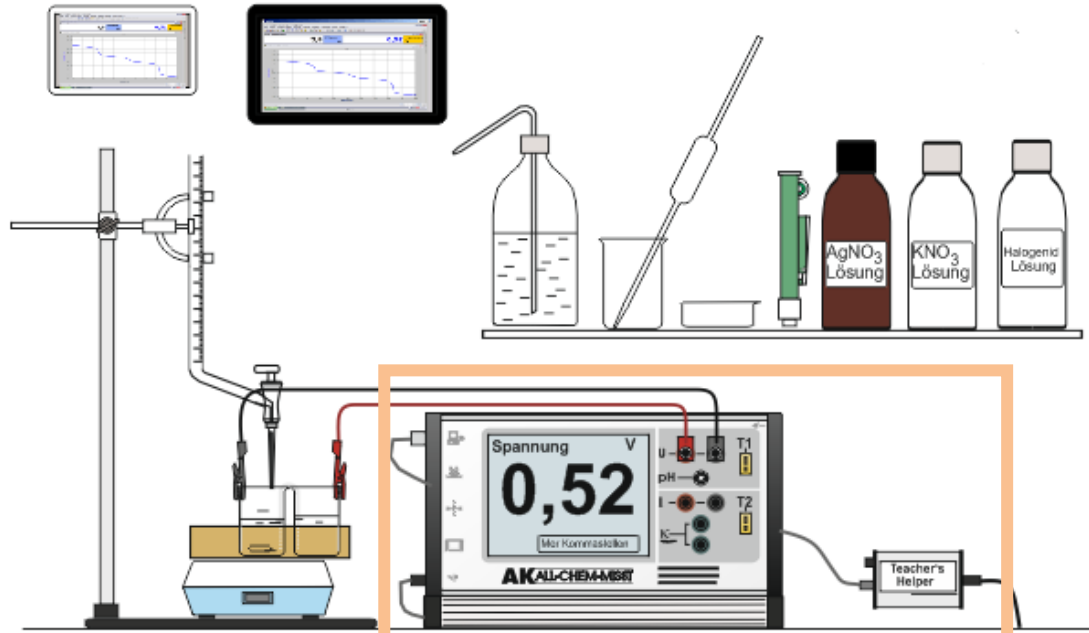




Prinzip

Eine Lösung, die verschiedene Halogenidionen enthält, wird mit Silbernitratlösung titriert. Die Titration wird dabei potenziometrisch verfolgt. Es kommt zur Bildung schwerlöslicher Silberhalogenide, die mit ihrem Löslichkeitsprodukt die Silberionenkonzentration der Lösung kontrollieren.



**Aufbau
und
Vorbereitung**

Benötigte Geräte

- Eins der folgenden Geräte:
- a) ALL-CHEM-MISST II oder
 - b) ACM II Junior / Netzteil
 - c) AK MultiAdapter U/I
 - d) Vernier Go!link + EA-BTA (evtl.-BNC-Adap.)
 - e) Greisinger Handgerät pH(GMH35XXX)
 - f) LD Mobile Cassy+U/IAAdapterS o. Che.-Box
- USB-Kabel / Netzteil
 - Teacher's Helper /Netzteil
 - Tablet, Laptop o. Smartphone
 - Pipette, 10mL u. Pipettierhilfe
 - Bürette 25mL

Verwendete Chemikalien

- Bürettenklemme
 - AK-SÜS-Experimentierklotz
 - 2 Experimentierkabel
 - 2 Silberblechstreifen
 - 2 Krokodilklemmen
 - Filterpapier
 - Magnetrührer
 - Rührfisch
 - 2 Bechergläser, 50 mL, HF
 - 2 Bechergläser, 50 mL, NF
 - kleine Kristallisierschale
- Silbernitratlösung,
 - c = 0,1 mol/L
 - Kaliumnitratlösung,
 - c = 1 mol/L
- oder:**
- eine Iodidlösung, c = 0,1 mol/L
 - eine Bromidlösung, c = 0,1 mol/L
 - eine Chloridlösung, c = 0,1 mol/L

Vorbereitung des Versuchs

- ▶ Experiment nach der Abbildung (hier als Beispiel All-Chem-Misst II dargestellt) bereitstellen. 10 mL Halogenidlösung (oder ein Gemisch der einzelnen Halogenidlösungen) in das Becherglas geben.
- ▶ Den Rührfisch zugeben und das Glas auf den Magnetrührer stellen.
- ▶ Das „Bezugsbecherglas“ mit etwa 20 mL Silbernitratlösung (c = 0,1 mol/L) füllen und mit einem in Kaliumnitratlösung (in kleiner Kristallisierschale) getränktem Filterpapier als Salzbrücke mit dem „Analysenbecherglas“ verbinden.
- ▶ Die Silberbleche mit Krokodilklemmen an den Becherglasrändern befestigen und über den Teacher's Helper mit dem ALL-CHEM-MISST II verbinden

