

**Abb. 10:** Gewichtszunahme in einer 1 L-Wasserflasche in Abhängigkeit von der Zahl der aufeinander folgenden Sprudelvorgänge und die Gewichtsabnahme des CO<sub>2</sub>-Zylinders

Anzahl der Spru- delvor- gänge	Kumulativer Gewichts- verlust CO <sub>2</sub> -Zylinder/g	Kumulative Gewichts- zunahme Flasche/g
1	5,43	2,67
2	6,28	3,27
3	7,23	3,50
4	8,54	4,49
5	10,42	5,72

Tab. 3: Gewichtszunahme einer 1-L-Wasserflasche in Abhängigkeit von der Zahl der aufeinander folgenden Sprudelvorgänge (Auslösung des Überdruckventils) und Gewichtsabnahme im CO₂-Zylinder



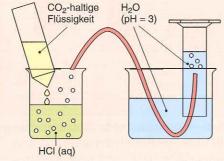


Abb. 11: Foto und schematischer Aufbau der Scheibler-Apparatur zur Bestimmung des CO<sub>2</sub>-Gehaltes des Sprudelwassers

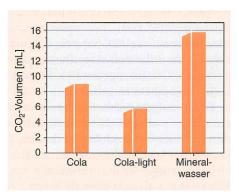


Abb. 12: CO<sub>2</sub>-Gehalt in 20 mL Lösung der untersuchten Flüssigkeiten

Schaumentwicklung und so zu CO<sub>2</sub>-Verlust. Daher ist die gefundene Menge von Kohlendioxid niedriger als die durch gravimetrische Bestimmung nachgewiesene Menge.

#### 4 Zusammenfassung

Aus den hier vorgestellten Betrachtungen leiten sich Zubereitungsempfehlungen für die Herstellung von Softdrinks mit einem Wassersprudler ab. Um viel Kohlensäure in dem fertigen Getränk zu gewährleisten, sollte das Wasser kalt sein und der Sirup in das Wasser gegeben werden, nicht anders herum. Light-Produkte schäumen stärker als Produkte, die mehr natürlichen Zucker enthalten und vermindern

Flüssig- keit	CO₂-Gehalt pro 20 mL Flüssigkeit/ mL	Gewicht CO₂/g L <sup>-1</sup>
Cola	9,0	0,80
Cola-light	5,8	0,52
Sprudel- wasser	15,8	1,40

**Tab. 4:** CO₂-Gehalt in 20 mL Lösung und in g L<sup>-1</sup> der untersuchten Flüssigkeiten bei Raumtemperatur (ca. 25°C)

daher die Menge CO<sub>2</sub> in der fertigen Limonade. Auf den Einfluss der übrigen Inhaltstoffe wie Farb- und Aromastoffe auf das Aufschäumverhalten der verschiedenen Sirupsorten kann an dieser Stelle nicht weiter eingegangen werden, da über diese Substanzen nichts bekannt ist. Es ist aber anzunehmen, dass auch diese Stoffe einen Einfluss auf die gebildete Schaummenge ausüben, da das Süßmittel allein nicht genauso stark schäumte wie der Sirup.

#### 5 Schulversuch

Als Schulversuch kann am Beispiel des Wassersprudlers ein Problem der Schüler aus dem Alltag untersucht werden. Am Beispiel des Gases Kohlenstoffdioxid sollen die Schüler das Prinzip der Löslichkeit von Gasen in Wasser kennen lernen. Sie können so durch verschiedene Experimente erfahren, dass die Löslichkeit von bestimmten Parametern, wie Druck und Temperatur abhängig ist.

HEFT 2/61. JAHRGANG/2012

Kohlensäure kann unter dem Gesichtspunkt "Kennzeichen chemischer Reaktionen" behandelt werden. Aufgrund der Ungefährlichkeit bietet sie sich für Schülerversuche an. So kann zunächst mit einem Wassersprudler Limonade zubereitet werden und dabei die Gewichtszunahme von CO2 bestimmt werden. Bei Zugabe des Sirups kann die Menge des entstehenden Schaumes in einem großen Standzylinder bestimmt werden. Dann kann mit einer Scheibler-Apparatur die nach der Sirupzugabe enthaltene CO2-Menge der Limonade bestimmt werden. Die Ergebnisse von Wasser und Limonade können mit denen von gekauften Softdrinks und Mineralwässern verglichen werden.

An dieser Stelle wird ausdrücklich darauf hingewiesen, dass die verwendeten Geräte Wassersprudler, Sirupe und Sprudelwasser durch Laborchemikalien kontaminiert werden können, wenn diese Versuche im chemischen Labor durchgeführt werden. Wir haben daher das Aufsprudeln außerhalb des Labors vorgenommen und die verschlossenen Flaschen mit dem Sprudelwasser im Labor weiter untersucht. Aus Sicherheitsgründen (unbeabsichtigte Kontamination) sollten weder die zubereiteten Limonaden getrunken noch die ins Labor verbrachten Sirupe und Flaschen danach noch für Limonadenzubereitungen verwendet werden.

#### Literatur

- [1] A. Paschmann, T. de Vries, M. Steinmann, I. Parchmann, Chemkon 7, 2 (2000) S. 85
- [2] W. van der Veer, P. d. Rijke, Chemkon 1 (1994) S. 83
- [3] RÖMPP Online-Version 3.5., Georg Thieme Verlag KG, Stuttgart, 2009.
- [4] F. G. Gandolfo, H. L. Rosano, J. Colloid. Interface Sci. (1997), 194, 31.
- [5] W. Kohnen, S. Teske-Keisera, H. Meyer, H. Loos, M. Pietsch, B. Jansen, Int. J. Hyg. Environ. Health (2004), 208, 415.
- [6] E. Schlichting, H. P. Blume, K. Stahr, Bodenkundliches Praktikum, Blackwell Wissensch., Hamburg, Berlin, 1995.

#### Anschrift der Verfasser

Prof. Dr. Matthias Epple, Universität Duisburg Essen, Institut für Anorganische Chemie, Universitätsstraße 5–7, 45117 Essen, E-Mail: matthias.epple@uni-due.de

# Von der Ampulle zum komplexen HMT-System

Teil 4: Preiswerte Magnetrührer und Mikrobüretten für die Halbmikrotechnik im Eigenbau

#### A. Schad

Es wird die Konstruktion einfacher Magnetrührer und Rührkerne beschrieben, die als Mikrobüretten für alle Formen der Titration im Halbmikromaßstab geeignet sind. Weiterhin wird der Selbstbau von Sensoren für die Aufnahme konduktometrischer Titrationen sowie für potentiometrische Titrationen von homogenen Redoxsystemen beschrieben.

