

Protokoll: Ansetzen und Einstellen einer 0,1N NaOH

Aufgabenstellung: Herstellung und Einstellung einer 0,1N carbonatarmen Natronlauge

Geräte: - Becherglas
- Vollpipette
- Erlenmeyerkolben Weithals
- Bürette

Chemikalien: - Natronplättchen
- 0,1N HCl
- Indikator (Methylrot/ Phenolphthalein)

Durchführung:

Die verwendete NaOH sollte glasig sein und nicht weiß verkrustet. Nach dem Abwiegen (ca. 2,5 - 3g) kurz mit Wasser überspülen und dann in 500ml abgekochtem Wasser lösen. Nach dem Durchmischen wird die noch heiße Natronlauge in eine dicht schließende Polyethylen Flasche gefüllt und auf Raumtemperatur abgekühlt.

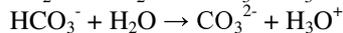
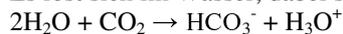
Einstellen der Natronlauge:

Von der ausstehenden 0,1M HCl werden exakt 10 oder 20ml in einen Erlenmeyerkolben pipettiert, auf ca. 100ml verdünnt und mit der einzustellenden Natronlauge gegen Methylrot titriert. Nach dem Ersten Umschlag wird aufgeköcht, wieder abgekühlt und austitriert. Zum Vergleich titriert man einige Proben gegen Phenolphthalein in der Kälte.

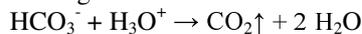
Theorie:

Eine Fehlerquelle bei der Einstellung der Natronlauge ist das in der Raumluft enthaltene CO₂.

Es löst sich im Wasser, dabei stellen sich folgende Gleichgewichte ein:



Das heißt die Lösung reagiert sauer. Beim Erhitzen wird nach folgender Reaktionsgleichung das CO₂ aus der Lösung entfernt:



Es liegt wieder ein neutraler pH-Wert vor.

Um den Einfluß des Carbonat zu verringern wird nach dem Ersten Umschlagspunkt die Lösung aufgeköcht (CO₂ entweicht), falls dann eine Farbänderung auftritt (zurück zum Säuren), wird erneut bis zum Umschlagspunkt titriert.

Der Umschlagsbereich von Methylrot liegt zwischen pH 4,8 und 6. Die Farbe ändert sich von Rot nach Gelb über Orange.

Messwerte:

Gegen Methylrot:

V₁ = 8,2ml V₂ = 8,15ml V₃ = 8,1ml V₄ = 8,2ml V₅ = 8,2ml V₆ = 8,2ml V₇ = 8,2ml
V₈ = 8,2ml V₉ = 8,15ml V₁₀ = 8,1ml

Gegen Phenolphthalein:

V₁ = 8,2ml V₂ = 8,25ml V₃ = 8,2ml

$$n(\text{HCl}) = n(\text{NaOH}) = c(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l} \cdot 0,011 = 0,001 \text{ mol}$$

$$n(\text{NaOH}) = c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH})$$

Mittelwertbildung nur aus den bei Titration gegen Methylrot erhaltenen Werten:

$$\bar{V} = \frac{\sum V_i}{i} = 8,17 \text{ ml}$$

Konzentration der hergestellten Natronlauge:

$$c(\text{NaOH}) = n(\text{NaOH}) / V(\text{NaOH}) = 0,001 \text{ mol} / 0,00871 = 0,1224 \text{ mol/l}$$

Fehlerbetrachtung:

Volumen:

$$\text{Standardabweichung des Volumens: } s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = 0,042 \text{ ml} = 4,2 \cdot 10^{-5} \text{ l}$$

$$\text{Vertrauensintervall: } \mu = \bar{x} \pm \frac{t \cdot s}{\sqrt{n}}$$

Für 95% ige Sicherheit: $t = 2,76$

$$\mu = 8,17 \text{ ml} \pm \frac{2,76 \cdot 0,042}{\sqrt{10}} \text{ ml} = 8,17 \text{ ml} \pm 0,036 \text{ ml}$$

Für 99% ige Sicherheit: $t = 3,17$

$$\mu = 8,17 \text{ ml} \pm \frac{3,17 \cdot 0,042}{\sqrt{10}} \text{ ml} = 8,17 \text{ ml} \pm 0,038 \text{ ml}$$

Konzentration:

V[ml]	c[mol/l]
8,2	0,1219
8,15	0,1226
8,1	0,1234
8,2	0,1219
8,2	0,1219
8,2	0,1219
8,2	0,1219
8,2	0,1219
8,2	0,1219
8,15	0,1226
8,1	0,1234

$$\bar{c} = \frac{\sum c_i}{i} = 0,1224 \text{ mol/l}$$

$$\text{Standardabweichung der Konzentration: } s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = 6,3 \cdot 10^{-4} \text{ mol/l}$$

$$\text{Vertrauensintervall: } \mu = \bar{x} \pm \frac{t \cdot s}{\sqrt{n}}$$

Für 95% ige Sicherheit: $t = 2,76$

$$\mu = 0,1224 \frac{\text{mol}}{\text{l}} \pm \frac{2,76 \cdot 6,3 \cdot 10^{-4}}{\sqrt{10}} \frac{\text{mol}}{\text{l}} = 0,1224 \frac{\text{mol}}{\text{l}} \pm 5,49 \cdot 10^{-4} \frac{\text{mol}}{\text{l}}$$

Für 99% ige Sicherheit: $t = 3,17$

$$\mu = 0,1224 \frac{\text{mol}}{\text{l}} \pm \frac{3,17 \cdot 6,3 \cdot 10^{-4}}{\sqrt{10}} \frac{\text{mol}}{\text{l}} = 0,1224 \frac{\text{mol}}{\text{l}} \pm 6,3 \cdot 10^{-4} \frac{\text{mol}}{\text{l}}$$

Auftretende Fehler:

- Ungenauigkeiten beim Abpipettieren der Lösungen
- Übertitration
- Ungenauigkeit der Bürette und der Vollpipetten
- Benutzung von unterschiedlichen Mengen Indikator zur Titration
- Temperatur (Geräte sind auf 20°C geeicht)
- falsches Ablesen der Bürette
- Carbonatgehalt der Natronlauge

Welche Fehler sind vermeidbar welche nicht?

Völlig vermeidbar sind grobe Fehler wie falsches Ablesen der Bürette oder Benutzung von unterschiedlichen Mengen Indikator. Grobe Übertitration kann in gewissem Maße vermieden werden, allerdings erkennt unser Auge eine Farbkomponente erst bei ca. 10fachem Überschuß, was bedeutet, dass eine gewisse „Übertitration“ nicht vermieden werden kann. Der Carbonatgehalt, der indirekt bei der Titration Fehler verursacht, kann durch sehr sauberes Arbeiten gering gehalten werden, völlig carbonatfreie Natronlauge herzustellen ist allerdings nicht möglich (Kontakt mit Luft beim Umfüllen usw.).

Zufällige Fehler wie etwa Ungenauigkeiten beim Abpipettieren von Lösungen und aus Temperaturschwankungen resultierende Fehler können nicht vermieden werden, da sie auf der begrenzten Schärfe der menschlichen Sinne und Veränderungen der Umwelt beruhen.

Systematische Fehler sind z.B. Ungenauigkeit der Bürette (ungenauere Eichung), sie können nicht vermieden werden. Wenn der systematische Fehler bekannt ist, kann er korrigiert werden, da sein Vorzeichen immer in die gleiche Richtung hat.