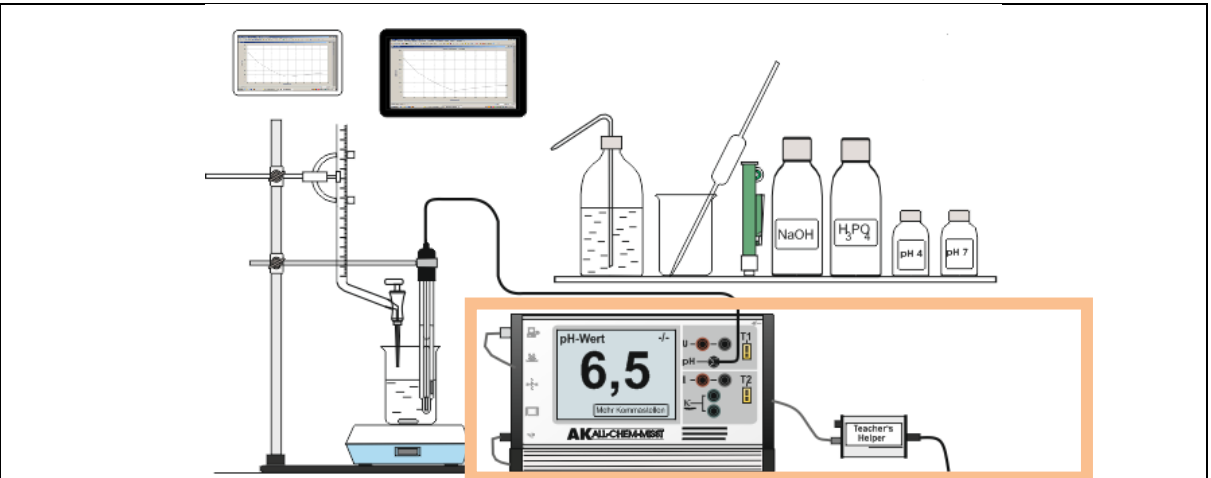




Prinzip

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

Eins der folgenden Geräte:

- a) ALL-CHEM-MISST II o. Junior -Netzteil
- b) ACM I / USB-Adapter / Netzteil
- c) AK MultiAdapter pH/L
- d) Vernier Go!link + EA-BTA o. PH-BNC
- e) Greisinger GMH 35XX / SS-Adapter)
- f) LD Mobile Cassy+pH- o. Chemie-Modul
- pH-Elektrode
- Spülbecherglas, 250 mL

- Pipette, 10 mL
- Bürette, 50 mL
- Pipettierhilfe
- Becherglas, 100 mL
- Titrierstativ
- Muffe
- Greifklemme, klein
- Magnetrührer
- Rührfisch
- Natronlauge (c = 1 mol/L)
- Phosphorsäure (c = 1 mol/L)
- destilliertes Wasser
- Salzsäure (c = 0,1 mol/L) oder zum Kalibrieren
- Evtl. Pufferlösung, pH = 4
- Evtl. Pufferlösung, pH = 7

Vorbereitung des Versuchs

- ▶ **Geräte** entsprechend der Zeichnung (hier als Beispiel All-Chem-Misst II dargestellt) bereitstellen.
- ▶ **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.
  - pH-Elektrode in die entsprechende pH-Buchse stecken.

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 ...
- ▶ Im erscheinenden Bild können die Menüicons neben- oder (bei kleinen Bildschirmen) untereinander angeordnet sein.
- ▶ Anschluss und Einschalten der Messgeräte: Den Teacher's Helper (TH) mit Strom versorgen!
  - a) ACM II oder ACM II Junior mit Netzteil verbinden, dann **nach 7 s!!** über USB mit TH verbinden
  - b) ALL-CHEM-MISST I mit Netzteil u. über USB-A. mit TH verbinden. Linker Drehschalter in Stellung „pH“.
  - c) AK MultiAdapter pH/L bzw. d) Vernier Go!Link mit Messmodul und über USB mit TH verbinden
  - e) Greisinger GMH 35XXX über USB-Schnittstellenkonverter mit TH verbinden und mit „**ON**“ anschalten Ein pH-Wert muss zu sehen sein! Evtl. Fehler vorher beheben!
  - f) LD Mobile Cassy per USB mit Messmodul und TH verbinden und mit „**Menü**“ anschalten oder Netzteil anschließen. Ein pH-Wert muss zu sehen sein – sonst mit den Tasten „pH“ 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:**  **pH-Wert (pH)**  **OK**
- ▶ **Konfiguration-Methode** y-Achse **pH Min**  **0,0** pH und **Max**  **14,0** pH  
Nachkomma  **1** und Linie  **ja**
- ▶  **x-Achse: Volumen (auf Tastendruck)**  
x-Achse Vol. Intervall  **0,5** mL und Vol. Max  **40,0** mL  
Nachkomma