#### 1 Einleitung

In den ersten drei Aufsätzen der vorliegenden Reihe wurden zunächst die Vitasprint-B12-Ampullen als wichtigste Reaktionsgefäße für das an der Liebfrauenschule in Oldenburg entwickelte Experimentiersystem zur Halbmikrotechnik beschrieben [1]. Es wurde die Konstruktion des Stativsystems [2] sowie der verwendeten Heizgeräte und Kühler [3] vorgestellt. Bemerkenswert ist, dass fast alle Komponenten des Systems entweder aus Abfallmaterialien bestehen oder aus preiswerten Einmalartikeln für das medizinisch-chemische Labor hergestellt werden können. Daneben stammen einige Komponenten aus dem Sortiment von Baumärkten bzw. dem Elektronikhandel.

Im vorliegenden Artikel soll der Bau von einfachen Magnetrührern und ihr Einsatz bei Titrationen beschrieben werden. Als Büretten dienen dabei Tuberkulinspritzen, wie auch von verschiedenen Autoren angeregt [4–6].

#### 2 Allgemeines

Eine der wichtigsten Gruppen quantitativer Bestimmungsmethoden der Schulchemie sind Titrationen. Sie beruhen immer auf der durch geeignete Indikation verfolgten quantitativen Reaktion zwischen einem bestimmten Volumen einer Vorlage unbekannter Konzentration und einem Titer bekannter Konzentration. Die ermittelte Messgröße für die quantitative Bestimmung einer Komponente ist dabei das Äquivalenzvolumen des Titers, das etwa durch den Farbumschlag eines Indikators angezeigt wird. Im Schulbereich sind aber vielfach gerade die Prozesse interessant, die während der Titration ablaufen. Deshalb kommt der Aufnahme und der Interpretation von Titrationskurven im Schulbereich eine besondere Bedeutung zu.

Das vorgestellte Experimentiersystem erlaubt die Aufnahme konduktometrischer sowie potentiometrischer Titrationskurven. Auch der preiswerte Selbstbau entsprechender Sensoren wird dargestellt.

Üblicherweise werden Titrationen in Bechergläsern von ca. 200 mL Volumen durchgeführt. Dabei werden zur Abmessung des Titers meist Büretten verwendet, deren Volumen ca. 50 mL beträgt (Teilung 0,1 mL). Diese Büretten sind relativ teuer und wegen ihrer Länge bruchgefährdet. Besonders beim Titrieren mit alkalischen Lösungen können sich bei ungenügendem Spülen die Hähne festsetzen, was im Schulbetrieb immer wieder zu Problemen führt. Zudem muss bei Büretten das Volumen an verdünntem Titer relativ groß sein, um brauchbare Genauigkeiten der Bestimmungen zu erreichen.

#### 3 1-mL-Spritzen als Mikrobüretten

In unserem System benutzen wir für die Vorlagen meist Rollrandampullen (RR-Ampullen) von 20 mL Volumen oder kleine Bechergläser (50 mL), in seltenen Fällen auch Fläschchen mit einem Volumen von 50 mL. Als Büretten benutzen wir so genannte Tuberkulin-Spritzen mit einem Volumen von 1 mL und einer 0,01-mL-Teilung. Um möglichst mit wenigen Millilitern den jeweiligen Äquivalenzpunkt zu erreichen, wird mit relativ hohen Titerkonzentrationen (häufig 1 mol/L) gearbeitet. Damit der Tropfenfehler möglichst klein gehalten werden kann, wird auf den Luer-Konus der Spritzen je eine verkürzte gelbe Pipettenspitze aufgesetzt, bei der der dickere obere Rand mit einem Messer abgetrennt wird; der Rest der Spitze passt dann genau auf den Luer-Konus der Spritze.

Beim Füllen wird die Flüssigkeit mit aufgesteckter Pipettenspitze so in die

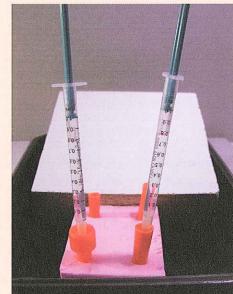


Abb. 1: Spritzen mit Pipettenspitze abgestellt in Isolierschaumblock. Die Einsätze sind Kunststoffabdeckungen von Feuerwerkskörpern.

Spritze aufgesaugt, dass die unterste Dichtungslippe des Spritzenstempels gerade bei 1,00 mL steht. Die Luftblase in der Spritze entspricht dann dem Volumen der aufgesteckten Spitze. Entgegen den Angaben bei Proske und Wiskamp [4, 5] wird auf das luftblasenfreie Füllen der Spritzen kein besonderer Wert gelegt, da überschlägige Berechnungen und Erfahrungen zeigen, dass die Temperaturerhöhung von maximal 15°C und die damit verbundene Volumenänderung des eingeschlossenen Gases keinen nennenswerten Einfluss auf das gemessene Titervolumen haben. Auch der sich verändernde Druck der Flüssigkeitssäule in der Spritze führt nur zu Fehlern in der Größenordnung von 0,01 mL. Entscheidend ist allerdings, dass die Spritzen während der Titration immer etwa senkrecht gehalten werden, damit die Luftblase im oberen Bereich der

Thema	Titration von Haushaltsessig mit 1 M KO pH-potentiometrisch	DH
	Schutzbrille aufsetzen	
Material	Al-Röhrchen, Rollrandampulle (= RR-Ampulle), Klammer, Al-Röhrchen,	pH-Meter, pH-Elektrode, Klammer, Spritze 1 mL mit Pipettenspitze, Plastikbecher 20 ml, Rührkern, Spritzenständer, Toilettenpapier,
Chemikalien	Puffer pH 7,0 und pH 4,0, Haushaltsessig 5%, Phenolphthalein = PPT (verdünnt), KOH 1 mol/L oder NaOH 1 mol/L (in Plastikbecher), Wasser (dest.),	
Aufbau	pH-Messgerät eichen (entsprechende Vorschrift muss vorliegen). Magnetrührer unter der Rollrandampulle in der Mitte des Stativs anbringen, 1 mL Haushaltsessig in RR-Ampulle geben, ca. 10 mL Wasser (dest.) hinzugeben. 2 Tr. verd. PPT zugeben, Pipettenspitze auf Spritze aufsetzen, Spritze bis zur Marke 1,00 mL füllen, abwischen, in Spritzenständer abstellen. pH-Elektrode abspülen und abwischen, am Galgenstativ befestigen, Elektrode vorsichtig in die RR-Ampulle absenken (Elektrode muss ganz eintauchen, darf aber nicht von dem Magneten berührt werden), Vorschaltgerät mit Magnetrührer verbinden, Drehzahl einstellen (nicht zu schnell).	
Durchführung	pH-Wert ablesen, in Portionen von 0,1 mL insgesamt 2 mL Titer zugeben, jeweils pH ablesen und protokollieren, Umschlagspunkt des PPT bestimmen.	
Aufträge	Graphik pH vs. V(Titer) anfertigen (Excel o. ä.), Berechne Konzentration der Essigsäure in mol/L, Vergleiche mit Konzentrationsangabe 5%, Bestimme Dissoziationsgrad der Essigsäure aus dem Anfangs-pH-Wert.	
Beobachtungen	2 Wendepunkte, Pufferplateau, scharfer pH-Anstieg, Indikatorumschlag	
Deutung		
Hinweise	typisches Ergebnis s. Abb. 2b	
Erweiterung	Parallel Messung von Leitfähigkeit und pH in Gefäß mit größerem Querschnitt. Interessant ist auch die kombinierte Messung bei Titrationen von Essigsäure und Salzsäure nebeneinander.	
Literatur		

Spritze verbleibt. Dies wird durch Isolierschaumblöcke erleichtert, in die schmale Kunststoffeinsätze eingedrückt sind. In diesen können die Spritzen - etwa während des Protokollierens - senkrecht abgestellt werden (s. Abb. 1). Die Kunststoffeinsätze werden nach der Benutzung mit destilliertem Wasser gereinigt, um Kontaminationen zu vermeiden.

Die hohe Konzentration des Titers und das angestrebte niedrige Äqivalenzvolumen vermindern die Genauigkeit der Titrationen im Vergleich zu großen Büretten. Doch werden selbst von unerfahrenen Schülern ohne Magnetrührer mit dieser Technik erstaunlich gut reproduzierbare und den Erwartungen entsprechende Werte ermittelt.

Besonders gut geeignet ist die Methode für die Leitfähigkeitstitration, bei der in 0,1-mL-Schritten Titer zur Vorlage gegeben wird und der Äquivalenzpunkt graphisch bzw. als Schnittpunkt der Regressionsgeraden für beide Äste des erzeugten Graphen ermittelt wird. Aber auch potentiometrische und komplexometrische Titrationen mit unterschiedlichen Formen der Endpunktindikation sind möglich. Die Abbildungen 2a und 2b zeigen zwei beispielhafte Ergebnisse von Schülerversuchen, bei denen 1-mL-Spritzen als Mikrobüretten verwendet wurden.

#### 4 Magnetrührer und Rührmagnete

Zum Rühren dienen selbstgebaute Magnetrührer, die im Wesentlichen aus Spiel-



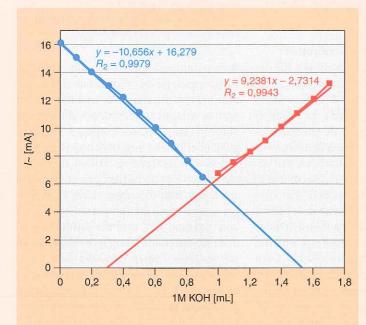


Abb. 2a: Leitfähigkeitstitration von Salzsäure mit Kaliumhydroxidlösung. Gemessen wurde der Wechselstrom durch die Probe bei konstantem Abstand der Messelektroden und konstanter Spannung in Abhängigkeit vom Volumen der zugegebenen Kalilauge.

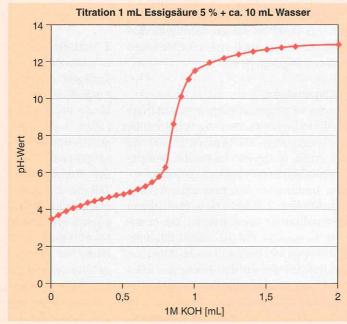


Abb. 2b: Potentiometrische Titration von 1 mL Haushaltsessig (5%) in ca. 10 mL Wasser in Schritten von 0,05 mL. Es spricht für die sorgfältige Eichung des pH-Meters, dass der pH-Wert am Halbtitrationspunkt mit beachtlicher Genauigkeit dem Tabellenwert für den pKs-Wert der Essigsäure entspricht.

zeugmotoren für 1,5 V Gleichspannung bestehen. Diese werden in verkürzte Kunststoffpackungen für Brausetabletten eingepasst.

Der Deckel der Brausetabletten dient als Ständer, gleichzeitig drückt er mit seiner "Kunststofffeder" den Motor gegen den Boden des Tablettenrohrs, das auf 5 cm Länge gekürzt wurde. Die Achse des Motors wird durch eine Bohrung im Boden des Tablettenrohrs geführt, die gerade so groß ist, dass die Vorwölbung des vorderen Achslagers des Motors in dieses Loch passt. Auf die Achse wird außerhalb des Tablettenrohrs ein Kunststoff-Zahnrad aus einem ausgeschlachteten elektromechanischen Gerät aufgesteckt bzw. aufgekittet (Achsendurchmesser meist 2 mm, gegebenenfalls mit einigen dünnen Kupferdrähten aus einer Litze oder einem Schlauch festklemmen). Auf dieses Zahnrad wurden vorher zwei kleine, aber kräftige Magneten etwa aus einem Magnetspiel (Play Magnet and Ball, Vertrieb: Euro Lot e. K., 40210 Düsseldorf) mit UHU plus symmetrisch zum Achsloch aufgekittet (s. Abb. 3). Dabei ist darauf zu achten, dass die Magneten mit entgegen gesetzter Polung aufgeklebt werden. Um zu vermeiden, dass die Magneten sich vor dem Aushärten des Klebers bewegen, wird jeder Magnet auf der gegenüberliegenden Seite des Zahnrades durch einen zweiten Magneten entsprechender Bauart fixiert. Als Abstandshalter zwischen den Magnetpaaren wird zusätzlich eine Holzwäscheklammer verwendet, die über dem Achsenloch des Zahnrades befestigt wird. Der lichte Abstand zwischen den Magnetpaaren entspricht also der Breite der Tab. 2 Wäscheklammer.

