

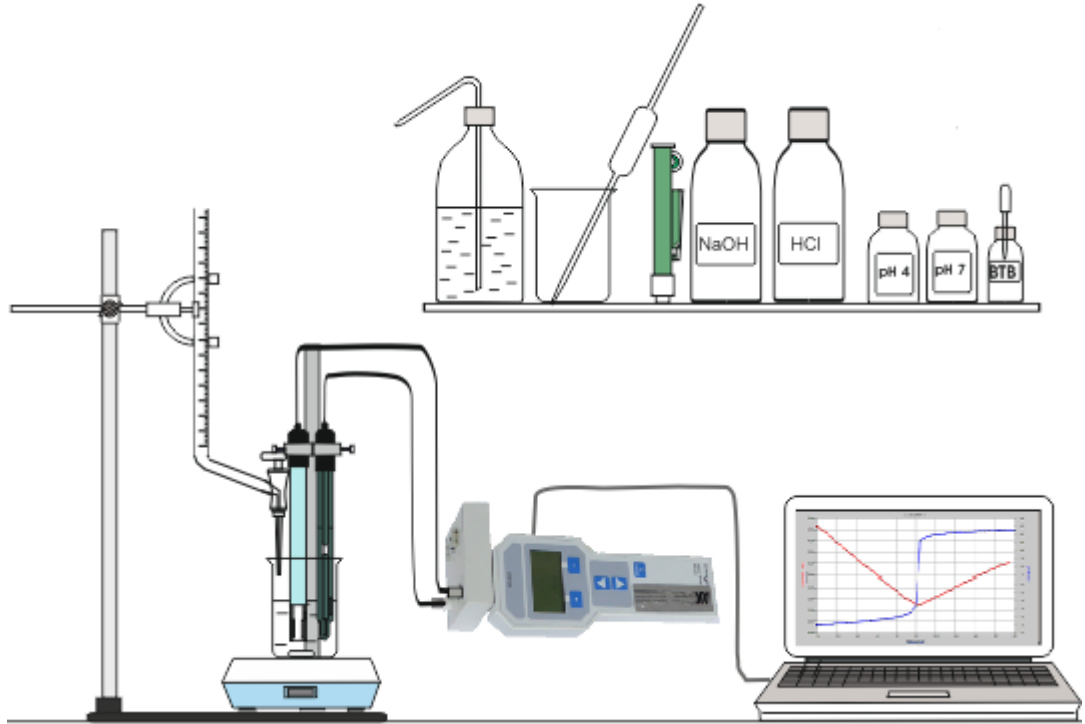
Achtung: CASSY Lab wir seit 2010 nicht mehr unterstützt - Ein Upgrade auf CASSY Lab 2 kostet rund 400 €

Prinzip

Da sich bei der Neutralisation die Leitfähigkeit und der pH-Wert ändern, kann man die Titration sowohl konduktometrisch wie auch potenziometrisch verfolgen.

Mit dem (Mobile / Pocket) Cassy / Cassy Lab kann man Leitfähigkeit und pH-Wert gleichzeitig aufnehmen.

**Aufbau
und
Vorbereitung**



Benötigte Geräte

- Mobile (Pocket) CASSY
- USB-Kabel
- Chemie-Box
- Computer/Laptop **Eee06**
- LF-Elektrode
- pH-Elektrode
- Becherglas, 150 mL
- Bürette, 25 mL
- Muffe

- "Spülbecherglas", 250 mL
- Pipette, 10 mL
- Magnetrührer
- Rührfisch
- 2 Stative
- Bürettenklemme
- Doppelelektrodenhalter
- 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 an der Chemiebox stecken.
- ▶ Leitfähigkeitselektrode in die entsprechende Chemiebox-Buchse stecken und am Elektrodenhalter befestigen.
- ▶ Die Bürette mit Natronlauge füllen und auf die Nullmarkierung einstellen.
- ▶ Chemie-Box über Mobile CASSY und USB-Kabel mit dem Computer verbinden.