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 3 Bildschirme



- ▶ Anschluss und Einschalten der Messgeräte
 - a) ACM II bzw. b) ACM II Junior mit Netzteil verbinden, dann **nach 7 s!!** über USB mit TH verbinden
 - c) AK MultiAdapter U/I bzw. d) Vernier Go!Link (mit EA-BTA) über USB mit TH verbinden
 - e) Greisinger GMH 35XXX über USB-Schnittstellenkonverter mit TH verbinden und mit „ON“ anschalten
Ein Spannungs-Wert (mV) muss zu sehen sein! Evtl. Fehler vorher beheben!
 - f) LD Mobile Cassy mit Messmodul und per USB TH verbinden und mit „Menü“ anschalten oder Netzteil anschließen. Ein Spannungs-Wert muss zu sehen sein – sonst mit den Tasten „U“ einstellen.
 - ▶ **AK MiniAnalytik** wählen. Im erscheinenden Bild können die Menüicons neben- oder (bei kleinen Bildschirmen) untereinander angeordnet sein.
 - ▶ Icon 'Messen' (2. Von links) und **Mit Messgerät verbinden (Gerätename)** antippen
 - ▶ **Messgrößen-Auswahl:** **Spannung (U)** **OK**
 - ▶ **Konfiguration-Methode** y-Achse U Min **0,00** V und Max **1,00** V
Nachkomma **2** und Linie **ja**
 - ▶ **x-Achse: Volumen (auf Tastendruck)**
 - ▶ x-Achse Vol. Intervall **0,5** mL und Vol. Max **20,0** mL
Nachkomma **1** und **OK**
- Der Messbildschirm wird aufgebaut und Werte angezeigt.

Durchführung

- ▶ 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) **E04 User** und **OK**

Excel-Export

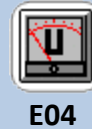
- ▶ Icon oben links und **Datenreihen exportieren** wählen
Unter ‚Datenreihen Speichern‘ Projekt **E04 User** auswählen und **Speichern**
- ▶ Je nach Gerät mit ‚Speichern unter‘ noch Pfad aussuchen und bestätigen!

Öffnen bei Bedarf

- ▶ 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" **E04 User** direkt auswählen und → anklicken

Die Natrium- und die Nitrationen reagieren nicht. Zu Beginn werden die der Lösung zugetropften Silberionen durch die Bildung von Silberiodid sofort ausgefällt und nur der Teil, der nach dem Löslichkeitsprodukt an Silberionen in Lösung bleibt, bestimmt mit seiner Konzentration das Potenzial dieser Halbzelle. Erst wenn die Iodidionen ausgefällt sind, sinkt die Spannung, da das folgende Halogenidion (Br⁻) mit einem Silberion einen Niederschlag mit einem größeren Löslichkeitsprodukt bildet usw.

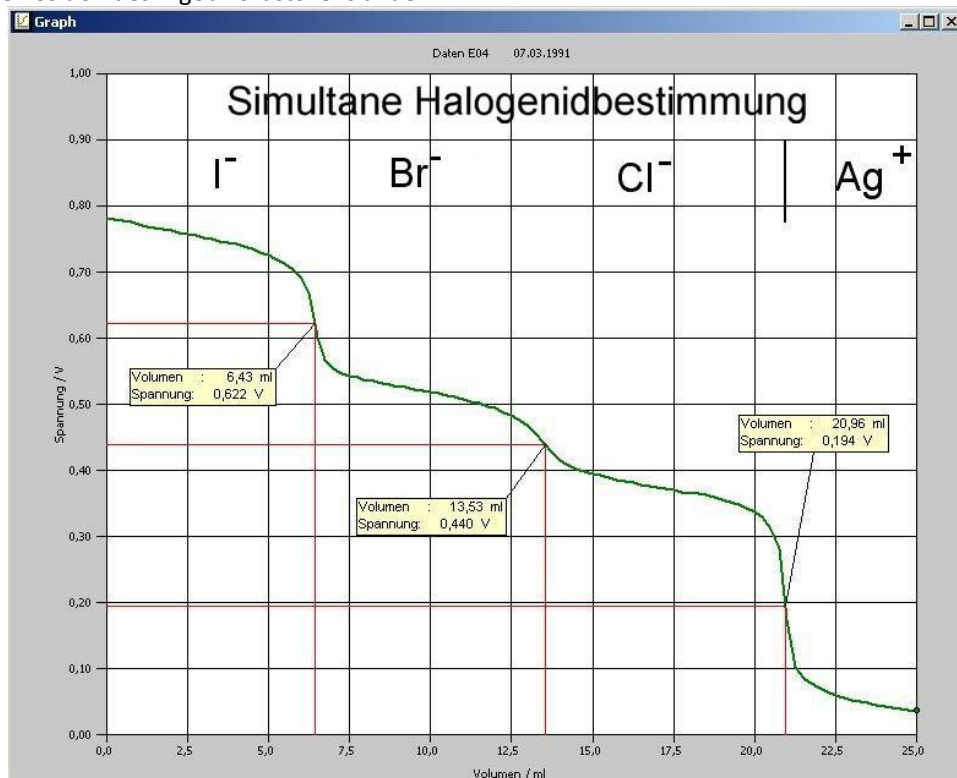
Die Bestimmung der drei Äquivalenzpunkte erfolgt jeweils mit der Drei-Graden-Methode (Tangentenmethode) oder mit Hilfe der im Programm vorgesehenen automatischen Wendepunktsbestimmung.



