



## PROTOKOLL ANALYTIK

### Versuch 1.2

#### Fällungstitation

Bestimmung des Chloridgehaltes in Leitungswasser  
(Konduktometrie und Potentiometrie)

Gruppe 2.4 (BCUC4)

#### Teilnehmer:

Willy Messerschmidt  
Roman-Luca Zank

Datum der Versuchsdurchführung: 06.07.2020

Abgabedatum: 13.07.2020

Merseburg den 13.07.2020

# Inhaltsverzeichnis

|          |                                    |           |
|----------|------------------------------------|-----------|
| <b>1</b> | <b>Einleitung</b>                  | <b>2</b>  |
| <b>2</b> | <b>Theorie</b>                     | <b>2</b>  |
| <b>3</b> | <b>Geräte und Chemikalien</b>      | <b>4</b>  |
| <b>4</b> | <b>Durchführung</b>                | <b>4</b>  |
| <b>5</b> | <b>Ergebnisse und Berechnungen</b> | <b>5</b>  |
| <b>6</b> | <b>Diskussion</b>                  | <b>9</b>  |
| <b>7</b> | <b>Fehlerbetrachtung</b>           | <b>9</b>  |
|          | <b>Anhang</b>                      | <b>10</b> |
|          | <b>Literaturverzeichnis</b>        | <b>13</b> |

# 1 Einleitung

Ein hoher Chloridgehalt im Trink-, sowie Brauchwasser kann aufgrund von Geschmacksbeeinträchtigung bei der Herstellung von Getränken wie Tee oder Kaffee unerwünscht sein. Für eisenhaltige Metalle können zu hohe Chloridgehalte sogar korrosiv wirken. Die Herkunft von erhöhten Chloridgehalten kann in Abwässern, Düngemitteln oder auch Fäkalien liegen. Unter der Voraussetzung, dass das Trinkwasser nicht korrosiv wirken sollte, gilt es, laut Trinkwasserverordnung, einen Grenzwert von  $250 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$  Chlorid einzuhalten.

Im Praktikum wird eine Leitungswasserprobe mittels Argentometrie auf diesen Grenzwert untersucht. Für die Titration werden die Messmethoden der Konduktometrie und Potentiometrie angewandt. Im Protokoll sind dabei verschiedene Methoden für Äquivalenzpunktbestimmung darzustellen.

## 2 Theorie

Für die Bestimmung des Äquivalenzpunktes einer argentometrischen Fällungstitration kann auf die Methodiken der Konduktometrie oder der Potentiometrie gesetzt werden. Hierbei werden sprunghafte Änderungen der Leitfähigkeit oder des gemessenen Potentials genutzt um den Äquivalenzpunkt zu bestimmen. Mit Hilfe dieses Punktes ist es beispielsweise möglich den Gehalt von Chlorid in einer Wasserprobe zu bestimmen.

### Löslichkeit und Löslichkeitsprodukt

Das Löslichkeitsprodukt  $K_L$  ist das Produkt der Aktivitäten des zu untersuchenden Salzes in einer gesättigten Elektrolytlösung. Es ist abhängig von Druck, Temperatur und der Art des Lösemittels. Berechnet werden kann mit der folgenden Gleichung:

#### Löslichkeitsprodukt:

$$K_L = \gamma (A^{b+})^a \cdot \gamma (A^{a-})^b \quad (1)$$

Die Löslichkeit  $L$  beschreibt die temperaturabhängige Eigenschaft eines Stoffes sich homogen in einer Flüssigkeit aufzulösen.

#### Löslichkeit:

$$L = \gamma (A_m B_n) = \frac{1}{m} \cdot A^{n+} = \frac{1}{n} \cdot B^{m-} \quad (2)$$

Die Löslichkeit eines Salzes kann aus dem Löslichkeitsprodukt  $K_L$  berechnet werden.

$$L = \sqrt[m+n]{\frac{K_L}{m^m \cdot n^n}} \quad (3)$$

## Nernst'sche Gleichung

Die NERNST'sche Gleichung beschreibt das Potential einer Elektrode, bei welcher das Redoxsystem an der Elektrode potentialbestimmend ist. Sie kann für die Erklärung des Lösungsdrucks von Metallen, Redoxpotentialen, des pH-Wertes oder der Theorie der Elektrolyse herangezogen werden. [1]

$$E = E_0 + \frac{R \cdot T}{z \cdot F} \cdot \ln \left( \frac{\gamma_{\text{ox}}}{\gamma_{\text{red}}} \right) \quad (4)$$

## Konduktometrie

Die Konduktometrie beschreibt elektro-analytische Methoden zur Verfolgung von Reaktionsabläufen. Dies erfolgt durch die Messung der elektrischen Leitfähigkeit, welche von der Ladung und der Konzentration an frei beweglichen Ionen abhängig ist. Hierfür wird an zwei gleiche Elektroden eine Wechselspannung angelegt und diese in die zu untersuchenden Lösung eingetaucht. Ein hochohmiges Messgerät ist nun in der Lage die elektrische Leitfähigkeit der Lösung zu bestimmen.

In der Konduktometrie ergibt sich das Sinken der Leitfähigkeit aus der Reaktion der Maßlösung mit der Analysenlösung, was der Lösung frei bewegliche Ionen entzieht. Nach dem Erreichen des Äquivalenzvolumens, steigt die elektrische Leitfähigkeit wieder an. Das geschieht durch die Zunahme an frei beweglichen Ionen der Maßlösung, welche ohne den fehlenden Analyten nicht mehr abreagieren können.[2]

Das Äquivalenzvolumen lässt sich am Tiefpunkt des aufgezeichneten Graphen feststellen.

## Potentiometrie

Bei der Potentiometrie handelt es sich ebenfalls um ein elektro-analytisches Verfahren. Hierfür wird mittels Indikator- und Referenzelektrode stromlos das Potential der Lösung während der Titration mit einer Maßlösung gemessen. Die angezeigte Potentialdifferenz, setzt sich dabei aus dem bekannten Elektrodenpotential, der Referenzelektrode und dem Elektrodenpotential an der Indikatorelektrode zusammen. Da sich die Konzentration von Ionen und mit ihr die Potentialdifferenz am Äquivalenzpunkt signifikant ändert (siehe NERNST'sche Gleichung), lässt sich über diesen Wendepunkt das Äquivalenzvolumen bestimmen. Dieser Punkt beschreibt den Endpunkt der Titration und kann rechnerisch beispielsweise über die KOLTHOFF-HAHN-Gleichung bestimmt werden.[3]

## Biamperometrische und bivolametrise Indikation

Die bivolametrise Indikation beschreibt die Messung der Spannung über einer konstanten Stromstärke. Die amperometrische Indikation hingegen erfolgt durch die Messung der Stromstärke über einer konstanten Spannung. In beiden Fällen handelt es sich hierbei um die Indikation mittels stromdurchflossenen Elektroden. Gerade wenn die Potentiometrie nicht ausreichend für die Untersuchung ist, beispielsweise aufgrund von gehemmten Elektrodenreaktionen, kann mit diesen Methoden dennoch eine Indikation erfolgen.

In beiden Fällen der Indikation ist die Auswertung der Messdaten mittels *Knickpunktverfahren* möglich. Alternative grafische Methoden sind unter den Bezeichnungen *Kreismethode nach Tubbs*, *Tangentenmethode* oder *differenzierte Titrationskurve* zu finden.

# 3 Geräte und Chemikalien

## Geräte:

- