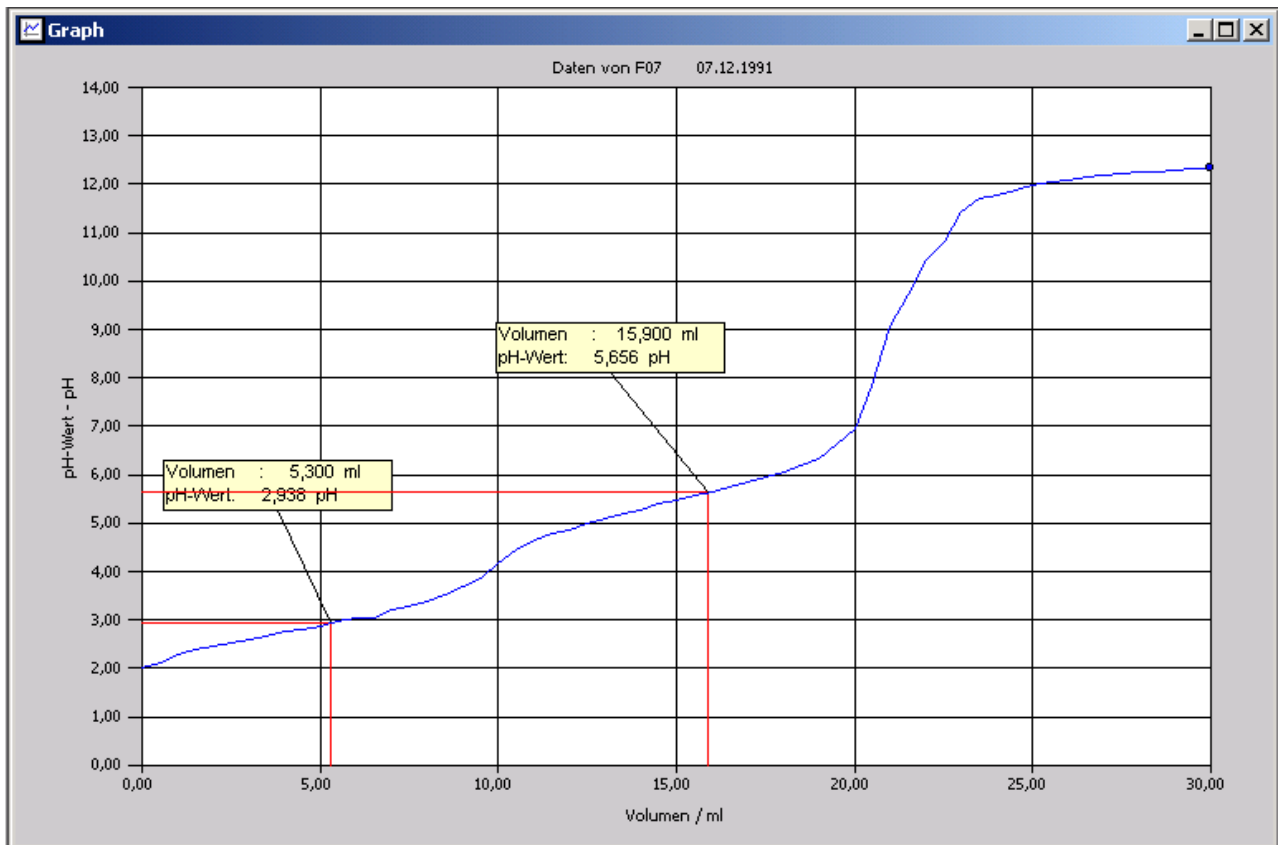


Bestimmung der pKs - Werte:

Prinzip: Nach der Puffergleichung ist im Halbäquivalenzpunkt $\text{pH} = \text{pK}_s$. Man muss sich vorher die Äquivalenzpunkte bestimmen lassen und notiert haben!

