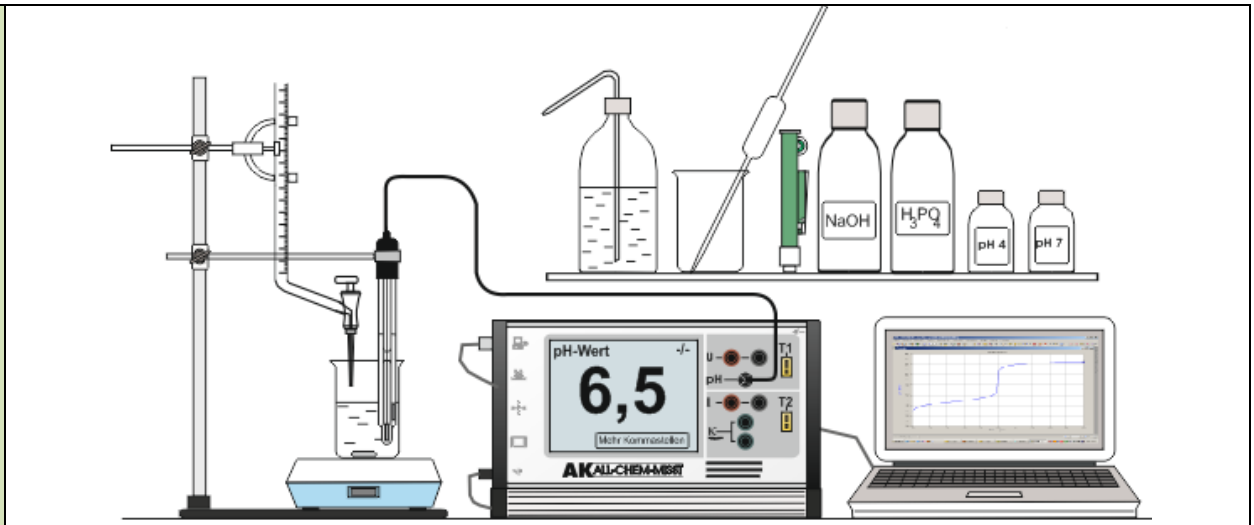




Prinzip

Phosphorsäure wird mit Natronlauge titriert. Durch Ermittlung eines Äquivalenzpunktes lässt sich der Gehalt der Säure berechnen, durch Ermittlung der Halbäquivalenzpunkte die pKs- Werte.

Aufbau
und
Vorbereitung



Benötigte Geräte

- ALL-CHEM-MISST II oder ACM Junior
- Netzteil / USB-Anschlusskabel
- Computer
- pH-Elektrode
- Spülbecherglas, 250 mL
- Pipette, 10 mL
- Pipettierhilfe

- Bürette, 50 mL
- Becherglas, 100 mL
- Titrierstativ
- Muffe
- Greifklemme, klein
- Magnetrührer
- Rührfisch

Verwendete Chemikalien

- Natronlauge (c = 1 mol/L)
- Phosphorsäure (c = 1 mol/L)
- destilliertes Wasser
- Evtl. Pufferlösung, pH = 7
- Evtl. Pufferlösung, pH = 2

Vorbereitung des Versuchs

- ▶ **Geräte** entsprechend der Zeichnung bereitstellen und aufbauen.
- ▶ **10 mL Phosphorsäure** (bzw. Analysenlösung) mit der Pipette **in das Becherglas** geben.
- ▶ **Rührfisch dazugeben** und **Becherglas auf den Magnetrührer** stellen.
- ▶ **Bürette mit Natronlauge** spülen und füllen. Auf die Nullmarkierung einstellen.
- ▶ **pH-Elektrode** in halb mit **Leitungswasser** gefülltes **Spülbecherglas** stellen.
- ▶ **ALL-CHEM-MISST II** mit **USB-Kabel** an **Computer** anschließen.
- ▶ pH- Elektrode in die entsprechende pH-Buchse stecken.

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) pH** **Weiter** Abfrage „pH-Wert kalibrieren?“: **Ja**
- ▶ **Abfrage: ‚pH Wert kalibrieren‘** **Ja** (bei „nein“ grünen Kästen‘ überspringen!)
- ▶ Zwei unterschiedliche Pufferlösungen bereithalten!
- ▶ Anleitung gelesen, jetzt beginnen und abhaken
- ▶ Elektrode gespült und in Pufferlösung z.B. pH=7 getaucht
- ▶ pH-Wert 1 (Etikett) (bestätigen oder ändern) **z.B. 7**
- ▶ Warten bis Driftanzeige „stabil“, dann Puffer bestätigen
- ▶ Elektrode gespült und in 2. Pufferlösung z.B. pH=2 getaucht
- ▶ 2. pH-Wert (Etikett) (bestätigen oder ändern) **z.B. 2**
- ▶ Warten bis Driftanzeige „stabil“, dann Puffer bestätigen
- ▶ Abschließen der Kalibrierung mit **Akzeptieren**
- ▶ **Auf welche Weise möchten Sie messen: Volumen** dann: **Tastatur**,
Volumenintervall: 0,5 mL, Gesamtvolumen: 40,0 mL, x-Komma 1
- ▶ **Darstellung der Kanäle im Graphen: pH-Wert** **y-Untergrenze im Graphen 0**