Vorbereitung am Computer

- ▶ Mit Desktop-Icon **CASSY Lab** starten. Im Fenster „Einstellungen“ erscheinen das Pocket oder Mobile CASSY und die Chemie-Box.
- ▶ Auf dem Bild der Chemie-Box unter dem Pocket CASSY auf Leitfähigkeit klicken **Leitfähigkeit** klicken. Es erscheint die Digitalanzeige für Leitfähigkeit c1 und ein Fenster „Einstellungen Sensoreingang“



Achtung: CASSY Lab wir seit 2010 nicht mehr unterstützt - Ein Upgrade auf CASSY Lab 2 kostet rund 400 €

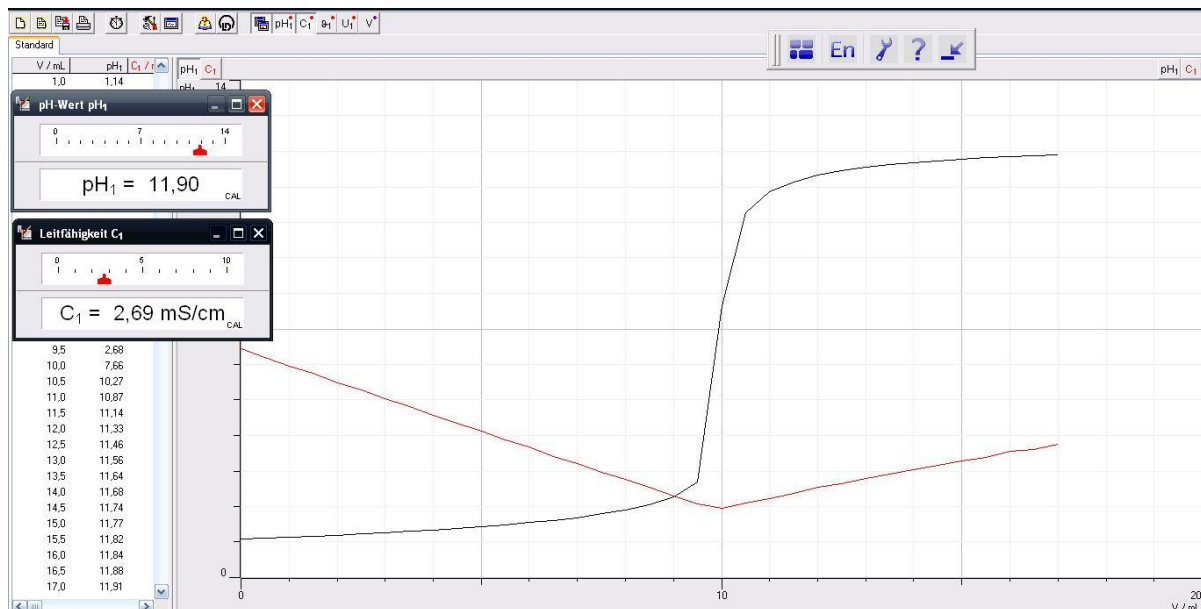
- ▶ Hier Messbereich der Leitfähigkeit c_1 $0 \text{ mS/cm} \dots 10 \text{ mS/cm}$. Dieses Fenster **Schließen**.
- ▶ Auf der Chemie-Box unter dem Pocket CASSY auf **pH-** klicken. Es erscheint die Digitalanzeige für pH Wert pH_1 und ein Fenster „Einstellungen Sensoreingang“.
- ▶ Will man Kalibrieren **Korrigieren** sonst: Grün unterlegten Teil überspringen.

pH-Kalibrierung

- ▶ pH Elektrode abspülen, in Pufferlösung 7 stellen und warten, bis die "Istwerte" stabil sind.
- ▶ "Sollwerte" oben **7** und **Offset korrigieren**.
- ▶ pH Elektrode abspülen und in Pufferlösung 4 stellen warten, bis die "Istwerte" stabil sind.
- ▶ "Sollwerte" unten **4** und **Faktor korrigieren**.
- ▶ **Schließen**
- ▶ Fenster "Einstellungen Sensoreingang" **Schließen**
- ▶ Im Fenster „Einstellungen“ **Parameter/Formel/FFT** **neue Größe** **Volumen**
- ▶ Bei Formel **$n * 0,5 - 0,5$** darunter **Symbol:** **V** **Einheit:** **mL** **von** **0** **mL bis** **20** **mL**
- ▶ Unten links Im Fenster „Messparameter“ **manuelle Aufnahme** auswählen - Fenster **Schließen**
- ▶ Im Fenster „Einstellungen“ **Schließen**
- ▶ Links im freien Feld (Platz für Tabelle) **Spaltenbelegung ändern** **rechts** **x-Achse** **V.** **Schließen**

- ▶ 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** Zur **Messwertaufnahme** bei **0,0 V** **Icon mit Stoppuhr** (oben 5. von links) oder mit **Taste F9**
- ▶ Die Titratorflüssigkeit kontinuierlich (mit recht kleiner Geschwindigkeit!) aus der Bürette auslaufen lassen und nach **jeweils 0,5 mL** einen **Messwert** **Icon mit Stoppuhr** (oben 5. von links) oder mit **Taste F9** jeweils speichern.
- ▶ Zum Beenden ist keine Aktion notwendig.

