

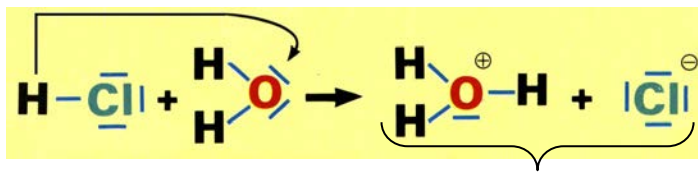
Bestimmung des Essigsäuregehalts von Speiseessig mittels Titration

Einführung

Säure-Base-Reaktion

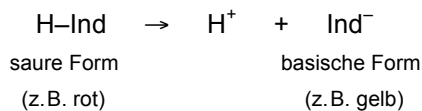
Eine Säure ist ein Teilchen, welches ein Wasserstoffion (H^+) abgeben kann. Das Teilchen, welches das H^+ aufnimmt, heisst Base. Dabei liegt das H^+ nie isoliert vor, sondern schlüpft direkt von der doppelt besetzten Elektronenwolke eines Atoms in eine doppelt besetzte Elektronenwolke eines anderen Atoms. Ein solcher Vorgang heisst Säure-Base-Reaktion oder Protolyse (vgl. auch Skript 'Protolysen', S. 1/2).

Das Lösen von Chlorwasserstoff in Wasser ist eine Säure-Base-Reaktion, wobei der Chlorwasserstoff als Säure, Wasser als Base fungiert:



Chlorwasserstoff	Wasser	Salzsäure	
HCl (g)	H ₂ O (l)	H ₃ O ⁺ (aq)	Cl ⁻ (aq)
(Säure)	(Base)	Hydronium-Ion	Chlorid (Säurerest)

Säuren bilden – wie im obigen Beispiel HCl – in der Reaktion mit der Base Wasser saure Lösungen, für deren Charakteristik Hydronium-Ionen (H_3O^+) verantwortlich sind. Die Bildung von sauren Lösungen können wir mit pH-Indikatoren verfolgen. pH-Indikatoren (abgekürzt: H-Ind) sind selbst Säuren respektive Basen. Die Besonderheit liegt darin, dass die saure Form eine andere Farbe als die basische Form hat:



In sauren Lösungen ist die Konzentration an Hydronium-Ionen (H_3O^+) gross, die Konzentration an Hydroxid-Ionen (OH^-) jedoch gering. In alkalischen Lösungen ist es umgekehrt. Wie stark sauer oder alkalisch eine Lösung ist, gibt der pH-Wert wieder: $pH = -\log c(H_3O^+)$.

Titration

Um die Menge einer Säure in einer Lösung zu bestimmen, gibt man zu einem genau abgemessenen Volumen schrittweise kleine Mengen einer Base bekannter Konzentration. Wenn man die zum Erreichen des Äquivalenzpunktes (Menge der zugegebenen Base = Menge der zu Beginn vorhandenen Säure) notwendige Menge zugegeben hat, ändert sich der pH-Wert sprunghaft. Am Äquivalenzpunkt gilt:

$$V_S \cdot c_S \cdot n_S = V_B \cdot c_B \cdot n_B$$

V_S : Volumen der sauren Lösung (welche die Säure enthält)
 c_S : Konzentration der Säure (mol/l)
 n_S : Zahl der H^+ , die ein Säureteilchen abgeben kann
 V_B : Volumen der alkalischen Lösung (welche die Base enthält)
 c_B : Konzentration der Base (mol/l)
 n_B : Zahl der H^+ , die ein Baseteilchen aufnehmen kann

Die sprunghafte pH-Änderung kann man mit einem pH-Meter feststellen, oder mit einem pH-Indikator, welche die Farbe gerade in diesem pH-Bereich ändert. Das ganze hier beschriebene Verfahren heisst Titration. Sie ist ein wichtiges Instrument in der chemischen Analytik. Mithilfe der Titration kann man zum Beispiel den Essigsäuregehalt von Speiseessig bestimmen.

Bei der Titration wird nur eine sehr kleine Menge des Indikators H-Ind zugegeben. Deshalb ist der Mehrverbrauch an Base, welche mit der Indikatorsäure reagiert, vernachlässigbar: $\text{H-Ind} + \text{OH}^- \rightarrow \text{Ind}^- + \text{H}_2\text{O}$. Beispiele verschiedener pH-Indikatoren findest du im aufliegenden Chemiebuch 'Baars', S. 166 oder auf: http://de.wikipedia.org/wiki/Indikator_%28Chemie%29

In diesem Praktikum demonstriert dir die Lehrperson zuerst eine Titration von Salzsäure bekannter Konzentration mit Natronlauge. Anschliessend bestimmst du selbst den Essigsäuregehalt von Speiseessig mittels Titration. In beiden Fällen kommt Computersoftware zur Auswertung der Daten zur Anwendung.