Auswerten aufrufen mit: oder im Hauptmenü: ⇒Auswerten ⇒ „Halbäquivalenzpunkt“			
Eingabe: Linker x-Wert: 0 mL	Rechter x-Wert: 10.6 mL	<input checked="" type="checkbox"/> OK	Anzahl der Stützstellen: 30 <input checked="" type="checkbox"/> OK
Ergebnis des Rechners: pH-Wert im Halbäquivalenzpunkt. Aus Beispiel: 2,94 Literaturwert: (pK _s -Wert = 2,83).			
Einzeichnen des Halbäquivalenzpunktes: Zeichnen	Eintragen der Werte: Beschriften	Ende: <input checked="" type="checkbox"/> Fertig	

Auswerten aufrufen mit: oder im Hauptmenü: ⇒Auswerten ⇒ „Halbäquivalenzpunkt“			
Eingabe: Linker x-Wert: 10.6 mL	Rechter x-Wert: 21,2 mL	<input checked="" type="checkbox"/> OK	Anzahl der Stützstellen: 30 <input checked="" type="checkbox"/> OK
Ergebnis des Rechners: pH-Wert im Halbäquivalenzpunkt. Aus Beispiel: 5,66; Literaturwert: (pK _s -Wert = 5,85).			
Einzeichnen des Halbäquivalenzpunktes: Zeichnen	Eintragen der Werte: Beschriften	Ende: <input checked="" type="checkbox"/> Fertig	



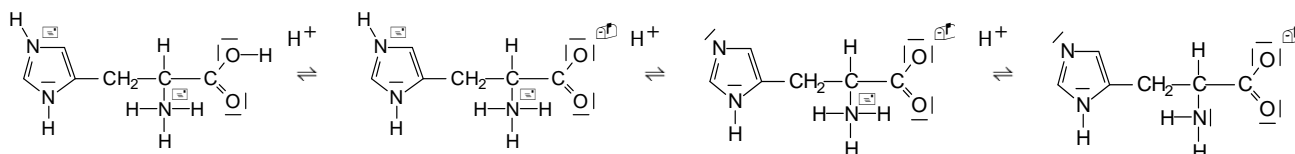
Versuch mit Histidin: (Datei HISTID01)

Im Gegensatz zur Phosphorsäure sind beim Histidin alle drei Stufen in der Titrationskurve schön zu erkennen.


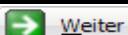


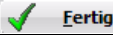
Wählen sie als Vorlage 10 mL der Histidindihydrochloridlösung (c=0.5 mol/L):


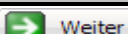
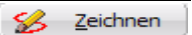
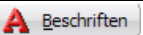
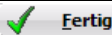
- Herstellung:
1. 2,85 g Histidindihydrochlorid im 25 mL Meßkölbchen mit Wasser
 2. 2,61 g Histidinhydrochlorid Monohydrat im 25 mL Meßkölbchen mit 12.5 mL Salzsäure (c= 1 mol/L) und Wasser
 3. 1,94 g Histidin im 25 mL Messkölbchen mit Salzsäure (c= 1 mol/L)


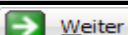
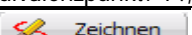
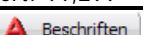
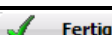
Die Neutralisation des Histidins erfolgt in drei Stufen, in denen, besonders in der Nähe des Halbäquivalenzpunktes, jeweils zunächst der pH-Wert nur geringfügig steigt. In der Nähe des Äquivalenzpunktes steigt der pH-Wert bei Zugabe der Hydroxidionen stärker.

