

Protokoll zum Messkurs

Zeitraum: 03.01.-05.01.2005

INHALT

| | |
|---|----|
| 1. Potentiometrische Titration von Essigsäure mit Natronlauge | 3 |
| a) Beschreibung von Versuchsaufbau und –durchführung | 3 |
| b) Messwerte der drei Messreihen..... | 3 |
| c) Auswertung der Messreihe I (Volumen der Probe: 20ml) | 4 |
| d) Auswertung der Messreihe II (Volumen der Probe: 20ml) | 5 |
| e) Auswertung der Messreihe III (Volumen der Probe: 50ml) | 6 |
| f) Gesamtergebnis dieser Potentiometrie:..... | 7 |
| 2. Konduktometrische Titration von BaCl ₂ mit ZnSO ₄ | 8 |
| a) Beschreibung von Versuchsaufbau und –durchführung | 8 |
| b) Messwerte der drei Messreihen..... | 8 |
| c) graphische Auftragung der drei Messreihen: | 8 |
| 1. Probe (20ml)..... | 9 |
| 2. Probe (20ml)..... | 10 |
| 3. Probe (50ml)..... | 11 |
| d) Bestimmung des Gehaltes an Ba ²⁺ (mg/100ml) aus den ermittelten Äquivalenzpunkten der drei Messreihen..... | 12 |
| e) Gesamtergebnis dieser konduktometrischen Titration:..... | 12 |
| 3. Bestimmung der Äquivalentleitfähigkeit der ZnSO ₄ -Lösung | 13 |
| a) Beschreibung von Versuchsaufbau und –durchführung: | 13 |
| b) Messergebnisse:..... | 13 |
| c) graphische Auftragungen:..... | 13 |
| κ als Funktion der Konzentration | 14 |
| Λ als Funktion von c ^{1/2} | 15 |
| 4. Photometrische Co ²⁺ -Bestimmung und UV-Spektrum einer Lösung von (NH ₄) ₂ [Co(SCN) ₄]..... | 17 |
| a) Beschreibung von Versuchsaufbau und –durchführung | 17 |
| b) Messergebnisse:..... | 17 |
| c) Bestimmung der Konzentration der Probelösung..... | 18 |
| → Mehrpunktkalibrierung: | 18 |
| → Einpunktkalibrierung: | 18 |
| Graph zur Mehrpunktkalibrierung:..... | 19 |
| 5. Anhang: Praktikumsanleitung..... | 21 |

Zusammenfassung der Ergebnisse: gefundene Konzentrationen in mg/100ml:

| | 1.Messung | 2.Messung | 3.Messung | Durchschnitt |
|------------------------|------------------------------|-----------|-----------------------------|--------------|
| Essigsäure | 49,54 | 49,54 | 49,24 | 49,44 |
| Ba²⁺ | 117,42 | 116,04 | 118,65 | 117,37 |
| | Mehrpunktkalibrierung | | Einpunktkalibrierung | |
| Co²⁺ | 30,4 | | 30,49 | |

1. Potentiometrische Titration von Essigsäure mit Natronlauge

a) Beschreibung von Versuchsaufbau und –durchführung

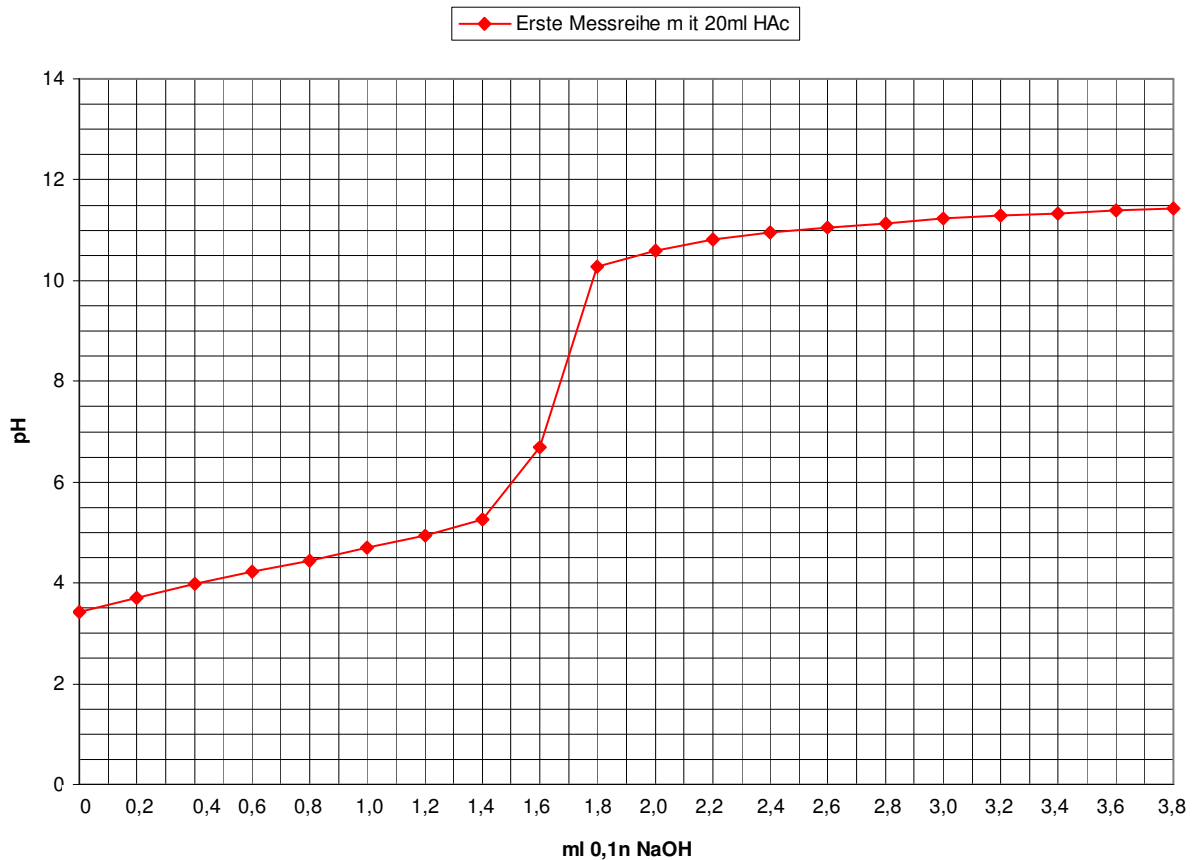
(s. 5. Anhang: Praktikumsanleitung)

b) Messwerte der drei Messreihen

gemessene pH-Werte:

| ml 0,1n NaOH | (I) mit 20ml | (II) mit 20ml | (III) mit 50ml |
|--------------|--------------|---------------|----------------|
| 0 | 3,42 | 3,46 | 3,32 |
| 0,2 | 3,70 | 3,79 | 3,45 |
| 0,4 | 3,99 | 4,06 | 3,64 |
| 0,6 | 4,23 | 4,30 | 3,80 |
| 0,8 | 4,45 | 4,54 | 3,94 |
| 1,0 | 4,70 | 4,77 | 4,06 |
| 1,2 | 4,93 | 5,04 | 4,15 |
| 1,4 | 5,26 | 5,40 | 4,25 |
| 1,6 | 6,70 | 6,85 | 4,35 |
| 1,8 | 10,28 | 10,39 | 4,44 |
| 2,0 | 10,60 | 10,74 | 4,52 |
| 2,2 | 10,82 | 10,91 | 4,64 |
| 2,4 | 10,95 | 11,06 | 4,69 |
| 2,6 | 11,06 | 11,15 | 4,85 |
| 2,8 | 11,14 | 11,21 | 4,92 |
| 3,0 | 11,23 | 11,28 | 5,02 |
| 3,2 | 11,29 | 11,35 | 5,13 |
| 3,4 | 11,34 | 11,39 | 5,27 |
| 3,6 | 11,40 | 11,44 | 5,47 |
| 3,8 | 11,44 | 11,48 | 5,75 |
| 4,0 | --- | --- | 6,33 |
| 4,2 | | | 10,02 |
| 4,4 | | | 10,64 |
| 4,6 | | | 10,82 |
| 4,8 | | | 10,96 |
| 5,0 | | | 11,08 |
| 5,2 | | | 11,17 |
| 5,4 | | | 11,25 |
| 5,6 | | | 11,32 |
| 5,8 | | | 11,36 |
| 6,0 | | | 11,41 |
| 6,2 | | | 11,46 |
| 6,4 | | | 11,50 |
| 6,6 | | | 11,53 |
| 6,8 | | | 11,57 |
| 7,0 | | | 11,60 |
| 7,2 | | | 11,63 |
| 7,4 | | | 11,66 |
| 7,6 | | | 11,68 |
| 7,8 | | | 11,70 |
| 8,0 | | | 11,73 |
| 8,2 | | | 11,75 |
| 8,4 | | | 11,77 |