- Lernziele:**
- Das Verfahren und den Sinn der Titration sowie die Bedeutung des Äquivalenzpunktes beschreiben können.
 - Die diversen Möglichkeiten von EXCEL zur Darstellung von Messergebnissen am Versuchsbeispiel (Titrationsskurve) zur Anwendung bringen können.
 - Den Essiggehalt des zu untersuchenden Speiseessigs korrekt bestimmen können.

Sicherheit: ⚠ Essigsäure und Natronlauge sind ätzende Flüssigkeiten. Die Schutzbrille ist immer zu tragen. Natronlauge darf unter keinen Umständen in die Augen gelangen! Natronlauge darf deshalb auf keinen Fall über Augenhöhe in die Bürette eingefüllt werden. Du kannst die Bürette zum Befüllen auf einen Stuhl stellen.

Säure / Lauge in den Augen: Sofort den ganzen Inhalt des Augensprays (ganz vorne bei der zentralen Ablage und hinten in der Glasvitrine) zur Anwendung bringen. Ansonsten das Auge sofort unter dem Wasserhahn ausspülen – mindestens 10 min lang. Anschliessend Arzt aufsuchen. Säure / Lauge auf der Arbeitsfläche: mit Haushaltspapier aufputzen. Hände waschen.

Versuche

Versuch 1: Titration von Salzsäure mit Natronlauge

Geräte / Material

- Bürette mit Halterung und Stativ
- Magnetrührer mit Rührstäbchen
- 2 Bechergläser (250 ml)
- Trichter (um Bürette zu befüllen)
- Vollpipette (10 ml) mit Pipettierball
- pH-Meter (kalibriert)
- Holz-Bühne
- Elektrodenhalter (notfalls 2. Stativ mit Muffe und Klammer)
- Buch Baars (zentral)

Chemikalien

- Salzsäure (0.1 M), zentral
- Natronlauge (0.1 M), zentral
- Salzsäure (2 M), zum Neutralisieren
- Bromthymolblau

Vorgehen

(1.1) Dieser Versuch wird von der Lehrperson durchgeführt und entspricht dem Versuch auf der Seite 6 des Skripts 'Protolysen'. Du siehst 1:1, wie man bei der praktischen Durchführung einer Titration vorgeht und worauf man achten muss.

Wir wollen 10 ml Salzsäure (0.1 M) mit Natronlauge (0.1 M) titrieren. Der Säure geben wir einige Tropfen eines Indikatorfarbstoffes (Bromthymolblau¹) bei.

¹ Bromthymolblau ändert bei pH = 7 (→ neutral!) seine Farbe von gelb (saurer Milieu) nach blau (alkalisches Milieu), vgl. GF-CP 'pH und pH-Indikatoren'. Beim Farbumschlag wurde also alle Säure durch die Lauge neutralisiert. Bromthymolblau liegt in saurer Lösung fast ausschliesslich als H-Ind vor (→ gelb), in alkalischer Lösung jedoch fast ausschliesslich als Ind⁻ (→ blau). Bei pH = 7 liegt gleich viel von H-Ind und Ind⁻ vor (Mischfarbe von gelb und blau → grün).

- (1.2) Zuerst wird die Temperatur sowie der pH-Wert (mit einem pH-Meter) bestimmt. Anschliessend wird in 1 ml- respektive 0.5 ml-Schritten Natronlauge in die Salzsäure gegeben. Halte die Messwerte in der unten stehenden Tabelle fest.
- (1.3) Erfolgt eine Farbänderung, so wird das total verbrauchte Volumen Natronlauge und die Temperatur festgehalten. Die Lehrperson nimmt zudem eine Geschmacksprobe vor.
- (1.4) Anschliessend wird weiter titriert, bis insgesamt 20 ml Natronlauge verbraucht wurden.

