

Maßanalytische Bestimmungen von Säuren und Basen (Säure-Base-Titrationen. Einstellen einer Schwefelsäure und quantitative Bestimmung von NaOH in einer wässrigen Lösung)

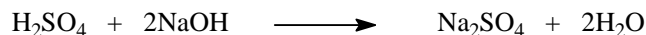
Literatur: Script S. 141 - 154

Beim Titrieren müssen alle Glasgeräte peinlichst mit Leitungswasser und destilliertem Wasser gespült werden. Die Pipetten und Büretten sind auch mit der jeweiligen Lösung zu spülen, die anschließend in diesen Glasgeräten aufgenommen werden soll. Die Bürette wird mit der Maßlösung (Lösung bekannter Konzentration) gefüllt, dabei wird ein Trichter auf die Bürette gesetzt. Dieser ist nach dem Füllen unbedingt wieder abzunehmen. Die Füllhöhe sollte erst nach einigen Minuten abgelesen werden, da noch Maßlösung von der Wandung zusammenlaufen kann. Das Ablesen wird durch den Schellbachstreifen erleichtert. Beim Arbeiten mit der Pipette ist zu beachten, dass die Pelleusbälle mit äußerster Vorsicht auf die Pipetten aufzusetzen sind.

Nach Abschluss der Arbeiten sind alle Geräte gründlich mit Leitungswasser und destilliertem Wasser zu spülen. Es sollte mit Unitest auf neutrale Reaktion getestet werden.

Aufgabe:

Von einer verdünnten Natronlauge unbekannter Konzentration soll die enthaltene Masse an NaOH in mg bestimmt werden, indem man sie mit einer selbst hergestellten H_2SO_4 -Maßlösung ($c \approx 0,05 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) titriert:



- a) Einstellen der Schwefelsäure für die Bestimmung der NaOH

Als Maßlösung wird bei der Bestimmung der NaOH unter Punkt b) Schwefelsäure verwendet, deren Konzentration ca. 0,05 mol/l betragen soll. Für das maßanalytische Arbeiten benötigt man jedoch eine exakte Konzentrationsangabe für die Maßlösung. Deshalb wird die Konzentration der Schwefelsäure durch Titration gegen eine Natronlauge exakt bekannter Konzentration, die im Labor aussteht, ermittelt. Dieses Verfahren bezeichnet man als Einstellen der Maßlösung oder Titerbestimmung.

Die Dichte der jeweils ausgegebenen H_2SO_4 wird durch Spindeln ermittelt. Die Berechnung der entsprechenden Konzentration erfolgt unter Hinzuziehung eines Tafelwerkes. Durch Verdünnung mit destilliertem Wasser auf 250 ml wird eine einer H_2SO_4 -Lösung mit einer Stoffmengenkonzentration von ca. 0,05 mol/l hergestellt.

Beispiel:

Die Dichte der ausstehenden H_2SO_4 beträgt $\rho = 1,076 \text{ g/cm}^3$.

α) Wie groß ist die Stoffmengenkonzentration an H_2SO_4 ?

% H_2SO_4	Dichte ρ bei 20°C	g H_2SO_4 /l	mol H_2SO_4 bzw. SO_3 /l	% SO_3	g SO_3 /l
1	1,0051	10,05	0,103	0,82	8,20
2	1,0118	20,24	0,206	1,63	16,52
3	1,0184	30,55	0,312	2,45	24,94
4	1,0250	41,00	0,418	3,27	33,47
5	1,0317	51,59	0,526	4,08	42,11
6	1,0385	62,31	0,635	4,90	50,86
7	1,0453	73,17	0,746	5,71	59,73
8	1,0522	84,18	0,858	6,53	68,71
9	1,0591	95,32	0,972	7,35	77,81
10	1,0661	106,6	1,087	8,16	87,03
11	1,0731	118,0	1,203	8,98	96,36
12	1,0802	129,6	1,321	9,80	105,8
13	1,0874	141,4	1,442	10,61	115,4
14	1,0947	153,3	1,563	11,43	125,1
15	1,1020	165,3	1,685	12,24	134,9
16	1,1094	177,5	1,810	13,06	144,9
17	1,1168	189,9	1,936	13,88	155,0
18	1,1234	202,4	2,063	14,69	165,2
19	1,1318	215,0	2,192	15,51	175,5
20	1,1394	227,9	2,324	16,33	186,0
21	1,1471	240,9	2,456	17,14	196,6
22	1,1548	254,1	2,591	17,96	207,4
23	1,1626	267,4	2,726	18,77	218,3
24	1,1704	280,9	2,864	19,59	229,3
25	1,1783	294,6	3,004	20,41	240,5
26	1,1862	308,4	3,144	21,22	251,8
27	1,1942	322,4	3,287	22,04	263,2
28	1,2023	336,6	3,432	22,86	274,8
29	1,2104	351,0	3,579	23,67	286,5
30	1,2185	365,6	3,728	24,49	298,4
31	1,2267	380,3	3,878	25,31	310,5
32	1,2349	395,2	4,029	26,12	322,6
33	1,2432	410,3	4,183	26,94	334,9
34	1,2515	425,5	4,338	27,75	347,3
35	1,2599	441,0	4,496	28,57	360,0
36	1,2684	456,6	4,656	29,39	372,8
37	1,2769	472,5	4,818	30,20	385,6
38	1,2855	488,5	4,981	31,02	398,8
39	1,2941	504,7	5,146	31,84	412,0
40	1,3028	521,1	5,313	32,65	425,4
41	1,3116	537,8	5,483	33,47	439,0
42	1,3205	554,6	5,655	34,28	452,7
43	1,3294	571,6	5,828	35,10	466,6