c) Auswertung der Messreihe I (Volumen der Probe: 20ml)



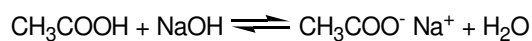
nach der Tangentenmethode liegt der Äquivalenzpunkt bei einem Verbrauch von NaOH = 1,65ml

Berechnung von m(CH₃COOH):

Stoffmenge an verbrauchter Natronlauge:

$$n(\text{NaOH}) = c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l} \cdot 1,65 \text{ ml} = 0,165 \text{ mmol}$$

Reaktionsgleichung:



Stoffmenge an Essigsäure entspricht der Stoffmenge an Natronlauge = 0,165mmol

Masse (CH₃COOH):

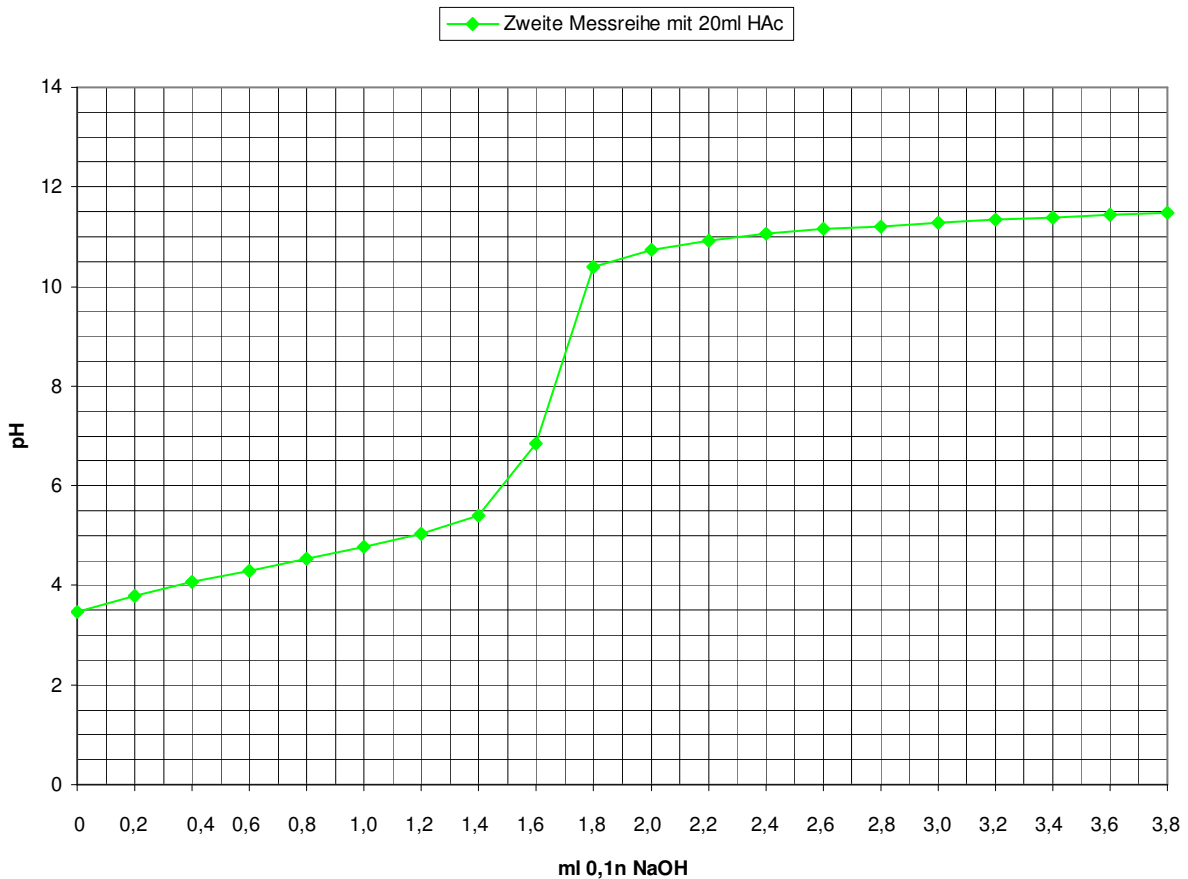
$$m(\text{CH}_3\text{COOH}) = n(\text{CH}_3\text{COOH}) \cdot M(\text{CH}_3\text{COOH}) = 0,165 \text{ mmol} \cdot 60,052 \text{ g/mol} = \mathbf{9,909 \text{ mg}}$$
 (pro 20ml Probe)