Jeder Magnetrührer wird über ein kleines Vorschaltgerät (eingebaut in eine alte MC-Kassettenhülle o.ä.) betrieben, das eine 1,5 V-Batterie als Stromquelle enthält (s. Abb. 4). Um die Drehzahl variieren zu können, ist in den Stromkreis ein offener Widerstandstrimmer von 100 Ohm eingebaut, der sich ohne Werkzeug verstellen lässt. Um bei Anlaufproblemen kurzzeitig die volle Spannung am Rührermotor zur Verfügung zu haben, wurde ein Taster eingebaut, der den Trimmer bei Betätigung überbrückt. Die Verbindung zwischen Vorschaltgerät und Motor erfolgt über eine Cinch-Buchse am Vorschaltgerät und den entsprechenden Stecker an der Zuleitung des Rührermotors.

Als Rühr-Magneten für die Selbstbau-Magnetrührer dienen Stapel von 3 bis 5 kleinen Magneten aus einem anderen Magnetspiel (z.B. Magnetic Fun, Taunus

Thema	Fällungstitration von Ba-Hydroxid mit	Schwefelsäure, konduktometrisch
	Schutzbrille aufsetzen	
Material	HMT-Stativ, Galgenstativ, Magnetrührer + Klammer, Vorschaltgerät, RR-Ampulle + Klammer, Leitfähigkeitsprüfer + Klammer, 2 Al-Röhrchen,	3 Experimentierkabel, Messgerät (Wechselstrom), Wechselstromquelle, Spritze 1 mL+Pipettenspitze, Spritzenständer, Spritze 5 mL+Pipettenspitze, Rührkern,
Chemikalien	ges. Ba(OH) <sub>2</sub> -Lösung (ca. 0,2 mol/L) Xi, H	<sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1 mol/L C,
Aufbau	HMT-Stativ mit Galgenstativ (Mitte) aufbauen, Magnetrührer auf Grundplatte stellen und in der Mitte des HMT-Stativs befestigen. RR-Ampulle 20 mL über dem Magnetrührer befestigen (Abstand zum Magnetrührer ≤ 1,5 cm). Rührkern in RR-Ampulle geben, Leitfähigkeitsprüfer mit Klammer am Galgenstativ befestigen, in RR-Ampulle absenken, Elektrische Verbindungen herstellen (LF-Prüfer → Messgerät → Stromquelle → LF-Prüfer).	
Durchführung	5 mL ges. Bariumhydroxidlösung + ca. 5 mL Wasser in RR-Ampulle geben, Magnetrührer mit Vorschaltgerät verbinden, Drehzahl einstellen, Leitfähigkeitsprüfer gegebenenfalls nachjustieren, Strom ablesen und notieren, 1 mL Schwefelsäure (1 mol/L) mit 1 mL-Spritze + Pipettenspitze aufsaugen (Unterkante Spritzenstempel bis 1,00 mL!), in Portionen von 0,1 mL Schwefelsäure zu Bariumhydroxid-Lösung geben. Jeweils Strom ablesen und notieren.	
Aufträge	Messwerte notieren, Beobachtungen notieren, Graphik herstellen: I~ vs V(H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ), Beteiligte Ionen? Veränderungen der Konzentrationen? Berechnung der Ausgangskonzentration des Ba(OH) <sub>2</sub> , gegebenenfalls: Berechnung des Löslichkeitsprodukts von Ba(OH) <sub>2</sub> ,	
Beobachtungen	weiße Fällung, Strom nimmt zunächst ab und dann wieder zu, Strom am Äquivalenzpunkt fast 0.	
Deutung	Fällung: Bildung von BaSO <sub>4</sub> (s), Stromabnahme: Verbrauch von OH- und Ba²¹-Ionen der Vorlage und H <sub>3</sub> O¹- und SO <sub>4</sub> ²-Ionen des Titers, gekoppelte Neutralisation und Fällung, Stromzunahme: Überschuss der H <sub>3</sub> O¹- und SO <sub>4</sub> ²-Ionen des Titers	
Hinweise	Am Äquivalenzpunkt: Leitfähigkeit fast 0,	
Erweiterung	Wiederholung mit 2 mol/l HCl als Titer.	
Literatur		

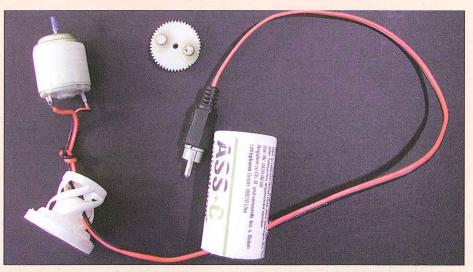


Abb. 3: Magnetrührer geöffnet: Bestandteile von links nach rechts: Der Motor; auf die Achse ist ein Stück Schlauch zum Festklemmen des Zahnrads aufgeschoben. Dieses trägt zwei Magneten, Der Knoten im Kabel dient als Zugentlastung, der Deckel des Tablettenrohrs mit "Kunststofffeder" drückt den Motor in Richtung Röhrchenboden. Das verkürzte Tablettenrohr mit seitlichem Loch zur Durchführung des Kabels bildet das Gehäuse. Über den Stecker erfolgt die Stromversorgung.

SERIE/PdN CHEMIE in der Schule

Thema	Titration von Permanganat mit Hydrogen potentiometrisch	nsulfit
	Schutzbrille aufsetzen	
Material	Magnetrührer + Klammer, Vorschaltgerät, RR-Ampulle + Klammer HMT-Pt-Elektrode + Klammer,	2 Experimentierkabel, Messgerät (Gleichspannung), Spritze 1 mL + Pipettenspitze, Spritzenständer, 3 Spritzen 1 mL + Pipettenspitze, Rührkern
Chemikalien	Kupfersulfatlösung ca. 1 mol/L Xn NaHSO <sub>3</sub> -Lösung 0,02 mol/L KMnO <sub>4</sub> -Lösung 0,01 mol/L H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Lösung 1 mol/L C	
Aufbau	HMT-Stativ mit Galgenstativ (Mitte) aufbauen, Magnetrührer auf Grundplatte stellen und in der Mitte des HMT-Stativs befestigen. RR-Ampulle 20 mL über dem Magnetrührer befestigen (Abstand zum Magnetrührer ≤ 1,5 cm). Rührkern in RR-Ampulle geben, Strohhalm-Halbzelle mit Gummiring an HMT-Pt-Elektrode fixieren, HMT-Pt-Elektrode mit Klammer an Galgenstativ befestigen, beide in RR-Ampulle absenken, Strohhalm-Halbzelle mit Kupfersulfatlösung zu ¾ füllen, Cu-Drahtelektrode in Strohhalm-Halbzelle hängen, Elektrische Verbindungen herstellen (Pt-Elektrode → Messgerät (Messpol) und Cu-Elektrode → Messgerät (Com = Vergleichspol)).	
Durchführung	Ca. 8 mL Wasser in RR-Ampulle geben, Pt+Cu/Cu²t-Elektroden justieren, Magnetrührer mit Vorschaltgerät verbinden, Drehzahl einregeln, 1 mL KMnO₄-Lösung +1 mL H₂SO₄-Lösung in RR-Ampulle geben, Potentialdifferenz messen, protokollieren. Mit Spritze+Pipettenspitze 1 mL NaHSO₃-Lösung aufnehmen, tropfenweise zugeben, alle 0,1 mL ΔE ablesen.	
Aufträge	Werte protokollieren (Vorzeichen beachten), bei welchem Volumen verschwindet die Farbe des Permanganat? (Es entsteht Mn²·), Titrieren bis ca. 1 mL jenseits des Umschlagpunktes (Entfärbung Permanganat), Graphik: Spannung vs. Volumen des Titers erstellen, Umsatzgleichung aufstellen,	
Beobachtungen	Wenn Farbe verschwindet, sinkt auch schlagartig das gemessene Potential.	
Deutung	$MnO_4^-$ wird zu $Mn^{2^+}$ reduziert (+5 e $^-$ ). $HSO_3^-$ wird zu $SO_4^{2^-}$ oxidiert (-2 e $^-$ ).	
Erweiterung	Gleicher Versuch ohne Säurezugabe (es entsteht $MnO_2$ (s) ). Gleicher Versuch mit Zugabe von 1 mL 1 mol/L NaOH (es entsteht $MnO_4^{2^-}$ ). Vergleich der Äquivalenzvolumina.	
Literatur	http://www.p2pays.org/ref/01/text/00779/ch J. G. Ibanez, Redoxreaktionen in verschiede Nr. 81, S. 33 (2004)	

Tab. 3

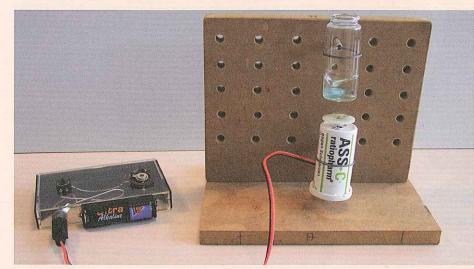


Abb. 4: Säure-Base-Titration in einer 20 mL Rollrandampulle. Selbstbau-Magnetrührer am HMT-Stativ und Vorschaltgerät mit Batterie, Taster und Widerstandstrimmer.

Verlag, z.T. in 1€-Shops zu bekommen), die in einen dünnen Silikonschlauch mit Silikonmasse eingeklebt sind. Auch die Schlauchenden werden mit Silikonmasse abgedichtet. Die Schläuche und auch die Silikonabschlüsse erwiesen sich bisher als hinreichend dicht und chemisch stabil.

Auf diese Weise entstehen sehr preiswerte Rührmagnete, die so klein hergestellt werden können, dass sogar in Reagenzgläsern von 16 mm Durchmesser gerührt werden kann.

#### 5 Aufbau des Titrationsstandes

Bei der Titration wird der Motor mit dem Deckel des Tablettenrohrs auf die Grundplatte des HMT-Stativs gestellt und mit einer passenden Stahlklammer über ein Aluminiumröhrchen am Stativ befestigt. Entsprechend wird das Titrationsgefäß mit Klammer und Aluminiumröhrchen so am Stativ fixiert, dass ein hinreichend geringer Abstand zwischen der vom Motor bewegten Magnetscheibe und dem Boden des Titriergefäßes besteht, wodurch der Rührmagnet leicht mitgenommen wird. Ein Abstand von maximal ca. 2 cm ist tolerierbar (s. Abb. 4). Um zu vermeiden, dass der Rührmagnet beim Betrieb an der Federstahlklammer der Befestigung des Titrationsgefäßes hängen bleibt, sollte die Befestigung deutlich über der Mitte des Gefäßes liegen.

Zur Beurteilung von Farbänderungen von Indikatoren ist die Beobachtung vor weißem Hintergrund (laminiertes Papier) sinnvoll.

Für die Aufnahme von potentiometrischen bzw. konduktometrischen Titrationskurven müssen noch die entsprechenden Sensoren befestigt werden. U. a. hierzu wurde – als Ergänzung zum HMT-Stativ - ein Galgenstativ aus 2 Aluminiumrohren entwickelt [2], das in der Grundplatte des Stativs verankert wird und die Messelektroden mit speziellen Klammern am horizontalen Arm des Stativs trägt.

#### 6 Die Sensoren

#### 6.1 Konduktometrie

An der Liebfrauenschule benutzen wir seit Jahren in Schülerübungen Leitfähigkeitsprüfer aus Kupferdrähten von 1,5 mm<sup>2</sup> Querschnitt, die in preiswertem PVC-Schlauch mit Silikonmasse eingeklebt sind. Über zwei Telefonbuchsen am oberen Ende werden die elektrischen Verbindungen hergestellt. Die beiden kurzen Stücke abisolierten Kupferdrahtes am unteren Ende stellen den Kontakt zur Flüssigkeit her. Sie müssen bei konduktome-

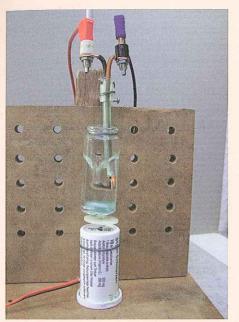


Abb. 5: Magnetrührer, Titrationsgefäß und Selbstbau-Leitfähigkeitsprüfer aus Kupferdraht befestigt am HMT- und Galgenstativ.