VERSUCH 1: Titration von Salzsäure mit Natronlauge				VERSUCH 2: Bestimmung des Essigsäure- gehalts von Speiseessig	
V (NaOH) [ml]	pH-Wert	Farbe der Lösung	Temperatur [°C]	V (NaOH) [ml]	pH-Wert
0 ml			Start:	0 ml	
1 ml			–	1 ml	
2 ml			–	
3 ml			–		
4 ml			–		
5 ml			–		
6 ml			–		
7 ml			–		
8 ml			–		
9 ml			–		
9.5 ml			–		
9.75 ml			–		
10 ml			Temperatur beim Farbumschlag:		
10.25 ml					
10.5 ml					
11 ml					
12 ml			–		
13 ml			–		
14 ml			–		
15 ml			–		
16 ml			–		
17 ml			–		
18 ml			–		
19 ml			–		
20 ml			Ende:		
			–		

Versuch 2: Bestimmung des Essigsäuregehalts von Speiseessig


Geräte / Material

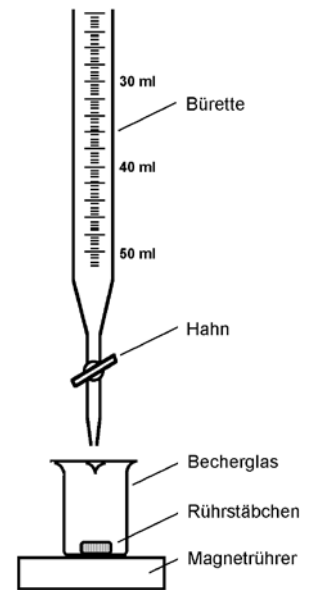
- Bürette (Glas) mit Halterung und Stativ
- Magnetrührer mit Rührstäbchen
- Holz-Bühne
- 2 Bechergläser (250 ml)
- Trichter (für Bürette befüllen)
- pH-Meter (kalibriert)
- Elektrodenhalter (notfalls 2. Stativ mit Muffe und Klammer)
- Buch Baars (zentral)


Chemikalien

- Speiseessig, mit Mikropipette (1000 μ l), zentral
- Natronlauge (0.1 M), zentral
- Phenolphthalein
- Salzsäure (2 M), zum Neutralisieren (zentral)

Vorgehen

- (2.1)  Befestige die Bürette mit dem Bürettenhalter am Stativ. Stelle die Bürette (d. h. das Stativ) auf einen Stuhl. Setze den Trichter auf die Bürette. Schliess den Hahn (horizontale Position). Studiere nun die Graduierung (Skala) auf der Bürette. Fülle nun die Bürette langsam mit ca. 31 ml Natronlauge (0.1 M). Entferne nun den Trichter.
- (2.2) Entnimm mit der Mikropipette (1000 μ l) $2 \times 1000 \mu\text{l} = 2 \text{ ml}$ Speiseessig und transferiere die Flüssigkeit in ein Becherglas (250 ml). Der Speiseessig enthält Essigsäure, deren Konzentration du bestimmen willst.
- (2.3) Fülle das Becherglas bis zur 50 ml-Marke mit dest. Wasser auf. Füge nun 4 Tropfen der Indikatorlösung (Phenolphthalein) bei und lass das Rührstäbchen in die Lösung sinken (nicht fallen lassen). Schlage den Farbumschlagsbereich (pH) des Indikators im bereitliegenden Buch nach.
- (2.4) Spüle die pH-Elektrode mit dest. Wasser. Verwende dafür ein zweites leeres Becherglas (Sammelglas). Tauche die Elektrode nun in den verdünnten Speiseessig. Befestige die Elektrode mit einem speziellen Halter oder mithilfe eines Stativs. Die Elektrode muss unmittelbar über dem Becherglasboden so positioniert werden, dass sie vom Rührstäbchen in der Mitte des Becherglasbodens nicht berührt werden kann.
- (2.5) Schalte die Röhreinheit ein (bei Heizplatten mit integriertem Rührwerk ist das die rechte Bedienungseinheit): Stelle die Drehgeschwindigkeit des Rührstäbchen so ein, dass die Durchmischung möglichst maximal ist, jedoch keine grossen Wirbel erzeugt werden (Gefahr von Spritzern; Spritzer am Becherglasrand können nicht mit Natronlauge reagieren = Messfehler). Schalte das pH-Meter ein. Notiere nun den pH-Wert der Essigsäurelösung (Tabelle S. 3).
- (2.6) Der Flüssigkeitsspiegel in der Bürette muss nun zwecks vereinfachten Ablesens des Volumens bei der Titration auf eine ganze Zahl eingestellt werden (Füllhöhe bei 20 ml = 30 ml Inhalt) sein. Öffne den Hahn vollständig (senkrechte Position) und lass überschüssige Flüssigkeit in das zweite Becherglas (Sammelglas) ab. Nun sollten genau 30 ml Natronlauge in der Bürette sein.
- (2.7) Jetzt wird in 1.0 ml-Schritten Natronlauge aus der Bürette zugegeben. In der Tabelle notierst du die total zugegebene Menge Natronlauge und den jeweiligen pH-Wert. Lies immer im gleichen Rhythmus den pH-Wert ab, zum Beispiel nach 5 s nach NaOH-Zugabe. Werden die Änderungen des pH grösser, verringert man die Menge Natronlauge pro Zugabe auf 0.5 ml respektive 0.25 ml. Sobald die heruntertropfende Natronlauge in der Essigsäurelösung eine **lila Farbe** hervorruft, die einige Zeit bestehen bleibt, bist du sehr nahe am unter Schritt (2.3) nachgeschlagenen Umschlagsbereich des Indikators. Fahre dann nur noch **tropfenweise** fort. Erfolgt eine Farbänderung nach Lila, die bestehen bleibt, wird das total zugegebene Volumen notiert. An diesem Punkt wurde dem letzten Essigsäuremolekül das H^+ entrissen. Dieser Punkt stellt den Wendepunkt der Titrationskurve dar.