**Kali-  
brieren  
mit dem  
Programm**

- ▶ **pH-Kalibrieren** antippen und bei 2-Punkt-Kalibrierung **Kalibrieren**
- ▶ Oben rechts steht der aktuelle pH- Wert.
- ▶ Elektrode spülen, -> in **Salzsäure (c=0,1mol/L)** stellen, pH-Wert  **1** eingeben,
- ▶ nach Messwertberuhigung **Übernehmen** tippen
- ▶ Elektrode spülen, -> in **Natronlauge (c=0,1mol/L)** stellen, pH-Wert  **13** eingeben
- ▶ nach Messwertberuhigung **Übernehmen** tippen
- ▶ Umrechnung starten mit **Kalibrieren** und Erfolg bestätigen mit **OK**
- ▶ Mit weiterem **OK** wird der Messbildschirm aufgebaut und Werte werden angezeigt.

**Durch-  
führung**

- ▶ pH-Elektrode am Stativ befestigen. Der Rührfisch darf beim Drehen die Elektrode nicht berühren.
- ▶ 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)  **F06 User** und  **OK**

**Excel-  
Export**

- ▶ Icon oben links und **Datenreihen exportieren** wählen
- ▶ Unter ‚Datenreihen Speichern‘ Projekt  **F06 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"  **F06 User** direkt auswählen und →anklicken

**Auswertung des Versuches 1. Gehaltsbestimmung**

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

$$\begin{array}{lcl}
 1 & \text{H}_3\text{PO}_4 + \text{H}_2\text{O} & \rightleftharpoons \text{H}_2\text{PO}_4^- + \text{H}_3\text{O}^+ & \text{pKs}= 1.98 \\
 2 & \text{H}_2\text{PO}_4^- + \text{H}_2\text{O} & \rightleftharpoons \text{HPO}_4^{2-} + \text{H}_3\text{O}^+ & \text{pKs}= 7.21 \\
 3 & \text{HPO}_4^{2-} + \text{H}_2\text{O} & \rightleftharpoons \text{PO}_4^{3-} + \text{H}_3\text{O}^+ & \text{pKs}= 12.3
 \end{array}$$

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.

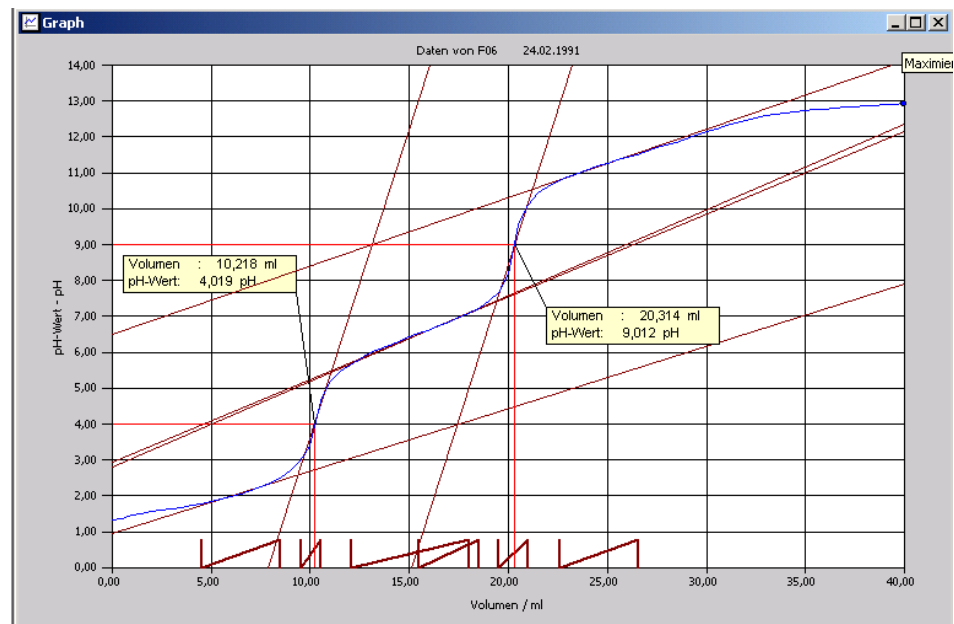


### Bestimmung am Tablet 1. Äquivalenzpunkt

- ▶ Icon 'Auswerten' (3. von links) **Drei-Geraden-Methode** antippen
- ▶ 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.

