

## Hinweise für den Lehrer

Bei der Halbmikrotitration wird mit sehr kleinen Mengen gearbeitet. Das Abmessen der Probelösung und die Zugabe der Titrierlösung erfolgt über eine Kunststoffspritze, 1 ml (sog. Tuberkulinspritze). Es gelingt meistens nicht, die Flüssigkeit luftblasenfrei aufzuziehen. Um eine Luftblase aus der Spritze zu entfernen, hält man die Spritze mit der Öffnung senkrecht nach oben und schnipst mit dem Finger so lange gegen die Spritze, bis die Luftblase nach oben steigt und man diese dann herausdrücken kann.

Kanülen werden in einer Kanülenbox extra gesammelt und erst später, wenn die Box voll ist, im Hausmüll entsorgt.

## Aufgabenstellung

Du wirst eine Citronensäure-Lösung, 0,1 mol/l herstellen und nach der Methode der Halbmikrotitration titrieren. Das Ziel einer Titration ist es, die Konzentration einer Lösung zu bestimmen. Da Du die Konzentration der Citronensäure-Lösung bereits kennst, kannst Du kontrollieren, ob Du richtig gearbeitet und ausgewertet hast.

## Sicherheitshinweise

- **Citronensäure-1-Hydrat:** H319 Verursacht schwere Augenreizung; P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
- **Natronlauge 0,1 mol/l:** H290 Kann gegenüber Metallen korrosiv sein. P390 Verschüttete Mengen aufnehmen, um Materialschäden zu vermeiden.



## Entsorgung

- Die Lösungen können im Ausguss entsorgt werden.
- Kanülen in einer eigenen Kanülenbox sammeln, nicht im Restmüll entsorgen. Spritzen werden im Restmüll entsorgt

## Chemikalien

Anz.	Material	Katalognummer	Info	✓
	Citronensäure-1-hydrat, 250 g, C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub> x H <sub>2</sub> O	671 5610		✓ X
	Bromthymolblau-Lösung, 0,1 %, 50 ml	671 0800		✓ X
	Natronlauge, 0,1 mol/l, 500 ml	673 8410		✓ X

## Materialliste

Anz.	Material	Katalognummer	Info	✓
1	Messkolben, 50 ml		pro Gruppe	✓ X
2	1 ml Einwegspritzen		pro Gruppe	✓ X
1	Kanüle		pro Gruppe	✓ X
3	Erlenmeyerkolben, 25 ml		pro Gruppe	✓ X

## Titration von Zitronensäure

Anz.	Material	Katalognummer	Info	
1	Waage, 0,01 g Genauigkeit (für die ganze Übungsgruppe)		für alle	✓ X
1	Wägeschiffchen		pro Gruppe	✓ X

### Wieviel Citronensäure musst Du einwiegen?

Um zu ermitteln, wieviel Citronensäure-1-Hydrat für 50 ml einer 0,1 mol/l Lösung abgewogen werden müssen, benötigt man zwei Formeln:

$$c = \frac{n}{V} \quad (1)$$

Dabei steht c für Konzentration in mol/l, n für Stoffmenge in mol und V für Volumen in l.

1. Stelle die Formel so um, dass Du sie ausrechnen kannst, welche Stoffmenge für 50 ml einer 0,1 mol/l - Lösung benötigt werden. Führe die Rechnung durch.

$$n = c \cdot V; n = 0,1 \text{ mol/l} \cdot 0,05 \text{ l}; n = 0,005 \text{ mol}; \quad (2)$$

Es müssen 0,005 mol eingewogen werden.

Um die benötigte Menge abwiegen zu können, wird die Stoffmenge in die Masse umgerechnet. Diese Formel kennst Du schon:

$$n = \frac{m}{M} \quad (3)$$

2. Zuerst musst Du die Molare Masse von Citronensäure-1-Hydrat ermitteln. Die Formel findest Du in der Tabelle unter dem Gleiderungspunkt **Chemikalien**.