y-Obergrenze 14 y-Nachkomma 1 – Bestätigen mit Akzeptieren dann Weiter

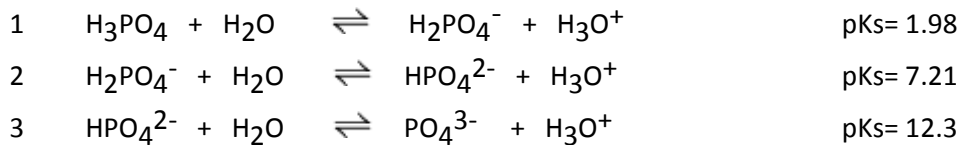
Durchführung

- ▶ pH-Elektrode am Stativ befestigen. Der Rührfisch darf beim Drehen die Elektrode nicht berühren.
- ▶ 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 'Leer'-Taste oder **Maus speichern**.
- ▶ Zum Beenden Messung beenden drücken.
- ▶ Projektname eingeben (hier: Beispiel) Mein erstes Projekt und Akzeptieren

Auswertung

Auswertung des Versuches 1. Gehaltsbestimmung

Prinzip: Die Reaktion der Phosphorsäure mit Wasser verläuft in drei Stufen nach folgenden Gleichungen



Im Äquivalenzpunkt gilt: $n(\text{Säure}) = n(\text{Base})$ also $c(\text{Säure}) \cdot V(\text{Säure}) = c(\text{Base}) \cdot V(\text{Base})$

Im ersten Äquivalenzpunkt:
$$c(\text{H}_3\text{PO}_4) = \frac{c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH})}{V(\text{H}_3\text{PO}_4)}$$

Theorie

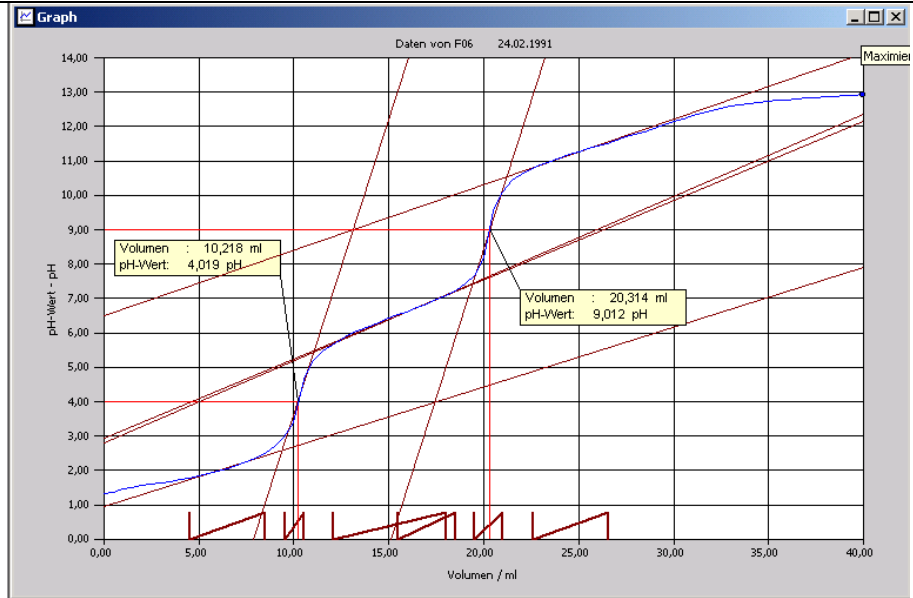
Die entsprechende Neutralisation der Phosphorsäure erfolgt ebenfalls in drei Stufen, in denen, besonders in der Nähe der Halbäquivalenzpunkte, jeweils zunächst der pH-Wert nur geringfügig steigt. In der Nähe der Äquivalenzpunkte steigt der pH-Wert bei Zugabe der Hydroxidionen stärker. Der dritte Äquivalenzpunkt ist wegen des sehr hohen pKs-Wertes nicht mehr als "Sprung" in der Kurve zu erkennen.

