

Stephanie [REDACTED]
BTA-UH 1
Gruppe A
Partner: J. [REDACTED]

Versuch vom 31.10.
und 14.11.2001

„Titration I“

(Berechnungen bei der Säure-Base-Titration)

Biochemisches Praktikum

Berufskolleg Kartäuserwall
Kartäuserwall 30, Köln

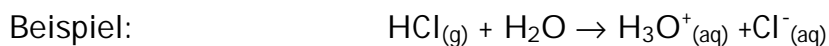
bei: Fr. Ulrike Schlicher

Ansetzen einer Oxalsäurelösung
Bestimmung der Äquivalenzmasse der Säure
und des Titers der Base

Theorie / Prinzip des Versuchs

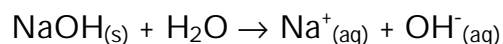
In diesem Versuch wollen wir die Konzentration einer Säure mit Hilfe einer uns bekannten Base durch Titration bestimmen. Titrieren ist das tropfenweise Hinzugeben einer Maßlösung in eine zu untersuchende Lösung, wodurch letztere neutralisiert wird. Hierzu betrachten wir erst einmal das *Arrhenius-Konzept* der Säuren und Basen:

Eine Säure ist hiernach ein Stoff, der unter Bildung von H_3O^+ -Ionen (= *Oxonium-Ion*) dissoziiert, wenn er in Wasser gelöst wird. Jedes Ion der Lösung ist hydratisiert, was man auch so ausdrücken kann: $\text{H}^+_{(\text{aq})}$. Eine Säure ist also immer ein *Protonendonator*, da H^+ -Ionen nur noch aus einem einzelnen Proton bestehen und nicht von Elektronen umgeben sind.

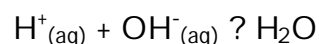


Eine Base hingegen ist eine Substanz, die Hydroxid-Ionen enthält oder beim Lösen in Wasser hydratisierte $\text{OH}^-_{(\text{aq})}$ -Ionen bildet. Sie ist der *Protonenakzeptor*.

Beispiel:



Die Stärke einer Säure oder Base hängt davon ab, in welchem Ausmaß die Verbindung im Wasser dissoziiert: eine starke Säure / Base dissoziiert vollständig. Die Reaktion einer Säure mit einer Base nennt man *Neutralisation*. Die Reaktionsprodukte sind *Salze*, die ihr Kation von der Base und ihr Anion von der Säure haben. Die Netto-Ionengleichung für eine Neutralisationsreaktion ist:



Die Neutralisationsreaktion erzielt man durch Titration. Hier unterscheidet man zwei Arten von Titration: zum einen die *acidimetrische Titration*, bei der man eine Base unbekannter Konzentration mit einer bekannten Säure bestimmt, zum anderen die *alkalimetrische Titration*, bei der man die Base genau kennt und die Konzentration der Säure bestimmen will. Die bekannten Lösungen nennt man *Maßlösungen*. Mit Hilfe von Indikatoren kann man den gewünschten Endpunkt der Titration farblich sichtbar machen. Für die Neutralisationsreaktion benötigt man das Neutralisations-Äquivalent, welches bei einem pH-Wert von 7 liegt. Aus dem bei der Titration verbrauchten Volumen der Maßlösung lässt sich dann die Konzentration der zu untersuchenden Lösung berechnen.

Bei solchen Maßanalyse-Versuchen muss man sehr genau arbeiten, braucht also genaue

Messgeräte. Zum Wiegen verwendet man eine Analysenwaage, zum Abmessen von Flüssigkeiten gibt es unterschiedlich *Volumenmessgeräte*. Man unterscheidet hier zwei Arten:

⊗ analytische: Sie haben einen Fehler von ca. 0,1 bis 0,15% - sind also ziemlich genau. Es gibt z.B. Messkolben, die auf Einfüllen geeicht sind und Vollpipetten, die auf Auslauf geeicht sind.