Abb. 6: rechts: Platin-Draht-Elektrode eingebaut in eine Kanülenhülle; links Kupferdraht mit Anschlussbuchse und präparierter Strohhalm für die Strohhalm-Halbzelle.

trischen Titrationen immer ganz in die Flüssigkeit eintauchen.

Für die Halbmikrotechnik wurden in Analogie zu diesem Aufbau zierlichere Leitfähigkeitsprüfer gebaut, bei denen die beiden Kupferdrähte mit Silikonmasse in einen dicken Strohhalm von ca. 8 cm Länge eingekittet wurden. Ein kurzes Stück Silikonschlauch am oberen Ende dient zur Fixierung am Stativ mit einer passenden Federstahlklammer (s. Abb. 5).

Für konduktometrische Messungen sind weiterhin 3 bis 4 Experimentierkabel,

Thema	Gesamthärte-Bestimmung, komplexom Indikator Erio T	netrisch
	Schutzbrille aufsetzen	
Material	Magnetrührer + Klammer,	Pipette 10 mL+Pipettierhilfe, Mikrospatel, 2 Spritzen 1 mL mit Spitze,
Chemikalien	Puffer pH = 10: (NH <sub>4</sub> Cl 5,4 g in 20 mL Wasser + NH <sub>3</sub> (konz.) 35 mL; ad 100 mL), Indikatorverreibung (0,2 % Erio T + 0,2 % Methylorange in NaCl (s) Xi,N,T), EDTA, Dinatriumsalz = Titriplex III c = 0,01 mol/L, Probenwasser (kohlendioxidfrei),	
Aufbau	HMT-Stativ aufbauen, Magnetrührer auf Grundplatte stellen, mit Klammer u. Al-Röhrchen fixieren, RR-Ampulle über Magnetrührer mit Klammer u. Al-Röhrchen fixieren, Rührkern einlegen, 10,0 mL Probenlösung einpipettieren, 1 mL Pufferlösung zugeben, 1 kleine Spatelspitze Indikatorverreibung zugeben,	
Durchführung	(für Wässer, die mindestens Spuren von Mg²¹ enthalten!) Magnetrührer mit Vorschaltgerät verbinden, Drehzahl einstellen, für weißen Hintergrund sorgen, 1,00 mLTiter (Titriplex-Lösung) in 1 mL-Spritze mit Spitze aufnehmen, Titrieren über grau hinaus bis zur grünen Farbe. 1 mL 0,01 mol/L Titriplex = 0,01 mmol (Ca²¹ + Mg²¹) pro Probe.	
Aufträge	Führen Sie die Titration durch. Bestimmen Sie den Äquivalenzpunkt. Führen Sie insgesamt 3 Bestimmungen durch. Berechnen Sie die Konzentration der Erdalkalimetall-Ionen in mol/l. Berechnen Sie aus den Angaben auf dem Etikett die Konzentrationen für Caund Mg-Ionen in mol/l, vergleichen Sie. Informieren Sie sich über die beiden Indikatoren. (Erio T ist Abkürzung für Eriochromschwarz T).	
Beobachtungen	Farbumschlag über grau nach grün.	
Deutung	Farbumschlag beruht auf Konkurrenz des die Ionen der Lösung, am Äquivalenzpun die letzten noch nicht ans EDTA gebunde	ikt entzieht das EDTA dem Indikator
Hinweise	Empfehlenswert: stille Mineralwässer we Analyse! Evtl. in 50 mL-Flaschen größere Volumina HMT-Stativ fixieren.	
Erweiterung	konduktometrische Bestimmung nach V.	Obendrauf [7]
	Table 1	

Tab. 4

Literatur

eine geeignete Wechselspannungsquelle und ein hinreichend empfindliches Messinstrument für Wechselstrom aus dem normalen Bestand der Chemiesammlung erforderlich. Um Beschädigungen der Sicherungen in den Messgeräten durch Kurzschluss der Leitfähigkeitselektroden zu vermeiden, kann es sinnvoll sein, ein Taschenlampenbirnchen in entsprechender Fassung als Strombegrenzer in den Stromkreis zu schalten.

[7,8]

#### 6.2 Potentiometrie

Für potentiometrische pH-Messungen benutzen wir in unserem System die üblichen Einstabmessketten mit den entsprechenden pH-Metern, die zur klassischen Ausstattung von Chemiesammlungen gehören. Die pH-Elektrode wird analog zu Abbildung 5 am Galgenstativ befestigt und in das Messgefäß eingetaucht.

Für die potentiometrische Titration homogener Redoxsysteme benötigt man eine Platin-Elektrode und eine geeignete Vergleichshalbzelle. In professionellen Redoxelektroden sind beide Elemente ähnlich wie in der pH-Elektrode in einem Sensor vereinigt.

Für die Halbmikrotechnik in Schülerhand habe ich Vergleichshalbzellen aus Strohhalmen hergestellt, die am unteren Ende erwärmt und mit einer Zange zusammengedrückt werden. In der Nähe des so erzeugten Verschlusses werden mit einer heißen Nadel zwei Löcher gestochen (s. Abb. 6). Diese so vorbereiteten Strohhalme werden ca. 2 bis 4 cm hoch mit Kaliumnitrat-Agar (1 mol/l Kaliumnitrat + 2%