Bestimmung am Computer 1. Äquivalenzpunkt

- ▶ Hauptmenü: **AK Analytik 11** Start Messung Favoriten **Auswerten** Hinzufügen 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

2. Äquivalenzpunkt

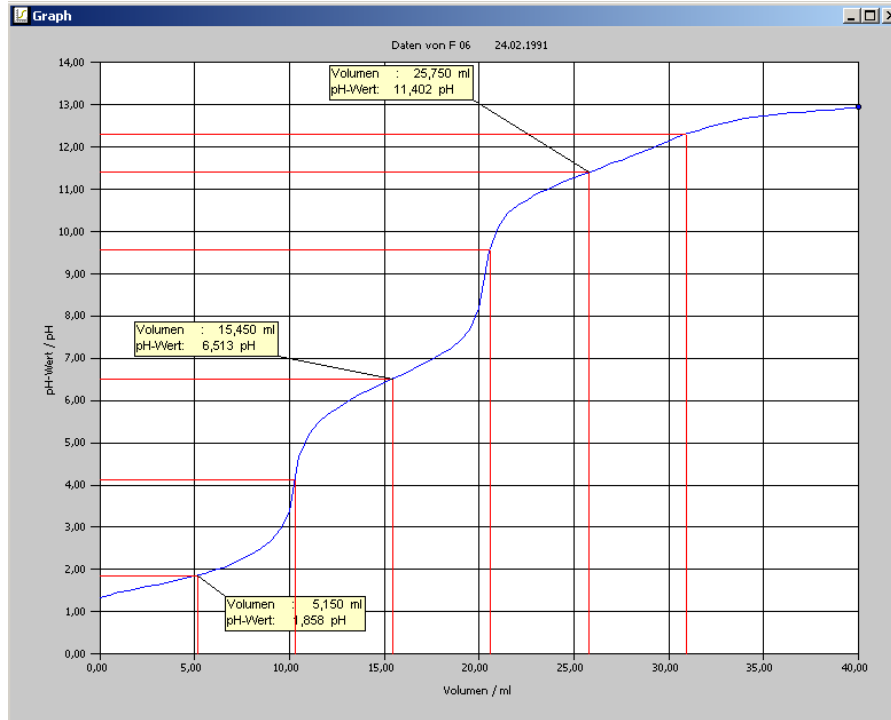
- ▶ Hauptmenü: **AK Analytik 11** Start Messung Favoriten **Auswerten** Hinzufügen Drei-Geraden-Methode
- ▶ Folgen Sie den Anweisungen (mit 'Abhaken') **1.** für die **Vorperiode**, **2. Hauptperiode** und **3. Nachperiode**
- ▶ Zur Prüfung des Ergebnisses Koordinaten Zeichnen dann Konzentration berechnen
- ▶ Akzeptieren und Beschriften (evtl. Position ändern) und Fertig





Weitere Möglichkeit über die Steigung (1.Ableitung)

- ▶ Hauptmenü: **AK Analytik 11** Start Messung Favoriten **Auswerten** Hinzufügen **Äquivalenzpkte. 1.Abl.**
- ▶ Abbruchgrenze: **0,662** und **Akzeptieren**
- ▶ Zur Prüfung des Ergebnisses **Zeichnen** dann **Beschriften** (evtl. Position ändern) und **Fertig**



Bestimmung der pKs-Werte

Prinzip: Für die erste Stufe der Phosphorsäure gilt folgende Puffergleichung

$$\text{pH} = \text{pKs} - \log \frac{c(\text{H}_3\text{PO}_4)}{c(\text{H}_2\text{PO}_4^-)}$$

Im Halbäquivalenzpunkt sind die Konzentrationen der Säure und ihrer korrespondierenden Base gleich und es gilt:

$$\text{pH} = \text{pKs}$$

Man muss sich vorher die Äquivalenzpunkte bestimmen lassen und sie notiert haben!

- ▶ 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: 10,22 mL Stützpunkte: 40** und **Berechnen**
- ▶ **Akzeptieren** **Koordinaten Zeichnen** und **Beschriften** (evtl. Position ändern) und **Fertig**

Für die zweite Stufe der Phosphorsäure gilt folgende Puffergleichung

$$\text{pH} = \text{pKs} - \log \frac{c(\text{H}_2\text{PO}_4^-)}{c(\text{HPO}_4^{2-})}$$

- ▶ Auswerten im Hauptmenü **AK Analytik 11** Start Messung Favoriten **Auswerten** Hinzufügen
- ▶ **Halbäquivalenzpunkt** (**Achtung: es folgen Beispielwerte:!**)
- ▶ **Linker x-Wert: 10,22 mL, Rechter x-Wert: 20,3 mL Stützpunkte: 40** und **Berechnen**
- ▶ **Akzeptieren** **Koordinaten Zeichnen** und **Beschriften** (evtl. Position ändern) und **Fertig**



Für die dritte Stufe der Phosphorsäure gilt folgende Puffergleichung

$$\text{pH} = \text{pKs} - \log \frac{c(\text{HPO}_4^{2-})}{c(\text{PO}_4^{3-})}$$

