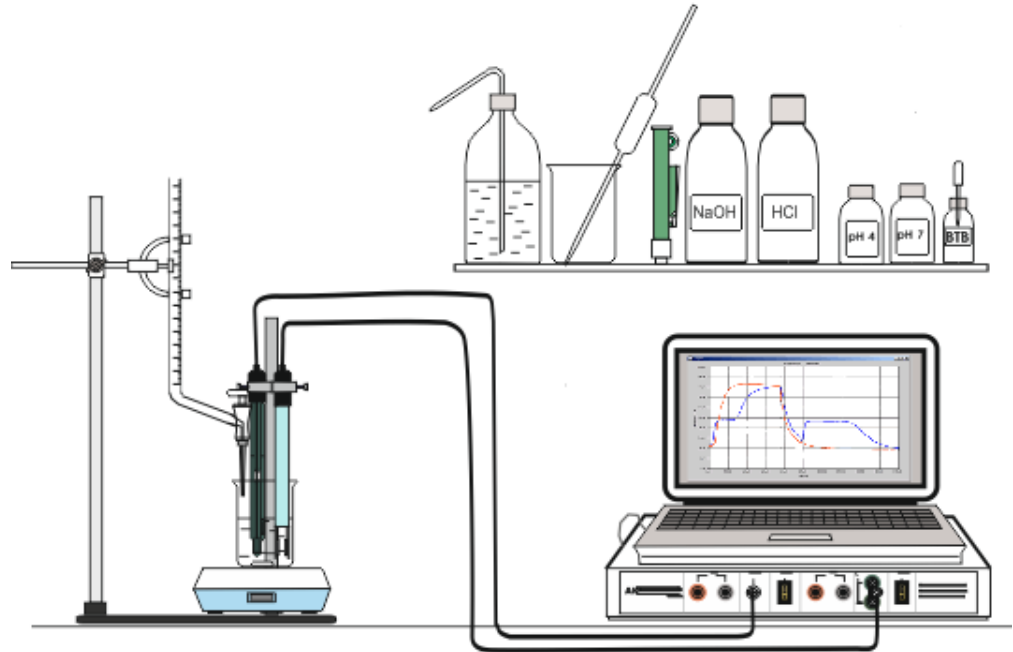


Prinzip

Da sich bei der Neutralisation die elektrische Leitfähigkeit und der pH-Wert der Lösung ändern, kann man die Titration sowohl konduktometrisch wie auch potenziometrisch verfolgen.
Mit dem ALL-CHEM-MISST Junior hat man die Möglichkeit, Leitfähigkeit und pH-Wert gleichzeitig aufzunehmen..

Aufbau
und
Vorbe-
reitung



Benötigte Geräte

- | | |
|--|---|
| <input type="checkbox"/> ALL-CHEM-MISST Jr./Netzteil | <input type="checkbox"/> "Spülbecherglas", 250 mL |
| <input type="checkbox"/> Computer | <input type="checkbox"/> Pipette, 10 mL |
| <input type="checkbox"/> USB- bzw. serielles Kabel | <input type="checkbox"/> Magnetrührer |
| <input type="checkbox"/> Leitfähigkeitsselektrode | <input type="checkbox"/> Rührfisch |
| <input type="checkbox"/> pH-Elektrode | <input type="checkbox"/> 2 Stative |
| <input type="checkbox"/> Becherglas, 150 mL | <input type="checkbox"/> Bürettenklemme |
| <input type="checkbox"/> Bürette, 25 mL | <input type="checkbox"/> Doppelelektrodenhalter |
| <input type="checkbox"/> Muffe | <input type="checkbox"/> Pipettierhilfe |

Verwendete Chemikalien

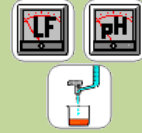
- Natronlauge (c = 0,1 mol/L)
- Salzsäure (c = 0,1 mol/L)
- dest. Wasser
- Pufferlösung, pH 7
- Pufferlösung, pH 4
- evtl. Bromthymolblaulösung

