

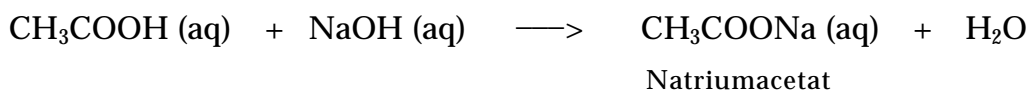
Titration von Speise-Essig

Wir werden in diesem Versuch die Konzentration der Essigsäure in verschiedenen Essigsorten mittels Titration bestimmen. Dabei geben wir so lange Natronlauge zur Essigsäurelösung, bis uns der Farbumschlag eines Indikators anzeigt, dass die ganze Essigsäure im Essig neutralisiert wurde. Aus der verwendeten Menge Natronlauge lässt sich die Konzentration der Essigsäure im Essig bestimmen.

Essig enthält neben Wasser, Salz, Aroma- und Farbstoffen als wesentlichen Bestandteil **Essigsäure** (CH_3COOH , HAc), und zwar mindestens 4%.

Natronlauge ist eine wässrige Lösung von Natriumhydroxid (NaOH).

Reaktion von Essigsäure mit Natronlauge:



Abschätzung der benötigten Menge Natronlauge

Gemäss Reaktionsgleichung braucht es zur Neutralisierung von einem Essigsäuremolekül ein Hydroxidion, d.h. zur Titration einer bestimmten Anzahl mol Essigsäure braucht es die gleiche Anzahl mol Natronlauge:

$$\text{Anzahl mol Säure} = \text{Anzahl mol Base}$$

$c_{\text{Säure}} \cdot V_{\text{Säure}} = c_{\text{Base}} \cdot V_{\text{Base}}$

gesucht festgelegt festgelegt Ergebnis der Titration

Titration [frz.titer = Feingehalt]

Analytisches Verfahren, bei dem die Reagenzlösung tropfenweise zugesetzt wird, bis ein Indikator das Ende der Reaktion anzeigt.

Zur Abschätzung der benötigten Menge Natronlauge zur Titration von 10 ml Essig nehmen wir an, die Konzentration an HAc betrage genau 4%:

Molmasse von HAc: g/mol

Konzentration von HAc in M: M (Annahme: 1ml $\hat{=}$ 1g)

Wieviele mol HAc sind in 10 ml 4% HAc enthalten? mol

Wieviele mol NaOH werden für die Titration benötigt? mol

Wieviele ml 1M NaOH werden für die Titration benötigt? ml

Durchführung

Die Titration wird mit 1,00 M NaOH(aq) durchgeführt. Als Indikator verwendet man Phenolphthalein; der erste überschüssige Tropfen Natronlauge färbt dieses rot-violett.

1. Bürette mit 1 M NaOH füllen (**Achtung Verätzungsgefahr: nicht über Augenhöhe arbeiten!, Schutzbrille!**) und zwar etwa 3-4 cm über die Nullmarke. Bis genau zur Nullmarke ins Abfallgefäss ausfliessen lassen. Als Ablesehilfe dient der blaue Emailstreifen (Schellbachstreifen, siehe Abb. 14). Die Bürettenspitze muss frei von Luftblasen sein.

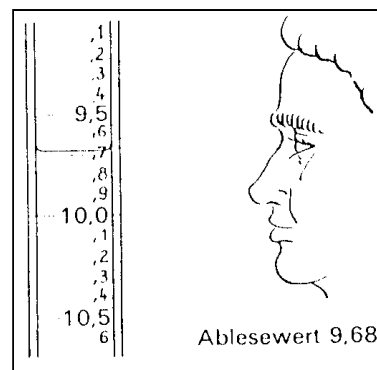


Abb. 1: Ablesen einer Bürette

2. Genau 10,0 ml Essig ins Becherglas (250 ml, hoch) einpipettieren. Ablesung beim tiefsten Punkt des Meniskus. Beim Ausfliessenlassen muss die Pipettenspitze in Kontakt mit der Becherglaswand sein; 5 - 10 Sekunden warten; **nicht ausblasen!** Glaswand mit ITW spülen.

Meniskus [gr.ménískos = Mönchchen] gewölbte Oberfläche von Flüssigkeiten

3. Mit ITW auf etwa 40 ml verdünnen. Magnetfisch zugeben. Einen Spritzer (nicht mehr) Phenolphthalein-Lösung zugeben. Becher auf dem Magnet-rührer mit einem weissen Papier unterlegen, damit der Farbumschlag besser sichtbar wird. Rührer einschalten - beste Durchmischung erreichen Sie, wenn Sie den Fisch im Glas etwas exzentrisch laufen lassen.

4. Titrieren:

Natronlauge langsam **neben** dem Rührwirbel zutropfen lassen. Einen ungefähren Richtwert des Verbrauchs haben Sie in Übung 6 berechnet.

Sobald die Farbwolke beständiger wird, langsamer zutropfen lassen. Die Titration ist beendet, wenn ein knapp rosaroter Farbton etwa 15 Sekunden lang bestehen bleibt.

Kurz vor dem Indikator-Umschlag verdunkelt sich der Essig, weil seine eigenen Farbstoffe auch pH-abhängig sind. Diese Farbänderung soll Sie nicht beirren.