→ Umrechnung auf 100ml Probe: 49,54mg in 100ml Probe (Ergebnis der ersten Messreihe)

Bestimmung des pH-Wertes des äquimolaren Acetatpuffergemisches aus der Kurve:

→ Pufferpunkt bei pH = 4,5

d) Auswertung der Messreihe II (Volumen der Probe: 20ml)



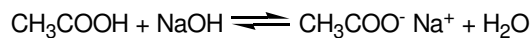
nach der Tangentenmethode liegt der Äquivalenzpunkt bei einem Verbrauch von NaOH = 1,65ml

Berechnung von $m(\text{CH}_3\text{COOH})$:

Stoffmenge an verbrauchter Natronlauge:

$$n(\text{NaOH}) = c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l} \cdot 1,65 \text{ ml} = 0,165 \text{ mmol}$$

Reaktionsgleichung:



Stoffmenge an Essigsäure entspricht der Stoffmenge an Natronlauge = 0,165mmol

Masse (CH_3COOH):

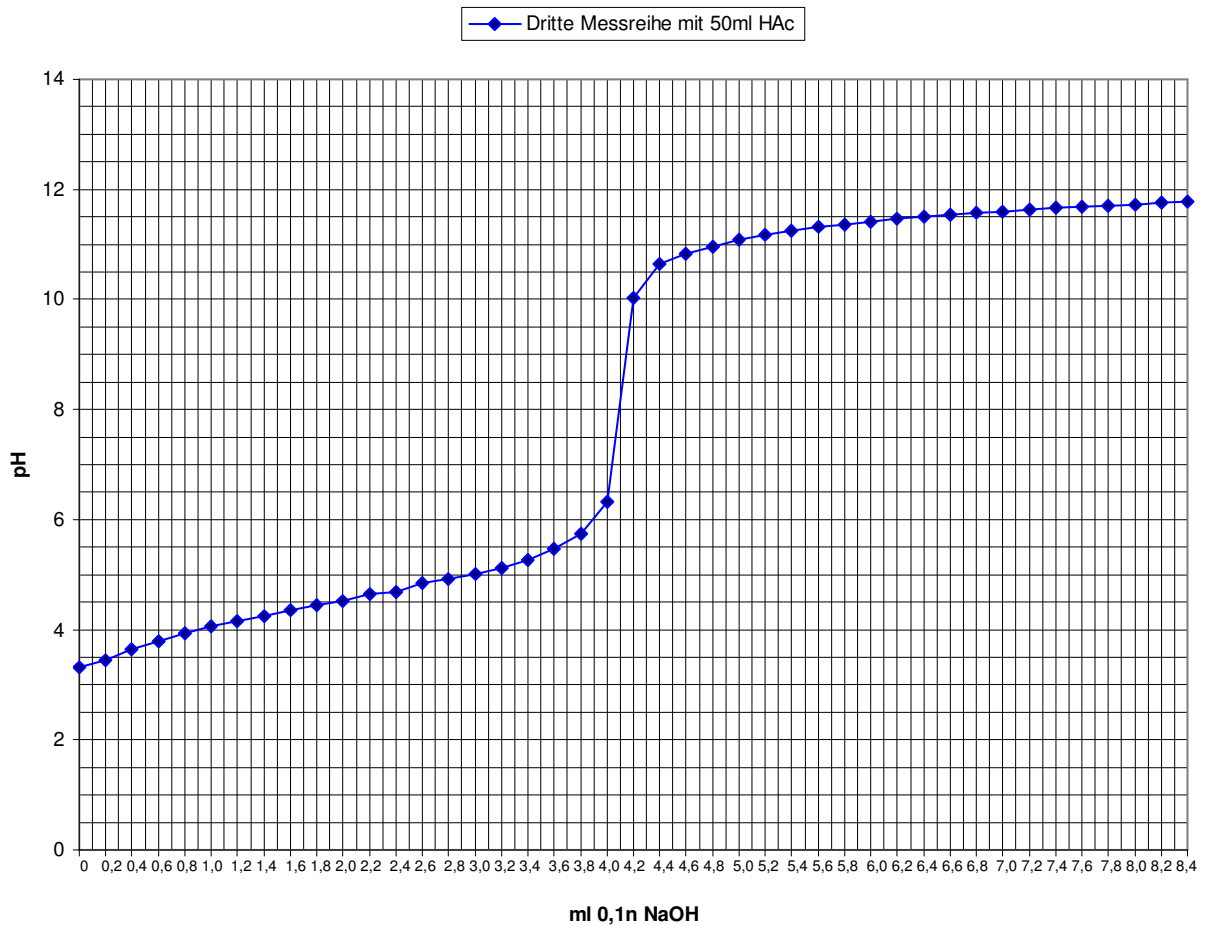
$$m(\text{CH}_3\text{COOH}) = n(\text{CH}_3\text{COOH}) \cdot M(\text{CH}_3\text{COOH}) = 0,165 \text{ mmol} \cdot 60,052 \text{ g/mol} = \mathbf{9,909 \text{ mg}}$$
 (pro 20ml Probe)