*Bei Formeln mit Kristallwasser, wie bei Citronensäure-1-Hydrat, wird die Molare Masse des Wassers zur Molaren Masse der Zitronensäure addiert, nicht multipliziert!*

Trage das Ergebnis in die nächste Zeile ein:

$$M \text{ (Citronensäure-1-Hydrat)} = 210 \text{ g/mol}$$

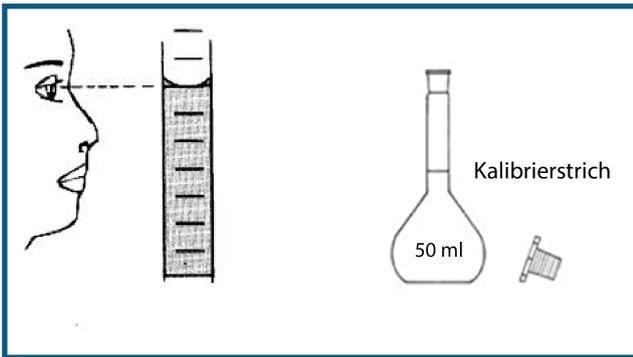
3. Stelle die Formel nach der Masse um, setze das Ergebnis aus Schritt 1 ein. Jetzt kannst Du ausrechnen, wieviel Du einwiegen musst. Trage Formel und Ergebnis in die nächste Zeile ein:

$$m = n \cdot M; m = 0,005 \text{ mol/l} \cdot 210 \text{ g/mol}; m = 1,05 \text{ g} \quad (4)$$

Es müssen 1,05 g Citronensäure-1-Hydrat eingewogen werden.

### Herstellung der Maßlösung

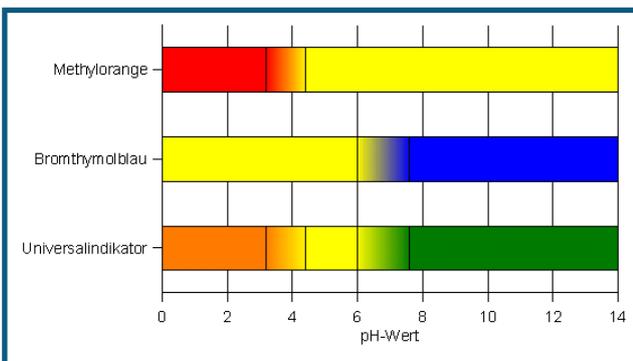
4. Die in Aufgabe 2 berechnete Menge wird von Dir in einem Wägeschiffchen auf der Waage abgewogen.
5. Überführe die Menge verlustfrei in den Messkolben und fülle mit dest. Wasser bis zum Kalibrierstrich auf. Beachte dabei folgende Abbildung:



6. Verschließe den Messkolben mit einem Stopfen und drehe den Kolben mehrmals über Kopf, damit sich das Citronensäurepulver komplett löst und die Lösung gleichmäßig durchmischt wird.

## Durchführung der Halbmikrotitration

Der Umschlag der Titration wird mit Hilfe eines Indikators bestimmt. Bei dieser Titration wird der Indikator Bromthymolblau verwendet.



7. Welche Farben hat der Indikator Bromthymolblau im sauren, neutralen und alkalischen?

im Sauren: rot; im neutralen: grün; im alkalischen: blau

8. 1,0 ml der selbst hergestellten Zitronensäure-Lösung wird mit der 1 ml Spritze aufgesaugt und in den 25 ml Erlenmeyerkolben gegeben. Achte dabei darauf, dass sich keine Luftblasen in der Spritze befinden. Du siehst im folgenden Bild eine solche Spritze abgebildet:



### Tipp:

Um die Spritze luftblasenfrei zu bekommen, Spritze senkrecht nach oben halten und mit den Fingern dagegen schnipsen, bis die Luftblase nach oben steigt.

Luftblase dann herausdrücken und weiter befüllen.

9. Verdünne mit dest. Wasser auf 15 ml, es genügt die Skalierung des Kolbens.  
10. Gebe einige Tropfen Bromthymolblau-Lösung als Indikator zu. Die Lösung hat jetzt folgende Farbe:

Die Lösung ist gelb.

## Titration von Zitronensäure

11. Eine neue 1 ml Einwegspritze mit Natronlauge, 0,1 mol/l aufziehen (luftblasenfrei) und in schneller Abfolge diese zur Citronensäure-Lösung geben, bis der Umschlagpunkt erreicht ist.  
Nach jeder Zugabe den Erlenmeyerkolben schwenken. Es kann sein, dass Du die Spritze nochmals füllen musst. Am Umschlagpunkt hat die Lösung folgende Farbe:

Die Lösung ist grün bzw. blau

12. Notiere Dir den Verbrauch an Natronlauge:

Es wurden 3,0 ml verbraucht.