Durchführung





Achtung: CASSY Lab wir seit 2010 nicht mehr unterstützt - Ein Upgrade auf CASSY Lab 2 kostet rund 400 €

Speichern	<ul style="list-style-type: none"> ▶ Zum Speichern Taste F2 oder drittes Icon von links Speichern unter ▶ In Ordner "Eigene Dateien" (oder Ordner „CASSY Messung“ anlegen) auswählen. ▶ Projektnamen eingeben (hier: Beispiel) N05-6-1-user und Speichern
Excel-Export	<ul style="list-style-type: none"> ▶ In Tabelle rechts Speichern unter ▶ Auf Desktop: Excel und Einfügen
Öffnen bei Bedarf	<ul style="list-style-type: none"> ▶ Zum Aufrufen der Messung das Programm CASSY Lab und mit Taste F3 oder dem zweiten Icon von links die entsprechende Datei öffnen

Achtung: CASSY Lab wir seit 2010 nicht mehr unterstützt - Ein Upgrade auf CASSY Lab 2 kostet rund 400 €

Neutralisationstiteration - Theorie

Die Neutralisationsreaktion verläuft nach folgender Gleichung:



Salzsäure

Natronlauge

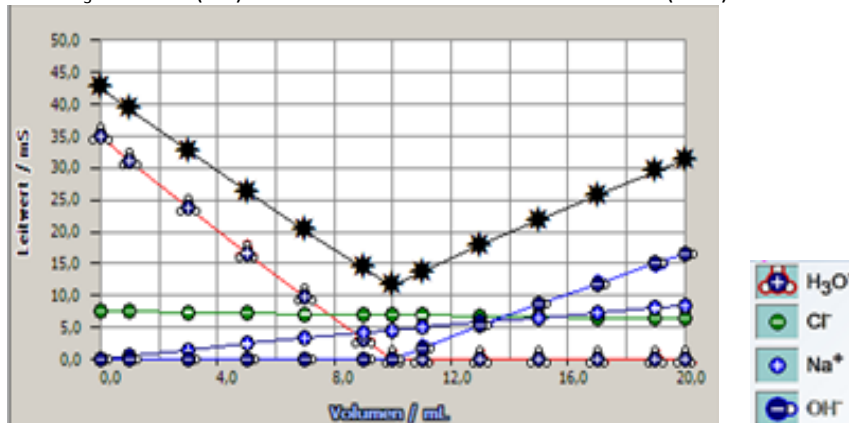
Wasser

Salz

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.

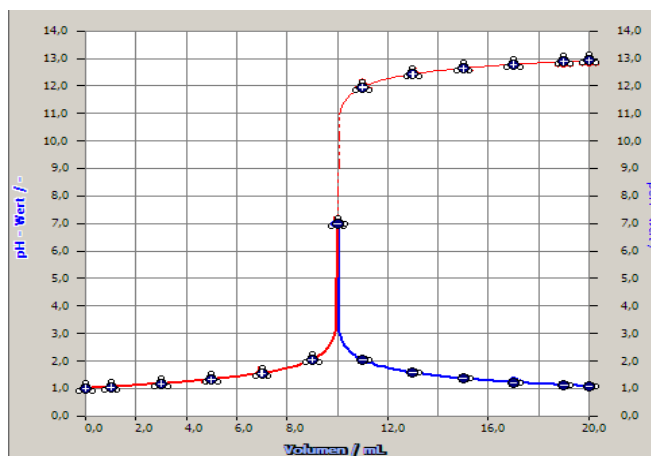


Die **Leitfähigkeit** fällt zunächst, weil die schnellen H_3O^+ -Ionen durch langsamere Na^+ -Ionen „ersetzt“ werden. Nach dem Äquivalenzpunkt steigt die Leitfähigkeit durch die etwas weniger beweglichen OH^- -Ionen wieder an. Der Äquivalenzpunkt ergibt sich aus dem Schnittpunkt der beiden Regressionsgeraden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

2. Betrachtung des pH-Wertes

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

1. Es werden nur noch die H_3O^+ - und die OH^- -Ionen betrachtet.
2. 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.
3. 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
3. 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.