→ Umrechnung auf 100ml Probe: 49,54mg in 100ml Probe (Ergebnis der ersten Messreihe)

Bestimmung des pH-Wertes des äquimolaren Acetatpuffergemisches aus der Kurve:

→ Pufferpunkt bei pH = 4,5

e) Auswertung der Messreihe III (Volumen der Probe: 50ml)



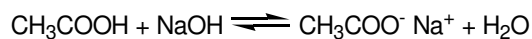
nach der Tangentenmethode liegt der Äquivalenzpunkt bei einem Verbrauch von NaOH = 4,1ml

Berechnung von $m(\text{CH}_3\text{COOH})$:

Stoffmenge an verbrauchter Natronlauge:

$$n(\text{NaOH}) = c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l} \cdot 4,1 \text{ ml} = 0,41 \text{ mmol}$$

Reaktionsgleichung:



Stoffmenge an Essigsäure entspricht der Stoffmenge an Natronlauge = 0,41mmol

Masse (CH_3COOH):

$$m(\text{CH}_3\text{COOH}) = n(\text{CH}_3\text{COOH}) \cdot M(\text{CH}_3\text{COOH}) = 0,41 \text{ mmol} \cdot 60,052 \text{ g/mol} = \mathbf{24,62 \text{ mg}}$$
 (pro 50ml Probe)

→ Umrechnung auf 100ml Probe: **49,24mg** in 100ml Probe (Ergebnis der dritten Messreihe)

Bestimmung des pH-Wertes des äquimolaren Acetatpuffergemisches aus der Kurve:

→ Pufferpunkt bei pH = 4,6

f) Gesamtergebnis dieser Potentiometrie:

Als Wert für die potentiometrische Bestimmung von Essigsäure mit Natronlauge wird der Mittelwert aller drei Messungen gebildet:

→ $m(\text{CH}_3\text{COOH})$ in 100ml der Probe: 49,44mg

2. Konduktometrische Titration von BaCl₂ mit ZnSO₄

a) Beschreibung von Versuchsaufbau und –durchführung

(s. 5. Anhang: Praktikumsanleitung)

b) Messwerte der drei Messreihen

| ml 0,1m ZnSO ₄ | κ der 1. Probe (20ml) [μS/cm] | κ der 2. Probe (20ml) [μS/cm] | κ der 3. Probe (50ml) [μS/cm] |
|---------------------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|
| 0,0 | 1464 | 1537 | 1890 |
| 0,2 | 1436 | 1510 | 1874 |
| 0,4 | 1412 | 1484 | 1858 |
| 0,6 | 1389 | 1461 | 1844 |
| 0,8 | 1371 | 1435 | 1831 |
| 1,0 | 1349 | 1411 | 1820 |
| 1,2 | 1320 | 1389 | 1806 |
| 1,4 | 1303 | 1362 | 1791 |
| 1,6 | 1281 | 1343 | 1779 |
| 1,8 | 1292 | 1367 | 1766 |
| 2,0 | 1374 | 1437 | 1754 |
| 2,2 | 1455 | 1507 | 1741 |
| 2,4 | 1519 | 1586 | 1729 |
| 2,6 | 1576 | 1646 | 1715 |
| 2,8 | 1642 | 1722 | 1702 |
| 3,0 | 1711 | 1780 | 1692 |
| 3,2 | | | 1677 |
| 3,4 | | | 1664 |
| 3,6 | | | 1652 |
| 3,8 | | | 1642 |
| 4,0 | | | 1626 |
| 4,2 | | | 1617 |
| 4,4 | | | 1623 |
| 4,6 | | | 1653 |
| 4,8 | | | 1686 |
| 5,0 | | | 1717 |
| 5,2 | | | 1747 |
| 5,4 | | | 1779 |
| 5,6 | | | 1815 |
| 5,8 | | | 1849 |
| 6,0 | | | 1876 |
| 6,2 | | | 1911 |
| 6,4 | | | 1943 |
| 6,6 | | | 1972 |

c) graphische Auftragung der drei Messreihen:

(Auftragung der Leitfähigkeit κ gegen den Verbrauch an 0,1m ZnSO₄-Lösung in ml)

siehe die folgenden drei Seiten:

1. Probe (20ml)

(mussten wir leider auf mm-Papier machen...)

2. Probe (20ml)

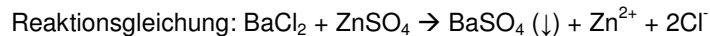
(mussten wir leider auf mm-Papier machen...)

3. Probe (50ml)

(mussten wir leider auf mm-Papier machen...)

d) Bestimmung des Gehaltes an Ba²⁺ (mg/100ml) aus den ermittelten Äquivalenzpunkten der drei Messreihen

1. Probe:



Berechnung der Stoffmenge n an verbrauchter ZnSO₄-Lösung am Äquivalenzpunkt:

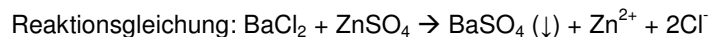
$$n(\text{ZnSO}_4) = V(\text{ZnSO}_4) \cdot c(\text{ZnSO}_4) = \mathbf{1,71\text{ml}} \cdot 0,1\text{mol/l} = 0,171\text{mmol}$$

$$\rightarrow n(\text{BaCl}_2) = n(\text{ZnSO}_4) = n(\text{Ba}^{2+}) = 0,171\text{mmol}$$

Berechnung der Masse m(Ba²⁺) in den 20ml: $m(\text{Ba}^{2+}) = n(\text{Ba}^{2+}) \cdot M(\text{Ba}^{2+}) = 0,171\text{mmol} \cdot 137,33\text{g/mol} = \mathbf{23,48\text{mg}}$

Umrechnung auf 100ml: $m(\text{Ba}^{2+}) = \mathbf{117,42\text{mg}}$ in 100ml der 1. Probe

2. Probe:



Berechnung der Stoffmenge n an verbrauchter ZnSO₄-Lösung am Äquivalenzpunkt:

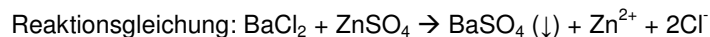
$$n(\text{ZnSO}_4) = V(\text{ZnSO}_4) \cdot c(\text{ZnSO}_4) = \mathbf{1,69\text{ml}} \cdot 0,1\text{mol/l} = 0,169\text{mmol}$$

$$\rightarrow n(\text{BaCl}_2) = n(\text{ZnSO}_4) = n(\text{Ba}^{2+}) = 0,169\text{mmol}$$