⊗ präparative: Der Fehler liegt hier mit 0,5 bis 0,8% um einiges höher. Solche Gefäße sind z.B. Messzylinder, die auf Einfüllen geeicht sind oder Messpipetten, die auf Auslauf geeicht sind. Laborgeräte und speziell Volumenmessgeräte sind in der Regel auf 20°C, also Raumtemperatur geeicht.

Die Genauigkeit der Geräte alleine genügt aber noch nicht aus. Man muss auch noch exakt ablesen können. Aufgrund der Oberflächenspannung und der Eigenschaften von Flüssigkeiten steht die Flüssigkeit in einem Gefäß am Rand immer etwas höher als in der Mitte des Gefäßes. Man hat daher einheitlich festgelegt, dass Ablesungen unterhalb der Krümmung, also am unteren Rand des *Meniskus* stattfinden sollen.

Versuchsteil 1: Bestimmung der Äquivalenzmasse

Material

Geräte: 4 Erlenmeyerkolben, 250 ml von Schott
Messkolben, 100 ml von
Bürette, 50 ml ? 0,075 von Superior
Vollpipette 25 ml ? 0,06 von Fortuna
Analysenwaage, max. 210 g von Faust
Stativ
Wägeschälchen
Spatel

Untersuchungsmaterial: - / -

Chemikalien: Oxalsäure-Dihydrat, $C_2H_2O_4$, p.a., Merck, R21/22, S24/25
Natronlauge, NaOH, 0,1 mol/l, Merck, R35
Phenolphthalein, 0,1 %ig, ethanolisch
Aqua dest.

Durchführung

- Herstellung einer 0,1 molaren Oxalsäurelösung aus 1,261g Oxalsäure-Dihydrat in 100 ml Aqua dest. im Messkolben, gut durchmischen
- mit der Vollpipette 4x 25 ml in die Erlenmeyerkolben verteilen und mit 100 ml

Aqua dest. verdünnen (Parallelproben)

- als Indikator 3-5 Tropfen farbloses Phenolphthalein hinzugeben und die Lösung nochmals gut durchmischen
- Bürette mit 0,1 molarer Natronlauge durchspülen und titrieren, bis der Indikator nach pink umschlägt
- verbrauchtes Volumen der Maßlösung ablesen
- Berechnung der Äquivalenzmasse (die mit 1ml der Maßlösung reagiert)

Ergebnisse

Verbrauch 0,1 molarer Natronlauge für 25/100 Aliquot (Teilprobe):

50,75 ml

50,80 ml

50,55 ml

Durchschnitt: **50,70 ml**

Rechnung

1. Reaktionsgleichung: $2 \text{NaOH} + \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \rightarrow 2 \text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

d.h. 2 mol NaOH reagieren mit 1 mol $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$

→ 1 mol NaOH reagiert mit 0,5 mol $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$

2. Stoffmenge n:

$$c = n / V \text{ [mol/l]}$$

c = Konzentration der Maßlösung: 0,1 mol/l

V = Volumen, das mit 1 ml reagiert: 0,5 ml

→ $n = c \cdot V$

$$n = 0,1 \text{ mol/l} \cdot 0,5 \text{ ml}$$

$$n = 0,1 \text{ mmol/ml} \cdot 0,5 \text{ ml}$$

$$n = 0,05 \text{ mmol}$$

d.h. 1 mol 0,1 molare NaOH reagiert mit 0,05 mmol $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$

3. molare Masse m:

$$M = m / n \text{ [g/mol]}$$

M = Molgewicht der Oxalsäure: 126,1 g/mol

→ $m = M \cdot n$

$$m = 126,1 \text{ g/mol} \cdot 0,05 \text{ mmol}$$

$$m = 126,1 \text{ mg/mol} \cdot 0,05 \text{ mmol}$$

$$m = 6,305 \text{ mg}$$

d.h. die Masse von 0,05 mmol $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ beträgt 6,305 mg

→ diese Masse entspricht der

4. Äquivalenzmasse:

1,00 ml 0,1 molare NaOH reagiert mit 6,305 mg $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$