Prinzip:

Achtung: CASSY Lab wir seit 2010 nicht mehr unterstützt - Ein Upgrade auf CASSY Lab 2 kostet rund 400 €

1. Auswertung des Graphen für den pH-Wert

Auswertung: Äquivalenzpunkt / Halbäquivalenzpunkt (etwas geheimnisvoll?)

- ▶ **Im Diagramm** rechts **weitere Auswertungen** **Äquivalenzpunkt bestimmen**
- ▶ **Graphen** links gedrückt **von links nach rechts durch Abfahren markieren.**
- ▶ Äquivalenzpunkt und Halbäquivalenzpunkt werden automatisch berechnet und unten in der Statuszeile angezeigt

Beschriftung

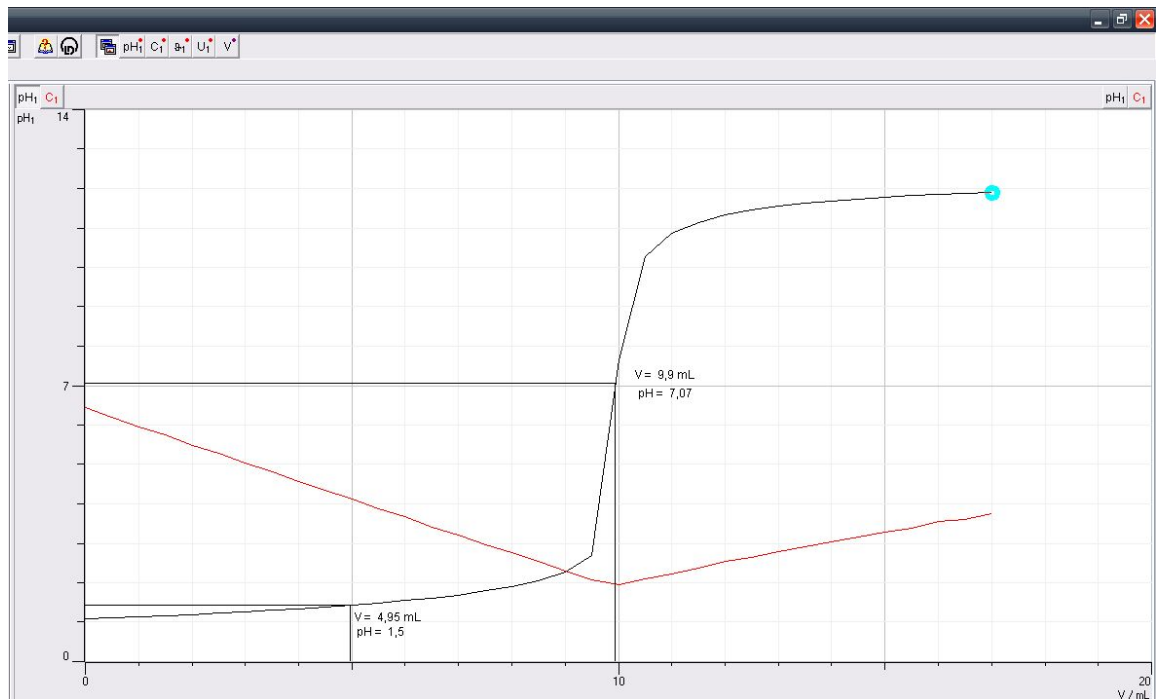
- ▶ **In den Graphen** rechts **Markierung setzen** **Text**
- ▶ **V = ... mL** **OK** An Maus gehefteten Textrahmen an die gewünschte Stelle schieben und
- ▶ **pH = ...** **OK** An Maus gehefteten Textrahmen an die gewünschte Stelle schieben und
- ▶ Wiederholung der Beschriftung für den pH-Wert im Äquivalenzpunkt und das Volumen und den pH-Wert im Halbäquivalenzpunkt

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

Auswertung

Teil 1

pH



Achtung: CASSY Lab wir seit 2010 nicht mehr unterstützt - Ein Upgrade auf CASSY Lab 2 kostet rund 400 €