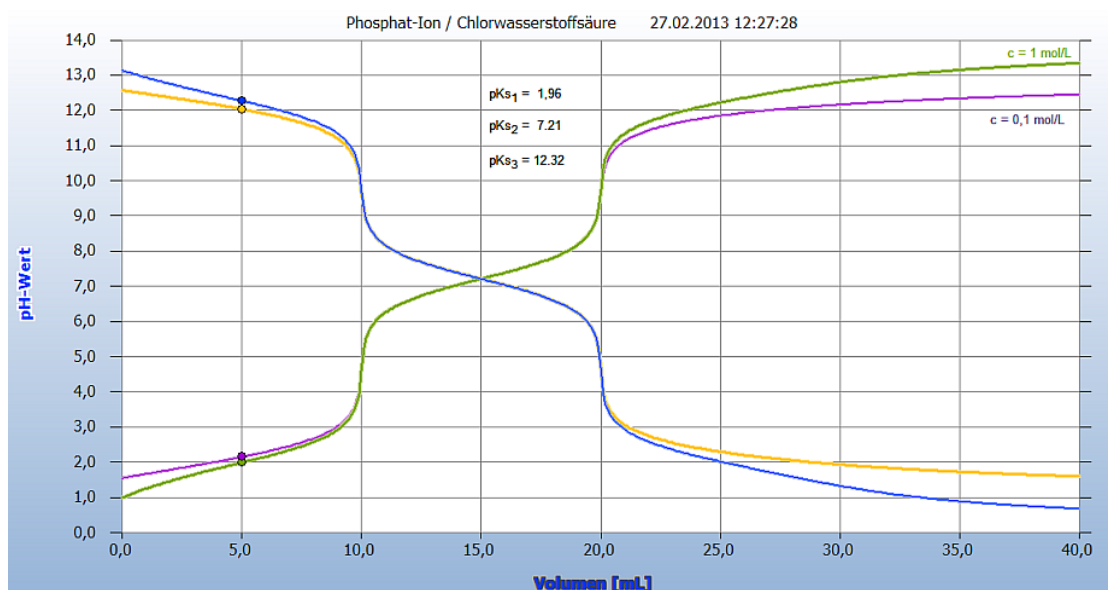
- ▶ Auswerten im Hauptmenü **AK Analytik 11** Start Messung Favoriten **Auswerten** Hinzufügen
- ▶ **Halbäquivalenzpunkt** (Achtung: es folgen **Beispielwerte**!)
- ▶ **Linker x-Wert:** **20,3** mL, **Rechter x-Wert:** **30,5** mL **Stützpunkte:** **40** und **Berechnen** und **Akzeptieren** **Koordinaten Zeichnen** und **Beschriften** (evtl. Position ändern) und **Fertig**

Tipp

- ▶ Für die Bestimmung des ersten pKs- Wertes ist es wichtig, dass die Konzentration der Säure groß genug ist und so der "Start-pH- Wert" nicht schon oberhalb des ersten pKs- Wertes liegt.
- ▶ Will man einen pH-Sprung im 3. Äquivalenzpunkt sehen, so muss man den umgekehrten Weg gehen und Natriumphosphat z.B. mit Salzsäure titrieren. Dann allerdings kann man den dritten Äquivalenzpunkt (im sauren Gebiet) nicht erkennen. Den Graphen können Sie über den Menüpunkt „Simulieren“ erstellen.

Simulieren einer Titration

- ▶ **AK Analytik 11** Start Messung Favoriten **Auswerten** **Hinzufügen** **pH-Kurve** Vorlage: **Säure**
- ▶ Vorlage: **Phosphorsäure** Konzentr.(mol/L): **1** bzw. **0.1** Volumen (mL): **10**
- ▶ Titrierm.: **Natronlauge** Konzentr.(mol/L): **1** Volumen Anfang (mL): **0** Ende(mL): **40**
- ▶ **Akzeptieren** **Neue Datenreihe** **In neuen Graphen einzeichnen** **Akzeptieren**
- ▶ **AK Analytik 11** Start Messung Favoriten **Auswerten** **Hinzufügen** **pH-Kurve** Vorlage: **Base**
- ▶ Vorlage: **Phosphation** Konzentr.(mol/L): **1** bzw. **0.1** Volumen (mL): **10**
- ▶ Titrierm.: **Salzsäure** Konzentr.(mol/L): **1** Volumen Anfang (mL): **0** Ende(mL): **40**
- ▶ **Akzeptieren** **Neue Datenreihe** **In aktuellen Graphen einzeichnen** **Akzeptieren**



Beachten:



Entsorgung

Abguss nach Neutralisation

Literatur

F. Kappenberg; Computer im Chemieunterricht 1988, S. 85, Verlag Dr. Flad, Stuttgart