Mit Hilfe folgender Wertepaare aus der obigen Tabelle kann die Stoffmengenkonzentration für eine H_2SO_4 der Dichte = $1,076 \text{ g/cm}^3$ extrapoliert werden:

Dichte [g/cm^3]	$c(\text{H}_2\text{SO}_4)$ [mol/l]
1,0731	1,203
1,0802	1,321

$$1,0802 - 1,0731 = 0,0071 \text{ g/cm}^3$$

$$1,0760 - 1,0731 = 0,0029 \text{ g/cm}^3$$

$$1,321 - 1,203 = 0,118 \text{ mol/l}$$

$$0,0029 \text{ g/cm}^3 : 0,0071 \text{ g/cm}^3 = x : 0,118 \text{ mol/l}$$

$$x = \frac{0,0029 \text{ g/cm}^3 \cdot 0,118 \text{ mol/l}}{0,0071 \text{ g/cm}^3}$$

$$\underline{x = 0,0482 \text{ mol/l}}$$

$$c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,203 \text{ mol/l} + 0,0482 \text{ mol/l}$$

$$\underline{c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,2512 \text{ mol/l}}$$

Eine Schwefelsäure mit der Dichte $\rho = 1,076 \text{ g/cm}^3$ hat eine Stoffmengenkonzentration von $c = 1,2512 \text{ mol/l}$.

β) Wieviel ml der H_2SO_4 -Lösung mit einer Stoffmengenkonzentration von $c = 1,2512 \text{ mol/l}$ werden benötigt, um 250 ml einer H_2SO_4 -Lösung mit einer Stoffmengenkonzentration von $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/l}$ zu erhalten?

$$c_1(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/l}$$

$$\hat{=}$$

$$c_2(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,2512 \text{ mol/l}$$

$$V_1 = 250 \text{ ml}$$

$$V_2 = x \text{ ml}$$

$$c_1 \cdot V_1 = c_2 \cdot V_2$$

$$V_2 = \frac{c_1 \cdot V_1}{c_2} = \frac{0,05 \text{ mol/l} \cdot 251}{1,2512 \text{ mol/l}}$$

$$\underline{V_2 = 9,99 \text{ ml}}$$

Um 250 ml einer H_2SO_4 -Lösung mit einer Stoffmengenkonzentration von ca $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/l}$ herzustellen werden 9,99 ml einer H_2SO_4 -Lösung mit $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,2512 \text{ mol/l}$ mit einer Bürette abgemessen, in einen 250 ml Maßkolben überführt und der Maßkolben bis zur Eichmarke mit destilliertem Wasser aufgefüllt. Dann wird die erhaltene H_2SO_4 -Lösung gründlich durchgeschüttelt.

Zur Feststellung der exakten Stoffmengenkonzentration der hergestellten H₂SO₄-Lösung wird mit einer NaOH-Lösung mit exakt bekannter Stoffmengenkonzentration { $\bar{c}(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, t wird dem Etikett entnommen } titriert.

Füllen sie die Bürette mit der von Ihnen hergestellten Schwefelsäure.

Pipettieren Sie dann mit einer Vollpipette 20 ml der Natronlauge { $\bar{c}(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, t wird dem Etikett entnommen } in einen Erlenmeyerkolben und verdünnen Sie mit ca. 100 ml destilliertem Wasser. Nach Zugabe von 2 Tropfen Methylrot wird langsam unter gleichmäßigen Schwenken des Erlenmeyerkolbens die Maßlösung zugetropft. Sobald man an der Eintropfstelle eine Rotfärbung beobachtet, muss die weitere Zugabe von Schwefelsäure sehr langsam erfolgen. Wenn eine bleibende Farbänderung erzielt ist, ist der Verbrauch an Schwefelsäure festzustellen.