Berechnung der Masse m(Ba²⁺) in den 20ml: $m(\text{Ba}^{2+}) = n(\text{Ba}^{2+}) \cdot M(\text{Ba}^{2+}) = 0,169\text{mmol} \cdot 137,33\text{g/mol} = \mathbf{23,21\text{mg}}$

Umrechnung auf 100ml: $m(\text{Ba}^{2+}) = \mathbf{116,04\text{mg}}$ in 100ml der 2. Probe

3. Probe:



Berechnung der Stoffmenge n an verbrauchter ZnSO₄-Lösung am Äquivalenzpunkt:

$$n(\text{ZnSO}_4) = V(\text{ZnSO}_4) \cdot c(\text{ZnSO}_4) = \mathbf{4,32\text{ml}} \cdot 0,1\text{mol/l} = 0,432\text{mmol}$$

$$\rightarrow n(\text{BaCl}_2) = n(\text{ZnSO}_4) = n(\text{Ba}^{2+}) = 0,432\text{mmol}$$

Berechnung der Masse m(Ba²⁺) in den 50ml: $m(\text{Ba}^{2+}) = n(\text{Ba}^{2+}) \cdot M(\text{Ba}^{2+}) = 0,432\text{mmol} \cdot 137,33\text{g/mol} = \mathbf{59,33\text{mg}}$

Umrechnung auf 100ml: $m(\text{Ba}^{2+}) = \mathbf{118,65\text{mg}}$ in 100ml der 3. Probe

e) Gesamtergebnis dieser konduktometrischen Titration:

Als Wert für die konduktometrische Titration von BaCl₂ mit ZnSO₄ wird der Mittelwert aller drei Messungen gebildet:

$$\rightarrow m(\text{Ba}^{2+}) \text{ in } 100\text{ml Probe: } \mathbf{117,37\text{mg}}$$

3. Bestimmung der Äquivalentleitfähigkeit der ZnSO₄-Lösung

a) Beschreibung von Versuchsaufbau und –durchführung:

(s. 5. Anhang: Praktikumsanleitung)

b) Messergebnisse:

Zu 50ml deionisiertem Wasser wurde die entsprechende Menge 0,01m ZnSO₄-Lösung gegeben und die Leitfähigkeit gemessen:

(für weitere Graphen benötigte Größen wurden dieser Tabelle gleich angefügt; Λ_{eq} wurde nach der Praktikumsanleitung wie folgt berechnet: $\Lambda_{eq} = \kappa_{ZnSO_4} / (2 * c(ZnSO_4))$)

| Zugabe an 0,01m ZnSO ₄ [ml] | gesamt zugegebenes Vol. (Σ) [ml] | gesamt zugegebenes n(ZnSO ₄) [mol] | $\kappa_{gemessen}$ [μ S/cm] | κ_{ZnSO_4} [μ S/cm] | c(ZnSO ₄) [mol/l] | $c^{1/2}$ (*10 ⁻³) | Λ_{eq} [Scm ² /mol] |
|--|---|--|--------------------------------------|------------------------------------|----------------------------------|-----------------------------------|---|
| 0,00 | 0,00 | 0 | 1,0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 0,15 | 0,15 | 1,5*10 ⁻⁶ | 7,3 | 6,3 | 2,99*10 ⁻⁵ | 5,47 | 1,054*10 ² |
| 0,35 | 0,50 | 5*10 ⁻⁶ | 24,2 | 23,2 | 9,9*10 ⁻⁵ | 9,95 | 1,172*10 ² |
| 0,65 | 1,15 | 1,15*10 ⁻⁵ | 52,5 | 51,5 | 22,48*10 ⁻⁵ | 14,99 | 1,145*10 ² |
| 0,95 | 2,10 | 2,1*10 ⁻⁵ | 87,7 | 86,7 | 40,3*10 ⁻⁵ | 20,07 | 1,076*10 ² |
| 2,90 | 5,00 | 5*10 ⁻⁵ | 180,5 | 179,5 | 90,9*10 ⁻⁵ | 30,15 | 0,987*10 ² |
| 5,00 | 10,00 | 1*10 ⁻⁴ | 309 | 308 | 166,7*10 ⁻⁵ | 40,83 | 0,923*10 ² |
| 7,00 | 17,00 | 1,7*10 ⁻⁴ | 440 | 439 | 253,7*10 ⁻⁵ | 50,37 | 0,865*10 ² |

c) graphische Auftragungen:

...von κ als Funktion der Konzentration und

...von Λ als Funktion von $c^{1/2}$

auf den folgenden zwei Seiten:

κ als Funktion der Konzentration

(mussten wir leider auf mm-Papier machen...)

Δ als Funktion von $c^{1/2}$

(mussten wir leider auf mm-Papier machen...)

Die Äquivalentleitfähigkeit von ZnSO_4 bei unendlicher Verdünnung (= Grenzäquivalentleitfähigkeit Λ_0) durch Extrapolierung aus dem Graphen beträgt: **$\Lambda_0 = 125 \text{ Scm}^2/\text{mol}$**
Der Literaturwert für Λ_0 bei 25°C beträgt: $132,8 \text{ Scm}^2/\text{mol}$.

4. Photometrische Co^{2+} -Bestimmung und UV-Spektrum einer Lösung von $(\text{NH}_4)_2[\text{Co}(\text{SCN})_4]$

a) Beschreibung von Versuchsaufbau und -durchführung

(s. 5. Anhang: Praktikumsanleitung)

b) Messergebnisse:

(hier wurden die Ausdrücke eingeklebt)

c) Bestimmung der Konzentration der Probelösung

→ Mehrpunktkalibrierung:

Der Graph aus den Daten ist auf der *folgenden Seite* zu sehen.

| Kalibrierlösung mit ...mg Co ²⁺ /100ml | Konz. der 1:10-Verdünnung der Kalibrierlösungen | gemessene T-Werte in %: | errechnete E-Werte: |
|--|--|----------------------------|---------------------|
| 0 | 0 mg/ml | 100,0 | 0 |
| 20 | 2*10 ⁻² mg/ml | 69,4 | 0,1586 |
| 25 | 2,5*10 ⁻² mg/ml | 63,8 | 0,1952 |
| 30 | 3*10 ⁻² mg/ml | 56,6 | 0,2472 |
| 35 | 3,5*10 ⁻² mg/ml | 47,3 | 0,3251 |
| 40 | 4*10 ⁻² mg/ml | 48,9 | 0,3107 |
| Probelösung ?? | ?? | 57,3 | 0,2418 |

Aus dem Graphen ergibt sich eine Konzentration der 1:10-Verdünnung der Probelösung von **3,04*10⁻² mg/ml**.

Das heißt, die unverdünnte Probe enthielt (x10) 3,04*10⁻¹ mg(Co²⁺) pro ml

→ in den **100ml der Probe** waren **30,4mg Co²⁺** enthalten.

→ Einpunktkalibrierung:

Eine geeignete Kalibrierlösung ist die mit 20mg Co²⁺, weil dieser Wert genau auf dem Graph der Funktion

$E = f(c[\text{mg/ml}])$ liegt.

Aus $E_{\text{kal}} * c_{\text{prob}} = E_{\text{prob}} * c_{\text{kal}}$ ergibt sich:

$c_{\text{prob}} = (E_{\text{prob}} * c_{\text{kal}}) / E_{\text{kal}} = (0,2418 * 2 * 10^{-2} \text{ mg/ml}) / 0,1586 = \mathbf{3,049 * 10^{-2} \text{ mg/ml}}$ (in der 1:10-Verdünnung der Probe)

→ **100ml** der unverdünnten Probe enthielten: **30,49mg Co²⁺**.

Graph zur Mehrpunktkalibrierung:

$$E = f([\text{Co}^{2+}][\text{mg/ml}])$$

(mussten wir leider auf mm-Papier machen...)

5. Anhang: Praktikumsanleitung

(Die bekommt man von Dr. Neubrand)