5. Weitere Titrationsen:

Zum **alten** Reaktionsgemisch erneut 10 ml Essig dazupipettieren (wie Punkt 2); **kein** neues Phenolphthalein. (Aus Gründen der Fehlerfortpflanzung ist dieses Verfahren besser als etwa die Gefässe auszuwaschen und neu anzufangen.)

6. Insgesamt etwa drei bis fünf Titrationsen durchführen.

Auswertung

Art des Essigs (Etikette):

Titration	Bürettenstand [ml]	Einzelverbrauch 1 M NaOH [ml]	Fehlerrechnung $(x - \bar{x})^2$
1		x =	
2			
3			
4			
5			
Durchschnitt		$\bar{x} =$ ml	$\Sigma =$

Fehlerrechnung:

Der Fehler unseres Resultats ist umso kleiner,

a) je *genauer* die Messungen sind

b) je *grösser die Anzahl* Messungen ist, die wir durchführen.

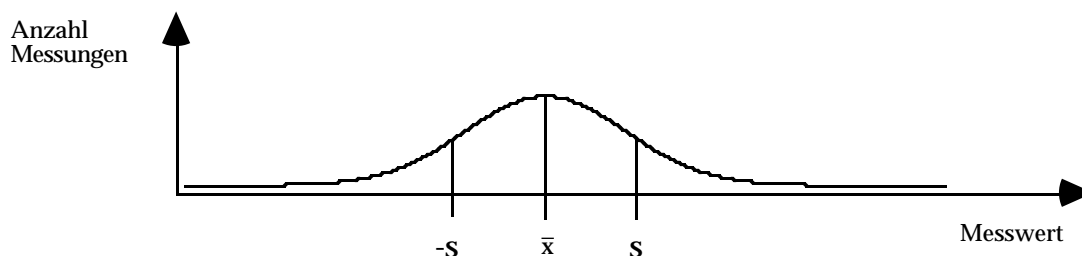
a) Ein Mass dafür, wie *genau* die Messungen sind, ist die Standardabweichung s

$$\text{Standardabweichung } s = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$\sum (x - \bar{x})^2$: Summe der Abweichungen vom Mittelwert

n : Anzahl Messungen

Werden die Einzelmessungen graphisch aufgetragen (Anzahl Messungen gegen den Messwert), so bilden sie eine sog. Gauss'sche Kurve. Die Kurve ist dabei umso "schmäler", je genauer die Messwerte sind:



b) Je grösser die *Anzahl Messungen* ist, die wir durchführen, desto näher liegt der Mittelwert \bar{x} unserer Messungen beim wahren Wert (in unserem Fall der Essigsäurekonzentration).

Dieser Faktor wird berücksichtigt, indem die Standardabweichung s mit dem Faktor $\frac{t}{\sqrt{n}}$ multipliziert wird. Der Wert t richtet sich dabei nach der Irrtumswahrscheinlichkeit α , mit der wir den Fehler angeben möchten. Meistens wird eine Irrtumswahrscheinlichkeit von 5% angegeben:

n	2	3	4	5
t ($\alpha=5\%$)	12.7	4.30	3.18	2.93

Das Resultat der Messungen wird folgendermassen angegeben: $\bar{x} \pm \frac{t}{\sqrt{n}} \cdot s$

und bedeutet: Mit einer Irrtumswahrscheinlichkeit von 5% liegt der wahre Wert im angegebenen sog. Vertrauensintervall.

Berechnung des Essigsäuregehaltes

Ergebnis der Titration: $V_B = \bar{x} \pm \frac{t}{\sqrt{n}} \cdot s = \dots \pm \dots$ ml

Aus dem Mittelwert des verbrauchten Volumens an Natronlauge ($\bar{x} \triangleq V_B$) lässt

sich die Konzentration an Essigsäure berechnen:

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

$$c_S = \frac{c_B \cdot V_B}{V_S} =$$

Konzentration der Essigsäure in M: $c_S = \dots \pm \dots$ M

Gehalt in g/l: $G = c_S \cdot \text{Molmasse}_{\text{HAc}}$ $G = \dots \pm \dots$ g/l

Gehalt in Massenprozenten, bzw. "Grad"): $G\% = \dots \pm \dots$ %
(oder°)

Vergl.: Essigsäuregehalt laut Deklaration: $G\% = \dots$ % (oder°)

Reinigungsarbeiten

Vollpipette: 3x Leitungswasser (drehen!); Aceton; im Pipetten-Gestell versorgen.

Magnetfisch: Leitungswasser; Aceton; auf Rührmotor versorgen.

Bürette:

1. Abfallglas unterstellen und unverbrauchte Natronlauge herausfliessen lassen.
2. Hahn lockern (nicht ganz lösen!) und dann beim Spülen hin und her schieben, damit auch die Dichtflächen gewaschen werden.
3. Spülen: Reichlich; innen und aussen; jeweils völlig ausfliessen lassen:
2x Leitungswasser
1x verdünnte Säure aus Spritzflasche (rot gefärbt)
2x Leitungswasser
2x Aceton
4. Im letzten Schrank rechts versorgen

Materialliste

Allgemein

- 1M NaOH (ca. 1 Liter)
- verschiedene Essig - Sorten

Pro Arbeitsplatz

- Bürette, an Stativ fixiert
- Magnetührer und Fisch
- Vollpipette 10 ml
- Becherglas 100 ml (als Abfallglas)
- Becherglas 250 ml hohe Form (als Titrationsgefäss)
- Phenolphthalein - Lösung