Thema	Gesamthärte-Bestimmung, komplexor konduktometrische Indikation	netrisch
	Schutzbrille aufsetzen	
Material	HMT-Stativ, Galgenstativ, Magnetrührer + Klammer, Vorschaltgerät, RR-Ampulle + Klammer, Rührkern, 2 Al-Röhrchen,	Leitfähigkeitsprüfer + Klammer, 3 Messleitungen, Messgerät, Wechselspannungsquelle, Pipette 10 mL + Pipettierhilfe, 1 Spritze 1 mL mit Spitze,
Chemikalien	Wasserprobe (stilles Wasser), EDTA c=0,01 mol/L,	
Aufbau	HMT-Stativ aufbauen, Galgenstativ aufbauen, Magnetrührer auf Grundplatte stellen, mit Klammer u. Al-Röhrchen fixieren, RR-Ampulle über Magnetrührer mit Klammer u. Al-Röhrchen fixieren,	
	Rührkern einlegen, Leitfähigkeitsprüfer mit Klammer an Galgenstativ befestigen, Höhe justieren, Verschaltung vornehmen, Strom noch nicht anschalten, 10,0 mL Probenlösung einpipettieren,	
Durchführung	(für Wässer, die mindestens Spuren von Mg²+ enthalten!), Magnetrührer mit Vorschaltgerät verbinden, Drehzahl einstellen, Messstromkreis schließen, gegebenenfalls Spannung und Messbereich justieren, 1,00 mL Titer (Titriplex-Lösung) in 1 mL-Spritze mit Spitze aufnehmen, Titrieren ca. 1 mL über Erwartungswert hinaus. 1 mL 0,01 mol/l Titriplex = 0,01 mmol (Ca²+ +Mg²+) pro Probe.	
Aufträge	Graphik: I~ vs. V(EDTA) erstellen. Begründung für Kurvenverlauf versuchen.	
Beobachtungen	Leitfähigkeit steigt bei Zugabe von EDTA monoton an, ab dem ÄP ist die Steigung größer, Knick entspricht ÄP	
Deutung	Zunahme der Leitfähigkeit wg.Veränderung der Ionenbilanz: Zunahme: c(Na¹), c([EDTA*Me]²), c(H¹) gepuffert d. HCO₃ , Abnahme: c(Mg²¹(aq)), c(Ca²¹(aq)), Im Überschussbereich: Zunahme durch Ionen des Titers.	
Hinweise	Die Leitfähigkeitskurve steigt bis zum Äquivalenzpunkt an, ab dem ÄP ist die Steigung ca. 3× so groß wie vor dem ÄP.	
Erweiterung	Vergleich mit komplexometrischer Titration (Erio T).	
Literatur	[7]	

Tab. 5

Agar, in der Mikrowelle aufkochen) ausgegossen. Dazu wird die benötigte Anzahl von vorbereiteten Strohhalmen in ein kleines, zylindrisches Gefäß gestellt (Filmdöschen o. ä.), in das die heiße Flüssigkeit dann 2 bis 4 cm hoch eingefüllt wird. Nach dem Erkalten lassen sich die Strohhalme einzeln aus dem Gelbett nehmen. Sie besitzen jeweils einen flüssigkeitsdichten Gelverschluss, der gleichzeitig als Stromschlüssel dient. Durch Einfüllen von Kupfersulfatlösung und Einführen eines Kupferdrahts mit Telefonbuchse entsteht eine nur ca. 5 mm dicke Cu/Cu2+-Halbzelle als Vergleichshalbzelle. Diese kann über ein Gummiband mit einer ebenfalls nur etwa 8 mm Durchmesser aufweisenden Platin-Elektrode verbunden werden.

In der einfachsten Form besteht diese selbst gebaute Platin-Elektrode (s. Abb. 6) aus ca. 1,2 cm Platindraht, der an einen Kupferdraht angelötet wird. Eine Kanülenhülle von knapp 9 cm Länge wird an der Spitze mit einem Loch von 0,5 mm

Durchmesser versehen. Durch dieses Loch wird von innen der Platindraht geführt die Lötstelle bleibt dabei innerhalb der Kanülenhülle. Mit UHU plus wird der Platin-Draht von außen eingeklebt, wobei gleichzeitig die Öffnung der Kanülenhülle verschlossen wird. Der angelötete Kupferdraht stellt die Verbindung zu einer Telefonbuchse her, die mit UHU plus oder Heißkleber in der oberen Öffnung der Kanülenhülle eingeklebt wird.

Um den empfindlichen Platindraht zu schützen, wird über die Kanülenhülle ein Stück Strohhalm geschoben, das im Bereich des Platindrahts seitlich aufgeschnitten ist, um gegebenenfalls Gasfreisetzung zu ermöglichen. Ein kurzes Stück Silikonschlauch im oberen Teil der Kanülenhülle dient der Befestigung am Galgenstativ mit einer Federstahlklammer für ein 8 mm-Glasrohr.

Über zwei Experimentierleitungen kann mit einem Digitalvoltmeter die Änderung der Potenzialdifferenz während der Titration verfolgt werden.

#### 7 Experimentelle Möglichkeiten

HEFT 2/61. JAHRGANG/2012

Mit dieser apparativen Ausstattung lässt sich die ganze Bandbreite verschiedener Titrationen im Halbmikro-Maßstab durchführen, wobei nicht nur die Endpunkte der Titrationen durch Farbumschlag von geeigneten Indikatoren darstellbar sind, sondern auch die Veränderungen im Verlauf der Titration messend verfolgt werden können. Als interessant haben sich bei verschiedenen Titrationen kombinierte pH-Wert- und Leitfähigkeitsmessungen erwiesen.

Eine zusammenfassende Darstellung der vielfältigen Möglichkeiten titrimetrischer Bestimmungen in Makro und Halbmikrotechnik unter besonderer Berücksichtigung schulischer Belange findet sich in [4]. Die beigefügten Versuchsbeschreibungen stellen nur eine kleine Auswahl aus der Vielzahl experimenteller Möglichkeiten dar. Generell lässt sich sagen, dass jede mögliche Titration bei entsprechender Verminderung der Volumina der Vorlage und Anpassung der Konzentration des Titers auch in Halbmikrotechnik möglich ist. Berücksichtigt werden muss allerdings, dass die für die Halbmikrotechnik hier vorgestellten Sensoren nur bis zu Temperaturen von ca. 40°C einsetzbar sind.

### 8 Kosten von Magnetrührer, Vorschaltgerät und Mikrobürette

Magnetrührer und Vorschaltgerät enthalten vor allem Bauelemente aus dem Elektronik-Bereich (Motor, Cinch-Stecker und Buchse, Taster, Widerstandstrimmer, Batterie-Halter). Die Materialkosten in diesem Bereich liegen bei knapp 3,50 €, wobei die Kosten für die Leitfähigkeitsprüfer eingeschlossen sind. Die Motoren stammen dabei vom Wühltisch eines lokalen Elektronikhändlers und kosteten 0,60 €. Der Kupferdraht ist Kabelschrott, der kostenlos zu bekommen ist.

Die Platin-Drahtelektrode kostet ca. 3 €, muss aber auch nicht für alle Arbeitsplätze verfügbar sein. Hier reicht es sicher, wenn ein Satz von Platinelektroden für einen Fachraum verfügbar ist, wodurch sich der Preis relativiert. Käufliche Platinelektroden kommen für die Schülerhand bei Preisen von 25 bis 30 € kaum in Betracht, zumal diese meist so groß sind, dass sie für die Titration in Rollrandampullen oder ähnlich kleinen Gefäßen unbrauchbar sind.