### 2. Äquivalenzpunkt

- ▶ 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.



### 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:

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

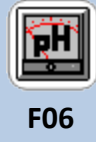
Man muss sich vorher die Äquivalenzpunkte bestimmen lassen und sie notiert haben!

- ▶ Icon 'Auswerten' (3. von links) **Halbäquivalenzpunkt** antippen
- ▶ **(Achtung: es folgen Beispielwerte:!)**
- ▶ In den Graphen zwischen  $x = 0$  ml und  $x = 10,22$  ml tippen
- ▶ Das Ergebnis erscheint im **gelben Kästchen** - (evtl. Position ändern)

Für die zweite Stufe der Phosphorsäure gilt folgende Puffergleichung

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

- ▶ **Halbäquivalenzpunkt** **(Achtung: es folgen Beispielwerte:!)**



- ▶ Linker x-Wert:  mL, Rechter x-Wert:  mL Stützpunkte:  und
- Für die dritte Stufe der Phosphorsäure gilt folgende Puffergleichung

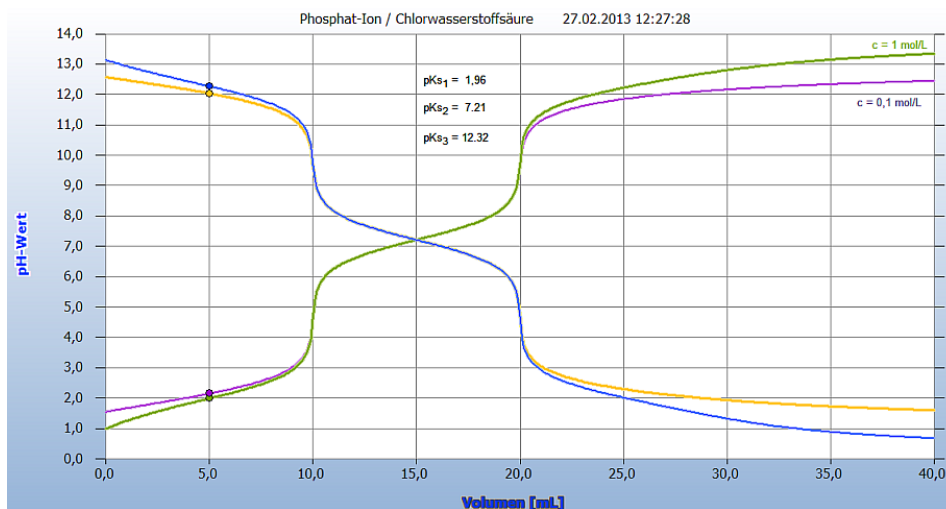
$$\text{pH} = \text{pKs} - \log \frac{c(\text{HPO}_4^{2-})}{c(\text{PO}_4^{3-})}$$

- ▶ **Halbäquivalenzpunkt** (Achtung: es folgen Beispielwerte:!)
  - ▶ Linker x-Wert:  mL, Rechter x-Wert:  mL Stützpunkte:  und

- Tip**
- ▶ 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

- ▶ Icon 'Simulieren' (4. von links **pH-Kurve**)
- ▶ **pH-Kurve** Vorlage: **Säure**
- ▶ Vorlage:  Konzentr  (mol/L). Hier ermittelte Konzentration nehmen!  
Volumen:  (mL)
- ▶ Titrierm.:  Konzentr:  (mol/L)  
Volumen Anfang (mL):  Ende(mL):
- ▶ Icon 'Simulieren' (4. von links **pH-Kurve**)
- ▶ **pH-Kurve** Vorlage: **Säure**
- ▶ Vorlage:  Konzentr  (mol/L). Hier ermittelte Konzentration nehmen!  
Volumen:  (mL)
- ▶ Titrierm.:  Konzentr:  (mol/L)  
Volumen Anfang (mL):  Ende(mL):



Beachten:



Entsorgung

Abguss nach Neutralisation

Literatur

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