Vorbereitung des Versuchs

- ▶ Geräte entsprechend der Zeichnung bereitstellen, aufbauen und verbinden.
- ▶ 10 mL Salzsäure (bzw. Analysenlösung) mit der Pipette in das Becherglas geben.
- ▶ Rührfisch dazugeben und Becherglas auf den Magnetrührer stellen.
- ▶ pH-Elektrode in das halb mit Leitungswasser gefüllte „Spülbecherglas“ stellen.
- ▶ pH-Elektrode in die entsprechende pH-Buchse stecken.
- ▶ Leitfähigkeitsselektrode in die entsprechende κ(LF)-Buchse stecken und am Elektrodenhalter befestigen.
- ▶ Die Bürette mit Natronlauge füllen und auf die Nullmarkierung einstellen.

Vorbereitung am Computer

- ▶ **AK Analytik 11** starten; **Messen** mit **Geräte-Schnellstarter App** **ALL-CHEM-MISST II**
- ▶ Anweisungen befolgen und 'abhaken' **Weiter**
- ▶ **Auswahl des Messkanals: (Buchse im Bild oben) pH** (Bild unten) **LF / K** **Weiter**
- ▶ **pH-Kalibrieren:** **ja** Anweisungen befolgen/'abhaken' bzw. entspr. Werte eingeben **Akzeptieren**
- ▶ **Auf welche Weise möchten Sie messen:** : **Volumen** **Tastatur**
- ▶ **Volumenintervall:** **0,5** mL, **Gesamtvolumen:** **20,0** mL, **X-Komma:** **1**
- ▶ Mehrkanalmessung: **Parallel** - Darstellung der Kanäle im Graphen:
- ▶ **pH:** **0 - 14** - **Akzeptieren** **LF:** **0 - 5** mS/cm **Akzeptieren** **Weiter**



Durchführung

- ▶ pH-Elektrode am Stativ befestigen. Rührfisch darf beim Drehen die Elektroden nicht berühren.
- ▶ So viel dest. Wasser zugeben, dass die Pt-Bleche der LF-Elektrode gut bedeckt sind.
- ▶ Zur **Messwertaufnahme** bei **0,0 mL** **Einzelwert** oder besser die 'Leertaste' drücken.
- ▶ Die Titratorflüssigkeit kontinuierlich (mit recht kleiner Geschwindigkeit!) aus der Bürette auslaufen lassen und nach **jeweils 0,5 mL** einen **Messwert** mit 'Leertaste' oder **Einzelwert** **speichern**.
- ▶ Zum Beenden **Messung beenden** drücken.

Speichern

- ▶ Icon oben links **Speichern**
- ▶ Projektnamen eingeben (hier: Beispiel) **N02a-1-1-user** und **Akzeptieren**