Wenn die hergestellte H₂SO₄-Lösung eine Stoffmengenkonzentration von genau 0,05 mol/l hätte, dann müssten zur Neutralisation von 20 ml Natronlauge { $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ } genau 20 ml H₂SO₄-Lösung notwendig sein. Der Verbrauch der H₂SO₄-Lösung, wird aber in den meisten Fällen von 20 ml abweichen, da die *angestrebte Stoffmengenkonzentration* der H₂SO₄ von 0,05 mol/l bei obiger Arbeitsweise nicht exakt erreicht werden kann. Die *tatsächlich vorliegende Stoffmengenkonzentration* der H₂SO₄-Lösung wird also von der angestrebten Stoffmengenkonzentration abweichen.

angestrebte Stoffmengenkonzentration $\bar{c}(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/l}$

tatsächlich vorliegende Stoffmengenkonzentration $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = x$

Der Quotient aus der tatsächlich vorliegenden Stoffmengenkonzentration und der angestrebten Stoffmengenkonzentration ist der Titer t (von französ.: titre = Feingehalt)

$$t(\text{ der hergestellten H}_2\text{SO}_4\text{-Lösung}) = \frac{c(\text{H}_2\text{SO}_4)}{\bar{c}(\text{H}_2\text{SO}_4)}$$

$$c(\text{H}_2\text{SO}_4) = t \cdot \bar{c}(\text{H}_2\text{SO}_4)$$

$$c(\text{H}_2\text{SO}_4) = t \cdot 0,05 \text{ mol/l}$$

Der Titer t ist somit ein *Faktor*, der multipliziert mit der angestrebten Stoffmengenkonzentration die tatsächliche Stoffmengenkonzentration ergibt.

Ergebnisse der Titration zur Faktorbestimmung:

	Verbrauch an H ₂ SO ₄ { $\bar{c}(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/l}$ } [ml]
Titration 1	
Titration 2	
Titration 3	
Titration 4	
Mittlerer Verbrauch an H ₂ SO ₄ { $\bar{c}(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/l}$ } [ml] =	

$$t = \frac{20 \text{ ml} \{ \text{Soll} - \text{Verbrauch an H}_2\text{SO}_4 \text{ bei } \bar{c}(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/l} \} \cdot t(\text{der NaOH mit } \bar{c} = 0,1 \text{ mol/l})}{\text{Mittlerer Verbrauch an H}_2\text{SO}_4 \text{ [ml]}}$$

Die hergestellte H₂SO₄-Lösung hat einen Titer von $t =$.

b) Quantitative Bestimmung der NaOH, mit der zuvor eingestellten H₂SO₄

Durchführung:

Die zu bestimmende Natronlauge erhält man in einem 100 ml Maßkolben, der bis zur Eichmarke mit destilliertem Wasser aufgefüllt wird (unterer Meniskus!). Nach sorgfältiger Durchmischung des Kolbeninhaltes werden mit einer 20 ml Vollpipette, die vorher mit etwas Analysenlösung ausgespült worden ist, jeweils 20 ml der Probe (Aliquoter Teil) entnommen und in einen 300 ml Erlenmeyerkolben überführt. Man erhält maximal 4 Proben, die mit je 100 ml destilliertem Wasser und 2-3 Tropfen Indikator (Methylrot) je Probe gemischt werden. Aus der Bürette, immer noch gefüllt mit der unter a) eingestellten H₂SO₄, lässt man so lange Maßlösung zutropfen, bis der erste Tropfen der Maßlösung eine Farbänderung in der Analysenlösung von gelb nach rot bewirkt. Aus dem verbrauchten Volumen an H₂SO₄ errechnet man die Masse an NaOH in der Analysenlösung.

Ergebnisse der Titration:

	Verbrauch an H ₂ SO ₄ { $\bar{c}(\text{H}_2\text{SO}_4) \cdot t$ } [ml]
Titration 1	
Titration 2	
Titration 3	
Titration 4	
Mittlerer Verbrauch an H ₂ SO ₄ { $\bar{c}(\text{H}_2\text{SO}_4) \cdot t$ } [ml] =	

$$m(\text{NaOH}) = x \text{ ml (mittlerer Verbrauch H}_2\text{SO}_4) \cdot \bar{c}(\text{H}_2\text{SO}_4) \cdot t(\text{H}_2\text{SO}_4) \cdot 2 \text{ (ein Äquivalent H}_2\text{SO}_4 \text{ neutralisiert 2 Äquivalente NaOH)} \cdot M(\text{NaOH}) \cdot 5 \text{ (Zahl der Aliquote)}$$