

Arbeitsblatt zum chemischen Praktikum

Säure-Basen-Titration mittels
Potentiometrischer Endpunktbestimmung**Aufgabe**

Es soll die exakte Konzentration einer ausgegebenen Probelösung unter Zuhilfenahme eines potentiometrischen Indikatorsystems bestimmt werden. Hierbei soll die Messdatenerfassung auf digitalem Weg und die Auswertung der Daten über eine grafische Darstellung erfolgen.

Theoretische Grundlagen

Werden Säuren gegen Basen titriert und die Endpunktbestimmung dieser Titration soll auf elektronischen Weg erfolgen so ist die wohl am häufigsten angewendete Methode die der **Direktpotentiometrie**. Hierbei wird die Änderung des pH-Wertes unter Verwendung einer Glaselektrode über den gesamten Verlauf der Titration aufgezeichnet.

Die Glaselektrode besteht aus einem Glaskörper, der eine pH-Pufferlösung enthält, sowie einer inneren Bezugselektrode. Gewöhnlich wird die Silber/ Silberchlorid-Elektrode verwendet.

Potentiometrische Titration:

Bei der Potentiometrischen Titration taucht eine Indikatorelektrode (Glaselektrode) in eine Analysenlösung (ausgegebene Probelösung). Wird zu dieser Analysenlösung eine Reagenzlösung (genau bekannte Maßlösung) zugegeben so ist eine Potentialänderung, also eine Änderung des pH-Wertes, zu verzeichnen. Am Äquivalenzpunkt (Neutralpunkt), also wo gleichviel H^+ -Ionen wie OH^- -Ionen vorliegen, ändert sich der pH-Wert sprunghaft. Bei dieser Bestimmungsmethode ist ausschließlich die Potentialänderung von Bedeutung, und somit ist eine exakte Kalibrierung des Messsystems nicht unbedingt notwendig.

Die exakte Kalibrierung des Messsystems ist nur dann nötig, wenn Kenntnisse über das Reaktionsverhalten der beteiligten Reaktanden erzielt werden möchten.

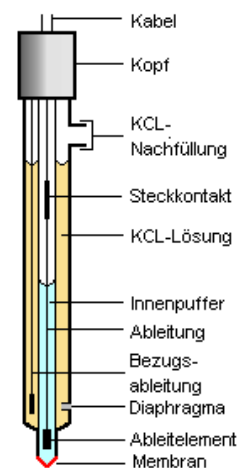


Abb. 1: pH-Glaselektrode

Das Mol:

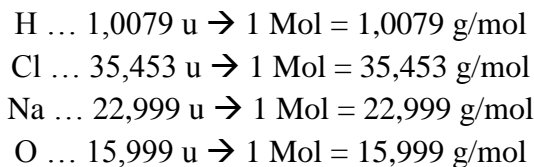
Das **Mol [M]** ist definiert als die **Stoffmenge [n]** einer Substanz die aus eben soviel einzelnen Atomen oder Molekülen besteht wie 12g des Kohlenstoff-Nuklides $^{12}_6\text{C}$ (= $6,022 \cdot 10^{23}$ Teilchen).

$6,022 \cdot 10^{23}$ Atome oder Moleküle einer Substanz \cong 1 Mol eines Stoffes

Das heißt:



Um die Masse von einem Mol eines Elementes zu bestimmen wird diese mit der Atommasse (abzulesen aus dem Periodensystem der Elemente) multipliziert.



Soll die molare Masse einer Verbindung bestimmt werden, so sind die Molmassen der einzelnen Elemente zu addieren.

Befindet sich genau 1 Mol einer Substanz gelöst in 1 L Lösung so spricht man von einer Lösung mit der **Konzentration [c]** 1 mol/L, oder einer 1-molaren Lösung (1 M NaOH; 1mol NaOH).

pH-Wert:

Der pH-Wert ist ein Maß für das saure oder alkalische Verhalten einer Lösung. Er ist definiert als der negative dekadische Logarithmus der H^+ -Ionenkonzentration.

$$\text{pH} = -\log_{10}(c_{\text{H}})$$

pH-Wert **kleiner** 7 \rightarrow saure Lösung

pH-Wert **gleich** 7 \rightarrow neutrale Lösung

pH-Wert **größer** 7 \rightarrow alkalische Lösung

Sind in einer HCl-Lösung 0,1 Mol HCl enthalten so sind 0,1 Mol H^+ -Ionen und 0,1 Mol Cl^- -Ionen vorhanden.