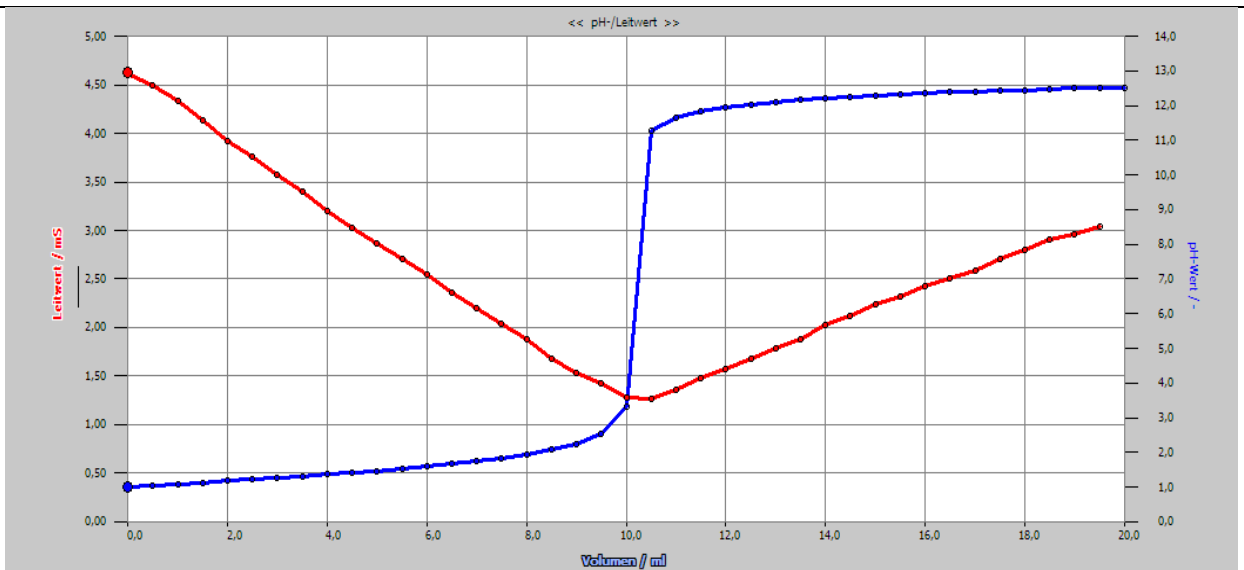
Excel-Export

- ▶ (Evtl. Hauptmenü „Favoriten“) Icon mit Text **In Excel öffnen**
- ▶ Evtl. Bild minimieren , weil das auf dem Rechner vorhandene Excel-Blatt im Hintergrund geöffnet wird.

Öffnen bei Bedarf

- ▶ **AK Analytik 11** **neu** starten;
- ▶ **Auswerten** "Projekt" direkt auswählen oder **Anderes Projekt öffnen** und dann das gewünschte Projekt anklicken und **Akzeptieren**

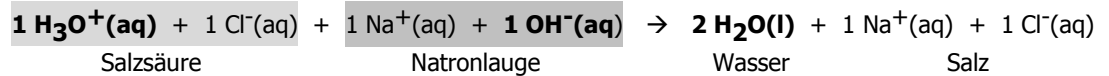
Auswertung



Die Auswertung ist zur Zeit noch auf dem Arbeitsblatt N02a-1-2 abgedruckt.

Neutralisationstiteration - Theorie

Die Neutralisationsreaktion verläuft nach folgender Gleichung:

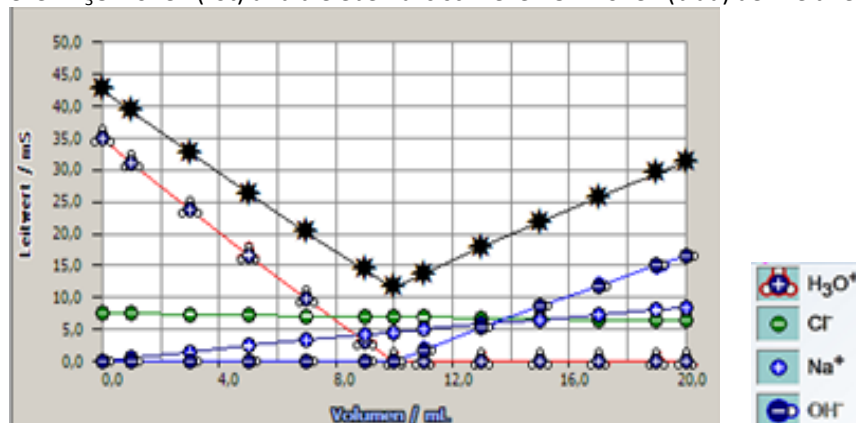


Es reagieren eigentlich nur die schon vorliegenden Oxoniumionen mit den zugetropften Hydroxidionen

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 H_3O^+ -Ionen (rot) und die ebenfalls schnellen OH^- -Ionen (blau) den Leitwert beeinflussen.