2. Auswertung des Graphen für die elektrische Leitfähigkeit

Auswertung: Äquivalenzpunkt

Zur Auswertung des Leitfähigkeitsgraphen bietet sich die "Zweigeradenmethode" an:

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

- ▶ **In den Graphen** **rechts** **Anpassung durchführen** **Ausgleichsgerade**
- ▶ **In absteigenden Graphen** **links gedrückt** Bereich (färbt sich grün-gelblich) markieren.
- ▶ Unten in der Statuszeile erscheinen die Werte der Regressionsgeraden. Faktor A1 und Offset B1 notieren.
- ▶ **In den Graphen** **rechts** **Anpassung durchführen** **Ausgleichsgerade**
- ▶ **In aufsteigenden Graphen** **links gedrückt** Bereich (färbt sich grün-gelblich) markieren.
- ▶ Unten in der Statuszeile erscheinen die Werte der Regressionsgeraden. Faktor A2 und Offset B2 notieren.
- ▶ **Zu Fuß den Schnittpunkt** berechnen: $V_{\tilde{A}} = (B1-B2) / (A2-A1)$

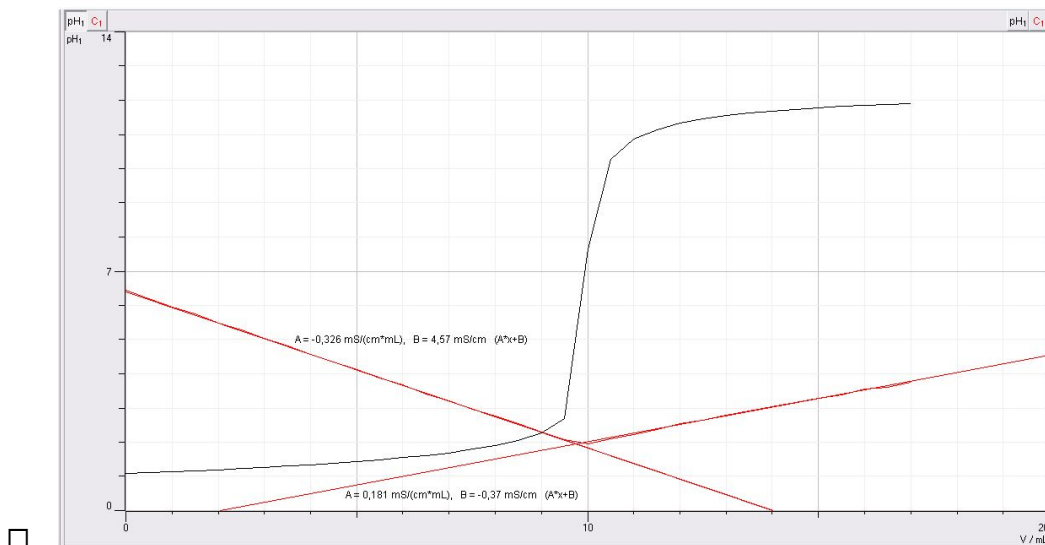
Rechenhilfe: CASSYlab Minimieren Am Computer bei Programme **Zubehör**
Rechner **Rechner wissenschaftlich**

Beschriftung

- ▶ **In den Graphen** **rechts** **Markierung setzen** **Text**
- ▶ **V = ... mL** **OK** An Maus gehefteten Textrahmen an die gewünschte Stelle schieben und

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

- ▶ **Alternativ** mit **Koordinaten anzeigen** eine **optische Auswertung** durchführen.



Aus-
wertung

Teil 2



Achtung: CASSY Lab wir seit 2010 nicht mehr unterstützt - Ein Upgrade auf CASSY Lab 2 kostet rund 400 €

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

Quick-

Einmal gespeicherte Einstellungen können für eine sofortige neue Messung benutzt werden

Start

- ▶ Zum Starten der Messung Icon **CASSY Lab** laden und mit **Taste F3** oder dem zweiten Icon von links **Icon Öffnen**, Datei (evtl. Ordner "Eigene Dateien / CASSY Messung" die Datei **N02a-6-1-QS.lab** laden und Fenster „Einstellungen“ **Schließen**
- ▶ Fenster „Messparameter“ **Schließen**
- ▶ **in Tabelle rechts** und **Letzte Messreihe löschen**
- ▶ Weiter, wie bei **Durchführung** beschrieben.:

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

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

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