50,70 ml " " " " ? mg $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$

$$m_{(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)}/25\text{ml} = 50,70 \cdot 6,305 \text{ mg}$$

$$= 319,664 \text{ mg}$$

$$\begin{aligned}
 \rightarrow m_{(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)}/100 \text{ ml} &= 319,664 \text{ mg} * 4 \\
 &= 1278,66 \text{ mg} \quad | :1000 \\
 &= \underline{\underline{1,279 \text{ g}}}
 \end{aligned}$$

In der Gesamtprobe von 100 ml Oxalsäurelösung befinden sich nach den Berechnungen 1,279 g $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

(Fehler-) Diskussion

Einwaage:	1,261g
berechnete Einwaage:	1,279g
\rightarrow absolute Abweichung:	0,018g
relative Abweichung:	$0,018\text{g} / 1,261\text{g} * 100$
	= 1,43 %

Die Abweichung der Menge an $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, die ich zum Ansetzen der Säure eingewogen habe und der Menge, die ich aus den Ergebnissen der Titration nachher berechnet habe, ist relativ hoch. Da ich die Säure sehr gewissenhaft angesetzt habe und gründlich geschüttelt habe, kann der Fehler eigentlich nur aus unsauberem Titrieren resultieren. Bei einer der Proben wurde ich genau in dem Moment, als der Indikator umschlug, gestört und abgelenkt. Dadurch ist dieser Wert natürlich nicht mehr exakt und verfälscht den Durchschnitt.

Versuchsteil 2: Bestimmung der Konzentration der Maßlösung bzw. des Titers

Material

Geräte: 3 Erlenmeyerkolben, 250 ml von Schott
 Bürette, 50 ml ? 0,075 von Superior
 Analysenwaage, max. 210 g von Faust
 Stativ
 Wägeschälchen

Spatel

Untersuchungsmaterial: - / -

Chemikalien: Oxalsäure-Dihydrat, $C_2H_2O_4$, p.a., Merck, R21/22, S24/25
Natronlauge, NaOH, 0,1 mol/l, Merck, R35
Phenolphthalein, 0,1 %ig, ethanolisch
Aqua dest.

Durchführung

- 3 Mal ca. 0,12 g Oxalsäure-Dihydrat einwiegen
- den theoretischen Verbrauch aus der eingewogenen Menge berechnen
- Einwaage in drei Erlenmeyerkolben überführen, mit Aqua dest. auf ca. 100ml auffüllen und lösen
- 3 - 5 Tropfen Indikator zugeben (Phenolphthalein)
- abschließend nochmal gut durchmischen
- mit ~ 0,1 molarer NaOH titrieren

Ergebnis

Einwaage: 0,1275 g (für alle 3 Proben)

praktischer Verbrauch: a) 20,55 ml
b) 20,35 ml
c) 20,50 ml

Rechnung

theoretischer Verbrauch: 0,2522 g → 40,00 ml (ist bekannt!)
0,1261 g → 20,00 ml | :0,1261 *0,1275

0,1275 g → 20,22 ml

Theoretisch müssten für die Neutralisation 20,22 ml Natronlauge verbraucht werden.

Titer: $t = \text{theoretischer Verbrauch} / \text{praktischer Verbrauch}$

$$t_a: 20,22 \text{ ml} / 20,55 \text{ ml} = 0,984$$

$$t_b: 20,22 \text{ ml} / 20,35 \text{ ml} = 0,994$$

$$t_c: 20,22 \text{ ml} / 20,50 \text{ ml} = 0,986$$

$$t = (0,984 + 0,994 + 0,986) / 3 = \underline{\underline{0,988}}$$

Konzentration:

$$C(\text{NaOH}) = C(\text{NaOH}) * t$$

$$C(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol} / \text{l} * 0,988$$

$$= 0,099 \text{ mol / l}$$

(Fehler-) Diskussion

Die von mir ermittelte Konzentration der Natronlauge weicht nur minimal (1/100) von der Vorgabe von 0,1 mol/l ab.