Prinzip:

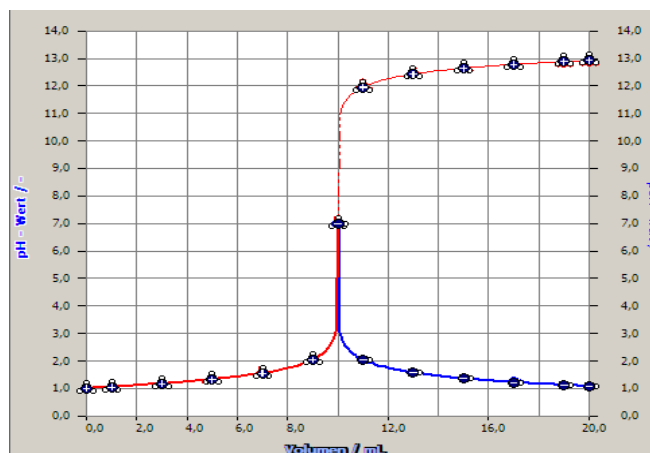


Die **Leitfähigkeit** fällt zunächst, weil die schnellen H_3O^+ -Ionen durch langsamere Na^+ -Ionen „ersetzt“ werden. Nach dem Äquivalenzpunkt steigt die Leitfähigkeit durch die etwas weniger beweglichen OH^- -Ionen wieder an. Der Äquivalenzpunkt ergibt sich aus dem Schnittpunkt der beiden Regressionsgeraden der zwei Phasen.

2. Betrachtung des pH-Wertes

Wir benutzen dieselben Konzentrationen wie oben und wählen nur eine andere Darstellung im Graphen:

- Es werden nur noch die H_3O^+ - und die OH^- -Ionen betrachtet.
- 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.
- 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
- Ab dem Äquivalenzpunkt erhöht sich die Hydroxidionenkonzentration $c(\text{OH}^-)$. Daraus wird der pH-Wert berechnet: $\text{pH} = 14 - \text{pOH}$.