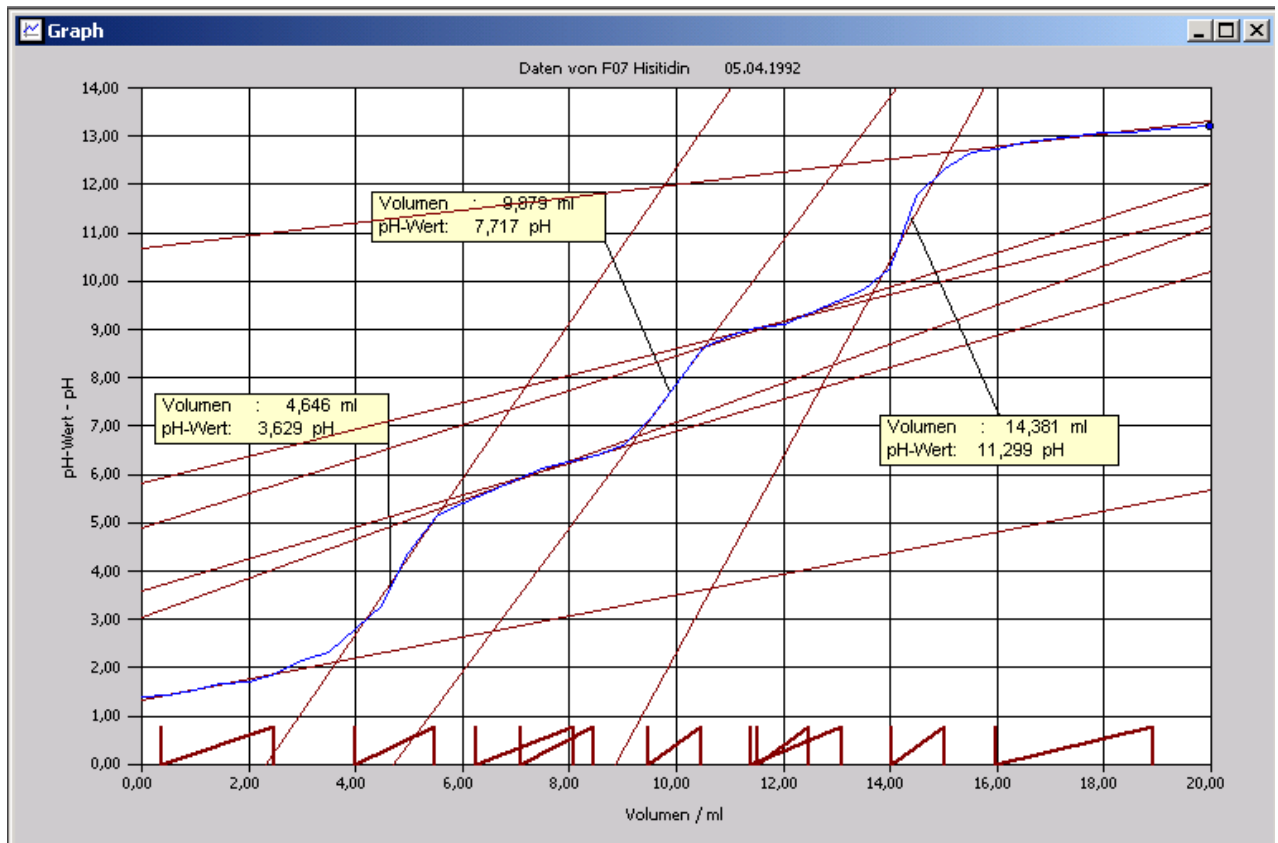


Die Bestimmung des Äquivalenzpunktes erfolgt nach der Drei-Geraden-Methode (Tangentenmethode) oder mit Hilfe der im Programm vorgesehenen automatischen Wendepunktbestimmung.