- (2.8) Titriere weiter bis zum nächsten 0.5 ml-Strich auf der Skala, fahre dann wieder in 1 ml-Schritten fort, bis alle Natronlauge (d. h. die abgefüllten 30 ml) verbraucht ist. Notiere immer den pH-Wert. Die Tabelle ist bei Bedarf auf der Rückseite weiterzuführen.
- (2.9)  Entsorgung / Aufräumen:
Lass die restliche Natronlauge ins Becherglas abfließen. Leere den Inhalt des zweiten Becherglases dazu. Tropfe zur Flüssigkeit im Becherglas solange Salzsäure (2 M), bis der pH-Wert wieder 7 oder knapp darunter ist (Magnetrührer verwenden). Nun kann die neutralisierte Flüssigkeit in den Abguss gegeben werden. Das Rührstäbchen kann mit dem Magnetstab herausgefischt werden.
Die immer noch am Stativ befestigte Bürette wird zweimal mit dest. Wasser komplett gefüllt/ gespült – jeweils etwas einwirken lassen.
Die Elektrode wird gut mit dest. Wasser gespült, mit Papier abgetrocknet und wieder zurück in die KCl-Lösung gestellt.

Aufgaben

- (2.1) Erstelle mithilfe von EXCEL eine Titrationskurve für den Versuch 2.
Vorgaben:
- Diagrammtyp: Punkt (XY), Untertyp: Punkte mit interpolierten Linien
 - Titel: "TITRATIONSKURVE – VORGABE 2 ml Speiseessig unbekannter Konzentration"; Arial 10 Punkt, fett
 - Beschriftung (x-Achse): Zugabe Natronlauge (0.1 M) [ml];
Beschriftung (y-Achse): pH
 - Achsen: Schrift: Arial 9 Pt schwarz; Achse selbst: schwarz (nicht grau)
 - Skalierung: x-Achse: Hauptintervall 5 ml (von 0–30 ml);
Hauptgitternetz: ja; Hilfsgitternetz: ja
 - Skalierung: y-Achse: Hauptintervall 2 pH-Einheiten (von 0–14);
Hauptgitternetz: ja
 - keine Legende
 - Zeichnungsfläche: Rahmen: ja; Ausfüllen: nein
- (2.2) Formuliere die Reaktionsgleichung in Ionen-Schreibweise für den Versuch 2.
- (2.3) Berechne den Essigsäuregehalt:
- (a) in mol/l (Stoffmengenkonzentration)
 - (b) in g/l
 - (c) Massen-%
- Hilfeleistung zu (a):* Entscheidend ist der Wendepunkt der Kurve (Äquivalenzpunkt). An diesem Punkt wurde dem letzten Essigsäuremolekül das H^+ entzogen. Die Anzahl zugegebener OH^- -Ionen entspricht der Anzahl Essigsäuremoleküle vor H^+ -Abgabe. Aus dem Volumenwert NaOH an diesem Punkt kannst du die Anzahl zugegebener OH^- -Ionen berechnen und damit auf die Anzahl Essigsäuremoleküle schließen. Um die Konzentration des Speiseessigs zu ermitteln, brauchst du dich nur noch zu erinnern, wie viel Volumen Speiseessig für die Titration verwendet wurde.
- Hilfeleistung zu (b):* Hast du (a) gelöst, brauchst du nur noch die molare Masse von Essigsäure zu berechnen. Die hier gesuchte Konzentration (g/Liter) ist auf dem Etikett des Speiseessigs vermerkt.
- Hilfeleistung zu (c):* Hast du (b) gelöst, brauchst du nur noch zu wissen, wie schwer ein Liter Speiseessig ist. Dies könnte man leicht experimentell bestimmen. Alternativ kann man in Tabellenwerken die Dichte nachschlagen, falls die Stoffmengenkonzentration bekannt ist (unter (a) berechnet). Die Dichte des Speiseessigs beträgt 1.005 g/ml.