13. Führe die Titration noch drei mal durch, du kannst bis kurz vor dem Umschlagpunkt die Menge an Natronlauge schnell zugeben, kurz vor dem Umschlagpunkt wird eine Kanüle aufgesetzt und langsam Tropfen für Tropfen zugegeben. Trage jeweils den Verbrauch in die nächste Zeile ein, bilde auch den Mittelwert aus allen drei Titrationen.

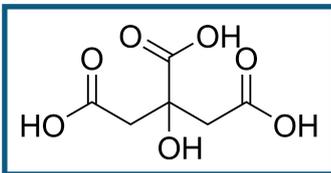
Es wurden 3,0 ml verbraucht

14. Stelle nochmals alle Daten der Titration in folgender Tabelle zusammen, schreibe auch die Einheiten in die Tabelle.

	Probe- Volumen bzw. Verbrauch	Konzentration
Citronensäure-Lsg.	1,0 ml	gesucht
Natronlauge	3,0 ml	0,1 mol/l

### Auswertung

Citronensäure ist eine dreiprotonige Säure mit folgender Struktur:



15. Erkläre, warum ein Molekül Citronensäure nur drei und nicht vier Protonen abgeben kann.

Citronensäure besitzt nur drei Säuregruppen, neben einer -OH-Gruppe, die aber keine Protonen abgeben kann.

16. Formuliere für die Neutralisation die Reaktionsgleichung, verwende als Abkürzung für die Citronensäure  $H_3A$  (Hinweis: A steht für Acid).



Der Äquivalenzpunkt ist der Punkt, an dem alle Oxonium-Ionen durch Hydroxid-Ionen neutralisiert worden sind. Am Äquivalenzpunkt gilt daher:

$$\frac{n_{(H_3A)}}{n_{(NaOH)}} = \frac{1}{3} \quad (5)$$

17. Erkläre, wie man auf dieses Verhältnis von 1 : 3 kommt:

Aus der Reaktionsgleichung: 1 mol Citronensäure reagiert mit 3 mol Natronlauge

18. Ersetze die Stoffmenge  $n_{(H_3A)}$  durch den Term  $c \cdot V$  unter Verwendung passender Indici und berechne die Konzentration der Citronensäure  $c_{(H_3A)}$ .

$$c_{(H_3A)} = \frac{1}{3} \cdot \frac{c_{(NaOH)} \cdot V_{(NaOH)}}{V_{(H_3O^+)}} \quad (6)$$

$$c_{(H_3A)} = 0,1 \text{ mol/l} \quad (7)$$

19. Vergleiche Dein Ergebnis mit der Konzentration, die Du hergestellt hast. Wie ist Dein Ergebnis?

Die eingewogene Konzentration und die über die Titration berechnete Konzentration stimmen überein.

### Aufgaben zum Versuch

20. Gebe eine allgemeine Formel an, mit der man die Konzentration einer Säure durch Titration mit einer Base bekannter Konzentration berechnen kann. Verwende als Symbol für die Koeffizienten das Symbol der Stoffmenge  $n$ . Verwende als Indici die Begriffe Säure bzw. Base.

$$c_{(Säure)} = \frac{n_{(Säure)}}{n_{(Base)}} \cdot \frac{c_{(Base)} \cdot V_{(Base)}}{V_{(Säure)}} \quad (8)$$

21. Ein Messkolben ist innen noch feucht. Kann er für die Herstellung der 0,1 mol/l Citronensäurelösung verwendet werden?

Ja, natürlich. Es wird ja sowieso mit Wasser bis zum Kalibrierungsstrich aufgefüllt.

22. Wieso ist es nicht so wichtig, im Schritt 9 auf genau 15 ml aufzufüllen?

Die Menge an Säure-Ionen verändert sich dadurch nicht, sie wird nur verdünnt.

23. Rechne um, welche Masse Citronensäure in 50 ml der hergestellten Citronensäure-Lösung vorhanden war (nicht das eingewogene Citronensäure-Hydrat):

$$n = c \cdot V, \text{ mit } n = \frac{m}{M} \quad \text{gilt: } m = c \cdot V \cdot M \quad (9)$$

$$m = 0,1 \text{ mmol/ml} \cdot 50 \text{ ml} \cdot 192 \text{ mg/mol}; m = 960 \text{ mg}$$

24. Welche Konzentration in % hat die von Euch hergestellte Citronensäure-Lösung.

Etwa 0,2 %.