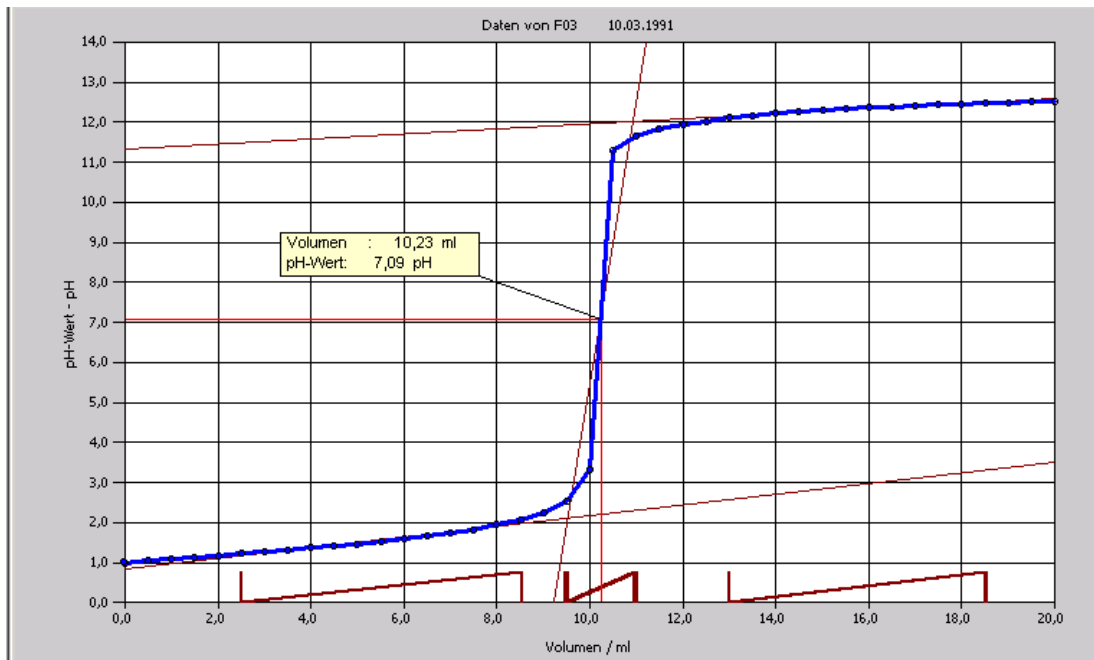


Zu Beginn ist der **pH-Wert** ist sehr niedrig, da die Chlorwasserstoffsäure vollständig dissoziiert ist. Im Laufe der Titration werden die Oxoniumionen durch die Hydroxidionen neutralisiert. In der Nähe des Äquivalenzpunktes aber steigt der pH-Wert bei weiterer Zugabe der Hydroxidionen sprunghaft an. Am Ende der Titration ist die Steigung wieder gering. Daher bietet sich hier die „3 Geradenmethode“ als Auswertemethode an.

1. Auswertung des Graphen für den pH-Wert

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).



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

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

Bestimmung am Computer

- ▶ Hauptmenü: **AK Analytik 11** Start Messung Favoriten **Auswerten** Hinzufügen
- ▶ Zur Auswertung wird die nicht benötigte Komponente ausgeblendet (Achtung: nicht gelöscht!).
Rechte Maustaste in den Graphen **Leitwert** Häkchen entfernen, wenn man pH - auswerten will.
- ▶ **HM: Auswerten** **Drei-Geraden-Methode**
- ▶ Folgen Sie den Anweisungen (mit 'Abhaken') **1.** für die **Vorperiode**, **2. Hauptperiode** und **3. Nachperiode**
- ▶ Zur Prüfung des Ergebnisses **Koordinaten Zeichnen** dann **Konzentration berechnen**
- ▶ **Akzeptieren** und **Beschriften** (evtl. Position ändern) und **Fertig**

Auswertung des pH-Wertes im Halbäquivalenzpunkt (HÄP):

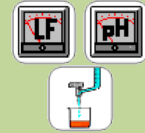
Hier wird die Methode gezeigt. Anwendbar ist sie nur bei schwachen Säuren: $pK_s\text{-Wert} = \text{pH}(\text{HÄP})$

Halbäquivalenz besteht, wenn die **Halfte der vorgelegten Säure umgesetzt** ist. Das zugetropfte Volumen im HÄP ist **genau halb so groß wie das im Äquivalenzpunkt**.

- ▶ Auswerten im Hauptmenü **AK Analytik 11** Start Messung Favoriten **Auswerten** Hinzufügen
- ▶ **Halbäquivalenzpunkt** (**Achtung: es folgen Beispielwerte:!**)
- ▶ **Linker x-Wert:** **0,0** mL, **Rechter x-Wert:** **10.14** mL **Stützpunkte:** **20** und **Berechnen**
- ▶ **Akzeptieren** **Koordinaten Zeichnen** und **Beschriften** (evtl. Position ändern) und **Fertig**