Auswerten aufrufen mit:  oder im Hauptmenü: ⇒Auswerten ⇒ „Drei-Geraden-Methode“	
Folgen Sie den Anweisungen für die 1. Vorperiode , 2. Hauptperiode und 3. Nachperiode ; dann: 	
Ergebnis des Rechners: Volumen im Äquivalenzpunkt: 4,65 mL / zugehöriger pH-Wert: 3,692	
Einzeichnen des Äquivalenzpunktes 	Eintragen der Werte:  Ende: 

Auswerten aufrufen mit:  oder im Hauptmenü: ⇒Auswerten ⇒ „Drei-Geraden-Methode“	
Folgen Sie den Anweisungen für die 1. Vorperiode , 2. Hauptperiode und 3. Nachperiode ; dann: 	
Ergebnis des Rechners: Volumen im Äquivalenzpunkt: 9,88 mL / zugehöriger pH-Wert: 7,72	
Einzeichnen des Äquivalenzpunktes 	Eintragen der Werte:  Ende: 

Auswerten aufrufen mit:  oder im Hauptmenü: ⇒Auswerten ⇒ „Drei-Geraden-Methode“	
Folgen Sie den Anweisungen für die 1. Vorperiode , 2. Hauptperiode und 3. Nachperiode ; dann: 	
Ergebnis des Rechners: Volumen im Äquivalenzpunkt: 14,38 mL / zugehöriger pH-Wert: 11,299	
Einzeichnen des Äquivalenzpunktes 	Eintragen der Werte:  Ende: 



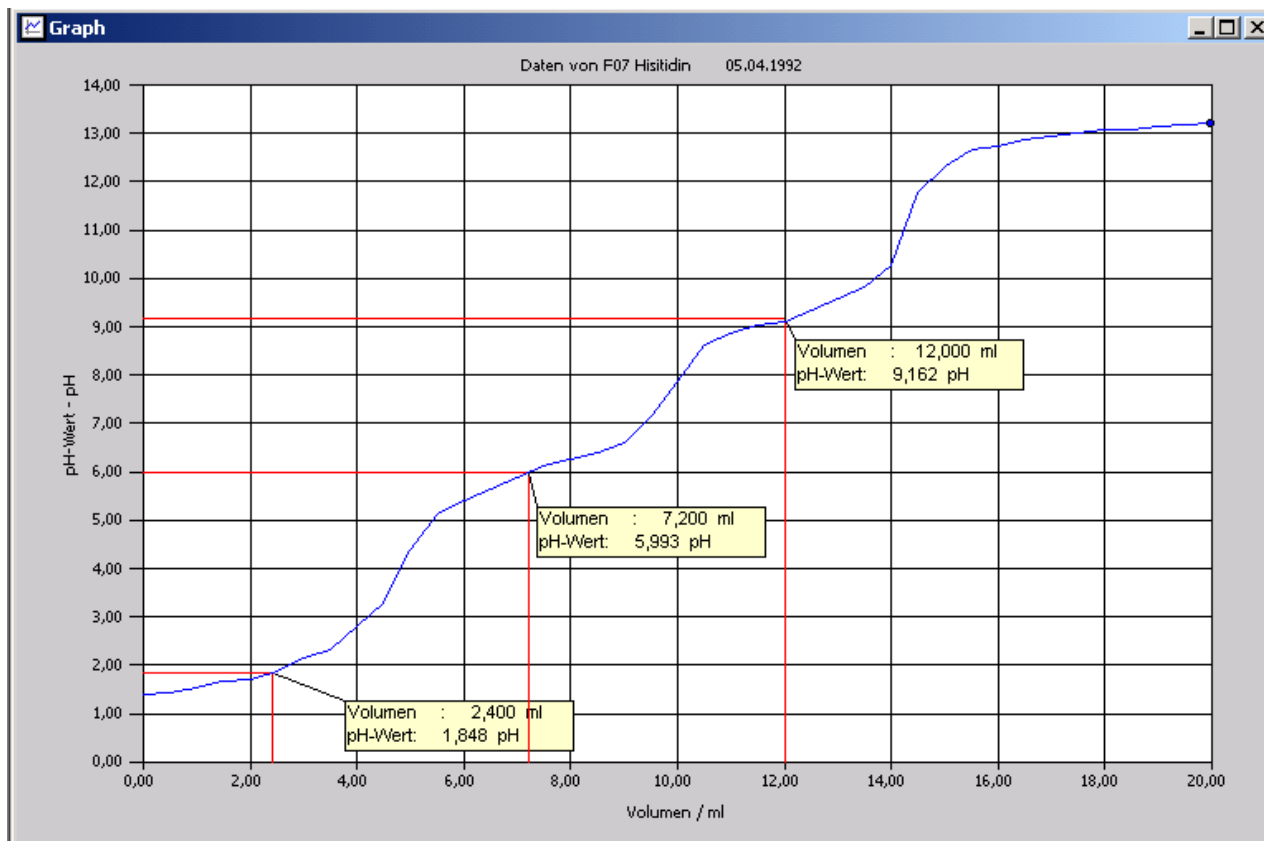
Bestimmung der pKs - Werte:

Prinzip: Nach der Puffergleichung ist im Halbäquivalenzpunkt der pH-Wert gleich dem pKs-Wert. Man muss sich vorher die Äquivalenzpunkte bestimmen und notiert haben! Im Folgenden wird der Äquivalenzpunkt mit der größten Steigung (14,4 mL / 3) als Bezug gewählt.

Auswerten aufrufen mit:		oder im Hauptmenü: ⇒Auswerten ⇒ „Halbäquivalenzpunkt“
Eingabe: Linker x-Wert:	0 mL	Rechter x-Wert: 4,8 mL
	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
	OK	Anzahl der Stützstellen: 20
	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
Ergebnis des Rechners: pH-Wert im Halbäquivalenzpunkt. Aus Beispiel: 1,85; Literaturwert: (pK _S -Wert = 1,82).		
Einzeichnen des Halbäquivalenzpunktes:	Zeichnen	Eintragen der Werte: Beschriften
Ende:	<input checked="" type="checkbox"/>	Fertig

Auswerten aufrufen mit:		oder im Hauptmenü: ⇒Auswerten ⇒ „Halbäquivalenzpunkt“
Eingabe: Linker x-Wert:	4,8 mL	Rechter x-Wert: 9,6 mL
	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
	OK	Anzahl der Stützstellen: 20
	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
Ergebnis des Rechners: pH-Wert im Halbäquivalenzpunkt. Aus Beispiel: 5,99; Literaturwert: (pK _S -Wert = 6,00).		
Einzeichnen des Halbäquivalenzpunktes:	Zeichnen	Eintragen der Werte: Beschriften
Ende:	<input checked="" type="checkbox"/>	Fertig

Auswerten aufrufen mit:		oder im Hauptmenü: ⇒Auswerten ⇒ „Halbäquivalenzpunkt“
Eingabe: Linker x-Wert:	9,6 mL	Rechter x-Wert: 14,4 mL
	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
	OK	Anzahl der Stützstellen: 20
	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
Ergebnis des Rechners: pH-Wert im Halbäquivalenzpunkt. Aus Beispiel: 9,16; Literaturwert: (pK _S -Wert = 9,17).		
Einzeichnen des Halbäquivalenzpunktes:	Zeichnen	Eintragen der Werte: Beschriften
Ende:	<input checked="" type="checkbox"/>	Fertig



Tip

- Wollen Sie neben den Halbäquivalenzpunkten auch die Äquivalenzpunkte einzeichnen (wie in der Abbildung), so wählt man wieder den Menüpunkt Halbäquivalenzpunkt an, gibt aber für den linken und rechten Rand denselben Wert ein, nämlich den Volumenwert des Äquivalenzpunktes.

Entsorgung:

Literatur:

F. Kappenberg; Computer im Chemieunterricht 1988, S. 85, Verlag Dr. Flad, Stuttgart
W. Asselborn et. al. Messen mit dem Computer im Chemieunterricht, S: 65f, Aulis Verlag Köln, 1989