Auswertung

Am Tablet/ Laptop

- ▶ 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.



Die Äquivalenzpunktbestimmung muss dreimal durchgeführt werden. (Die Hilfslinien müssen nicht eingezeichnet werden, können aber später auch einzeln gelöscht werden).

Berechnung des Löslichkeitsprodukts eines Silberhalogenids

Für die Löslichkeit von z.B. Silberiodid gilt:



Zur Berechnung der Löslichkeitsprodukte kann man im Prinzip fast jeden Kurvenpunkt heranziehen. Hier wird das Löslichkeitsprodukt aus den Daten des Halbäquivalenzpunktes bestimmt, weil an dieser Stelle die Steigung am geringsten ist, d.h. die Spannung besonders genau abgelesen werden kann. Außerdem ist im Halbäquivalenzpunkt die jeweilige Halogenidionenkonzentration genau auf die Hälfte gefallen;

Beispiel: $c(\text{I}^-) = 0.0254 \text{ mol/L} : 2 = 0.0127 \text{ mol/L}$

Die Berechnung der Silberionenkonzentration erfolgt nach der Nernst'schen Gleichung:

(A = Analysenhalbzelle, B = Bezugshalbzelle)

$$U = U_B - U_A$$

$$U = U_{0B} + 0.059 \text{ V} \cdot \lg c_B(\text{Ag}^+) - [U_{0A} + 0.059 \text{ V} \cdot \lg c_A(\text{Ag}^+)]$$

In diesem Fall sind die Normalpotenziale gleich ($U_{0A} = U_{0B} = 0.8 \text{ V}$)

Die Silberionenkonzentration in der Bezugshalbzelle $c_B(\text{Ag}^+)$ beträgt 0.1 mol/L

$$U = 0.8 \text{ V} + 0.059 \text{ V} \cdot \lg (0.1) - [0.8 \text{ V} + 0.059 \text{ V} \cdot \lg c_A(\text{Ag}^+)]$$



$$U = 0.741 \text{ V} - 0.8 \text{ V} - 0.059 \text{ V} \cdot \lg c_{\text{A}}(\text{Ag}^+)$$


$$\lg c_{\text{A}}(\text{Ag}^+) = \frac{-U - 0.741 \text{ V} + 0.8 \text{ V}}{0.059 \text{ V}}$$

$$c_{\text{A}}(\text{Ag}^+) = 10^{\frac{-U - 0.741 \text{ V} + 0.8 \text{ V}}{0.059 \text{ V}}} \text{ (mol/L)} \quad (1)$$

Falls Sie eine andere Bezugselektrode benutzt haben, müssen Sie deren Spannung anstelle der „0.741“ V eintragen.


1) Bestimmung der Spannung im Halbäquivalenzpunkt

Man kann den Menüunterpunkt „Halbäquivalenzpunkt“ benutzen, um die Spannung in dem Graphen an dieser Stelle zu bestimmen. Dazu lässt man den Rechner zu der Mitte des jeweiligen Volumenbereiches den y-Wert bestimmen.

- ▶ 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.

2) Berechnung der Silberionenkonzentration

Aus dieser Spannung wird nach Gleichung (1) die Silberionenkonzentration berechnet:

- ▶ Icon 'Auswerten'  (3. von links) und **Werte umrechnen** und **bel. Funktion** 
- ▶ **Nur Rechner** Termeingabe:  **10^{^-((0.750-0.741 +0.8)/0.059)}** 

Der Rechner liefert als Ergebnis für die Konzentration $c = 1.94 \cdot 10^{-14}$ mol/L

3) Löslichkeitsprodukt

Hierfür müssen nun die jeweiligen Silber- bzw. Halogenidionenkonzentrationen miteinander multipliziert werden.

$$K_{\text{L}} = c(\text{Ag}^+) \cdot c(\text{I}^-) = 1.94 \cdot 10^{-14} \cdot 0.0254 / 2 \text{ mol}^2/\text{L}^2$$

- ▶ Icon 'Auswerten'  (3. von links) und **Werte umrechnen** und **bel. Funktion** 
- ▶ **Nur Rechner** Termeingabe:  **1.94*10^{^-14)}*0.0254/2** 

Der Rechner liefert als Ergebnis: $K_{\text{L}}(\text{AgI}) = 2.46 \cdot 10^{-16}$ mol²/L².

Literaturwert ¹⁾: $K_{\text{L}}(\text{AgI}) = 1.0 \cdot 10^{-16}$ mol²/L²

Will man alle Löslichkeitsprodukte bestimmen, müssen die Rechnungen noch zweimal entsprechend durchgeführt werden.

Beachten:



Entsorgung

Sammelbehälter für Schwermetallsalze und ihre Lösungen

Literatur

- 1) F. Seel, Grundlagen der analytischen Chemie, S: 325, Verlag Chemie, Weinheim 1965
- 2) F. Kappenberg; Computer im Chemieunterricht 1988, S. 125, Verlag Dr. Flad, Stuttgart