Auswertung
pH-Teil
Theorie

Auswertung
Halb-
äqui-
valenz
punkt



2. Auswertung des Graphen für die elektrische Leitfähigkeit

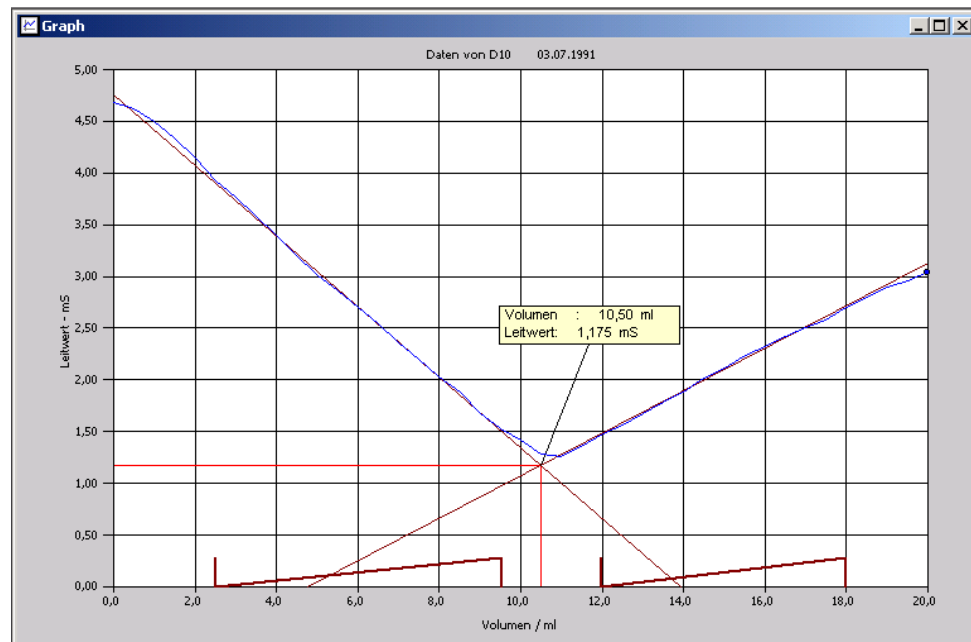
Zur Auswertung bietet sich die "Zweigeradenmethode" an.

Durch die Messpunkte der beiden "Schenkel" werden vom Computer Ausgleichsgeraden gelegt (die Schüler können die Ausgleichsgeraden mit dem Geo-Dreieck einzeichnen). Der Schnittpunkt der beiden Geraden ist das Volumen im Äquivalenzpunkt.

Berechnung des Gehaltes: Bei Äquivalenz gilt: $n(\text{HCl}) = n(\text{NaOH})$:
$$c(\text{HCl}) = \frac{c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH})}{V(\text{HCl})}$$

- ▶ Hauptmenü: **AK Analytik 11** Start Messung Favoriten **Auswerten** Hinzufügen
- ▶ Zur Auswertung wird die nicht benötigte Komponente ausgeblendet (Achtung: nicht gelöscht!).
Rechte Maustaste in den Graphen **pH** Häkchen entfernen, wenn man Leitwert auswerten will.
- ▶ **HM: Auswerten** **Zwei-Geraden-Methode**
- ▶ Folgen Sie den Anweisungen (mit 'Abhaken') **1.** für die **Vorperiode** und **2.** für die **Hauptperiode**
- ▶ Zur Prüfung des Ergebnisses **Koordinaten Zeichnen** dann **Konzentration berechnen**
- ▶ **Akzeptieren** und **Beschriften** (evtl. Position ändern) und **Fertig**

Auswertung
Teil 2



Geräte und Chemikalien müssen schon aufgebaut, anschlossen und eingeschaltet sein!

Quick-
Start

Einmal gespeicherte Einstellungen können für eine sofortige neue Messung benutzt werden.

- ▶ **AK Analytik 11** neu starten;
- ▶ **Auswerten** **Anders Projekt öffnen** und dann **N02a-1-1-QS.aka**
- ▶ Bei Hauptmenüpunkt **Messung** , bei "Einstellungen" **Weiter** **Alte Ergebnisse verwerfen**
- ▶ Weiter, wie bei **Durchführung** beschrieben.

| | | | | | | |
|-----------------------|------------------|-------------------|-----------------|-----------------|------------|---------------------------------|
| Zeitbedarf Minuten | Aufbau (Exp): | Vorber. Rechn. | Durch- führ. | Auswer- tung | Ab- bau | Intuitive Be- dienung (+1-6) |
|-----------------------|------------------|-------------------|-----------------|-----------------|------------|---------------------------------|

| | | | |
|-----------|--|------------|-----------------------------------|
| Beachten: | | Entsorgung | Ausguss evtl. nach Neutralisation |
|-----------|--|------------|-----------------------------------|

| | |
|-----------|---|
| Literatur | F. Kappenberg; Computer im Chemieunterricht 1988 , S. 142, Verlag Dr. Flad, Stuttgart |
|-----------|---|