Die 1-mL-Spritzen kosten ca. 0,10 €/ Stück, von den gelben Pipettenspitzen, die in unserem System vielfältig eingesetzt werden, kosten 1000 Stück unter 5 €. Die Magneten für die Magnetrührer und

die Rührkerne stammen aus 2 verschiedenen Magnetspielen, die zusammen etwa 15 € gekostet haben, woraus insgesamt 22 Magnetrührer und 25 Rührkerne entstanden sind. Die nicht verwendeten Magnetstäbchen sind preiswerte Magnete für die Schülerhand - etwa zur Untersuchung der magnetischen Eigenschaften von Eisen und einigen seiner Oxide. Weiterhin lassen sich mit den enthaltenen Stahlkugeln sehr schöne Modelle etwa zum Thema Kugelpackungen bauen. Insgesamt fallen für diese zusätzliche Ausbaustufe damit Materialkosten von etwa 7 € pro Arbeitsplatz einschließlich der Platinelektrode an.

#### 9 Ausblick

Im noch folgenden Teil der Aufsatzreihe soll auf den Einsatz der Halbmikrotechnik im Bereich der Elektrochemie eingegangen werden, zumal in diesem Feld in der

Literatur vielfach Versuchsbeschreibungen vorliegen, die mit unnötig großen Apparaturen und entsprechend großen Substanzmengen arbeiten. Es soll gezeigt werden, wie mit kleinen und preiswerten Apparaturen in kurzer Zeit auch quantitative Schülerexperimente mit Erfolg durchgeführt werden können.

[1] A. Schad, Von der Ampulle zum komplexen HMT-System Teil 1 – Preiswerte Gasentwickler und Gasspeicher für die Halbmikrotechnik im Eigenbau. PdN-ChiS 60 (5) S. 44 (2011) [2] A. Schad, Von der Ampulle zum komplexen HMT-System Teil 2 - Ein preiswertes Halte- und Stativsystem für die Halbmikrotechnik im Eigenbau. PdN-ChiS 60 (6) S. 36 (2011) [3] A. Schad, Von der Ampulle zum komplexen HMT-System Teil 3 - Preiswerte Heiz- und Kühlgeräte für die Halbmikro-Technik im Eigenbau. PdN-ChiS 60 (7) S. 42 (2011)

[4] W. Proske, V. Wiskamp, Über den Einsatz von Maßlösungen im Chemie-Schulunterricht http://www2.h-da.de/cub/fileadmin/wiskamp/ gymnasium/lehrmittel/massloesungen.html (26.1.2011)

[5] W. Proske, V. Wiskamp, Analytische Verfolgung von Wasserbehandlungsmethoden mit Mikrotitrationen. PdN-Chemie 49 (5), S. 12 (2000) [6] S. Venke, W. Proske, Halbmikrotitration. NiU-Chemie 21 (6) Nr. 120, S. 16 (2010) [7] V. Obendrauf, Nicht zu hart und nicht zu weich. http://ch.eduhi.at/haerte.htm (2.2.2011)

[8] G. Schulze, J. Simon, (Jander, Jahr) Maßanalyse, 14. Aufl., Walter de Gruyter, Berlin, New York 1986

#### Anschrift des Verfassers

StR i. R. Dipl. biol. Albert Schad, Am Turm 23a, 26180 Rastede, E-Mail: albertschad@aol.com

**FORUM** 

## Wirrwarr um die chemische Formelsprache

Anmerkungen zum Forumbeitrag "Die chemische Formelsprache – eine didaktische Dauerbaustelle?!" von S. Musli und G. Harsch.

B. Sieve

Forum >> Diese Rubrik ist ein Diskussionsforum für strittige Fragen der Chemiediaktik. Stellungnahmen der Leserschaft zu den Beiträgen sind erwünscht.

ie chemische Symbolsprache ist ein sehr wichtiger Baustein für das Verständnis von Chemie1. Diese zu erlernen ist mühsam – sie "ist für die Lernenden nicht vollständig zu erschließen" [1, S. 37], so die Ansicht der beiden Autoren des oben genannten Artikels. Die Untersuchung des bei Schülern vorliegenden Verständnisses der chemischen Symbolsprache ist daher stets wieder ein im Kern lobenswertes Unterfangen. Dennoch möchte ich die Gelegenheit nutzen, um auf der Basis dieses Artikels hinsichtlich der Verwendung der chemischen Symbolsprache einige kri-

tische Anmerkungen zu machen. Hierzu bedarf es zunächst einer fachlichen Klärung, die auch die fachdidaktischen Problemkreise der Verwendung der chemischen Symbolsprache anreißt.

#### 1 Die Normierung der chemischen Symbolsprache

In der DIN 32641 vom Juli 1999 sind die Regeln zur Schreibweise chemischer Formeln festgelegt [2]. Die DIN 32642 vom Januar 1992 regelt zudem die Beschreibung chemischer Reaktionen, um eine "einheitliche und eindeutige Darstellung chemischer Reaktionen [zu] ermöglichen" [3, Seite 1]. Beide Normen haben die jeweiligen IUPAC-Regeln als Grundlage [4].

"Chemische Formeln beruhen auf dem Teilchenbild der Materie. Sie beschreiben die Zusammensetzung von Stoffen oder von einzelnen Teilchen, z.B. Molekülen oder Ionen, nach Art und Anzahl der sie aufbauenden Atome. Bei manchen Formelarten werden auch die Ladung, die Bindungen oder die räumliche Anordnung der Teilchen beschrieben. [...] Formeln werden bewusst als Mittel der Abstraktion eingesetzt und können der Darstellungsabsicht und Kenntnistiefe angepasst werden" [2, S. 2].

#### 2 Arten chemischer Formeln

In der DIN 32641 unterscheidet man zwischen Elementarformeln (Verhältnisformeln), Molekülformeln, Konstitutionsformeln und Strukturformeln. Darüber hinaus sind dort weitere Hinweise gegeben, wie die räumliche Anordnung von Atomen darzustellen ist, oder wie Formeln mit Zusätzen wie beispielsweise Teilladungen versehen werden sollen. Ich möchte hier nur auf die in dem angeführten Artikel bedeutsame Unterscheidung zwischen Elementarformel und Molekülformel eingehen.