Da ausschließlich die Wasserstoff-Ionen (H^+) den pH-Wert bestimmen so kann dieser folgendermaßen berechnet werden:

$$\text{pH } 0,1 \text{ M } (\text{H}^+) = -\log(0,1) = -(-1) = 1$$

$$\text{pH } 0,01 \text{ M } (\text{H}^+) = -\log(0,01) = -(-2) = 2$$

Experimentelles

Arbeitsmaterialien

Analyselösung (Salzsäure, HCl), Reagenzlösung (0,1 mol/L Natronlauge, NaOH), 10 mL Vollpipette, 25 mL Bürette, Stativ mit Bürettenklammer, Pipettierhilfe (Peleusball), Indikatorsystem (Glaselektrode + pH-Meter), 100 mL Becherglas, Magnetrührer, Magnetührstäbchen, Pufferlösungen pH4, pH7 u. pH10,

Durchführung

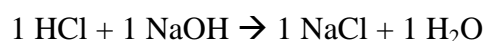
Zur exakten Konzentrationsbestimmung der Analysenlösung wird die ausgegebene Probe im Messkolben bis zur Marke, mit Deionat, aufgefüllt. Anschließend wird der Arbeitsbereich des Indikatorsystems bestimmt, indem die Pufferlösungen mit der Glaselektrode vermessen werden. Hierbei wird die Elektrode jeweils 1 min. in eine Pufferlösung unter homogenen Schwenken der Lösung gehalten. Nach Beenden der Angleichphase wird das Schwenken eingestellt, die Elektrode in der Pufferlösung belassen und nach 20 sec. der angezeigte Messwert des pH-Meters notiert. Die Elektrode wird mit Deionat abgespült und der Messvorgang wird mit den beiden nächsten Pufferlösungen wiederholt.

Nach dem Beenden der Arbeitsbereich-Bestimmung des Messsystems wird die Bürette mit der Reaktionslösung konditioniert. Für die Vermessung der unbekanntes Analysenlösung werden 10 mL aus dem Messkolben in das Becherglas pipetiert und mit so viel Deionat verdünnt, dass die Elektrode 3 cm tief in die Analysenlösung eintaucht. Das Becherglas wird auf den Magnetrührer gestellt, mit dem Magnetührstab versehen und die Elektrode in die Analysenlösung eingetaucht. Nach 20 sec. rühren wird der erste Messwert (pH-Wert) abgelesen.

Anschließend wird in 1-mL-Schritten die Reaktionslösung zugegeben und jeweils nach 20sec. der pH-Wert notiert. Ist der Äquivalenzpunkt erreicht so werden noch 5 weitere Messpunkte bestimmt und danach die Analyse abgeschlossen. Die Analyse wird ein zweites Mal wiederholt, wobei 1 mL vor und nach dem erwarteten Äquivalenzpunkt die Zugabeschritte der Reaktionslösung auf 0,2 mL reduziert werden.

Berechnungsgrundlage des Versuchs:

Die Reaktion von Natronlauge (NaOH) mit Salzsäure (HCl) verläuft in gleichen Teilen. Das heißt, dass 1 Teil NaOH und 1 Teil HCl zu einem Teil NaCl und einem Teil Wasser reagieren.



Aufgrund des Reaktionsverlaufes kann bestimmt werden wie viel HCl in der Analysenlösung vorhanden war. Die Menge an entnommener Probelösung, aus dem Messkolben, ist bekannt und somit kann die Gesamtmenge an ausgegebener Probe berechnet werden.

Stoffmengenkonzentration der Analysenlösung:

$$n = c * V$$

n ... Stoffmenge an HCl [mol]

c ... Konzentration der NaOH-Lsg. [mol/L]

V ... Volumen an Reaktionslösung [L]

Massenkonzentration der ausgegebenen Probe:

$$m = n * M$$

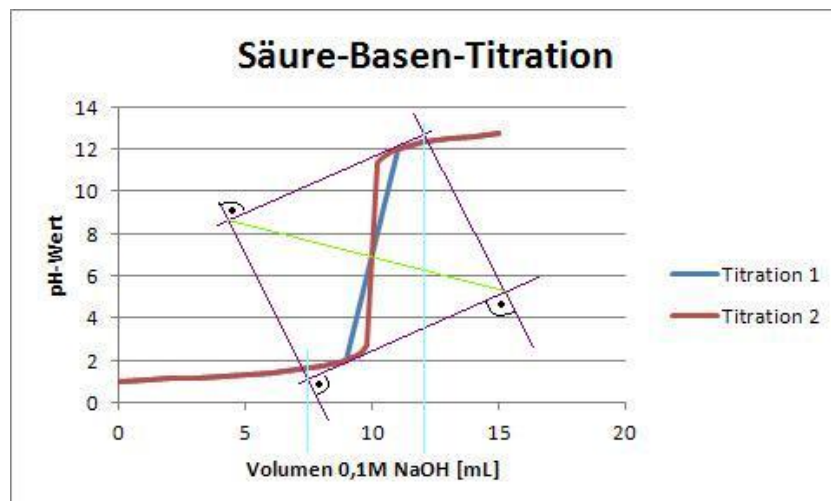
m ... Masse an HCl [g]

n ... Stoffmenge an HCl [mol]

M ... Molare Masse der HCl

Auswertung

- Angabe des Arbeitsbereiches des Indikatorsystems
- Grafische Darstellung der Titrationsverläufe in jeweils einer Excel-Kurve
- Auswertung des Äquivalenzpunktes mittels der Tangenten-Methode der letzten Titration
- Overlay der einzelnen Titrationskurven in einer Excel-Grafik
- Angabe der Masse an HCl in der Ausgegebenen Probe in g



Literatur

- Matthias Otto, Analytische Chemie, Wiley-VCH, Weinheim 2006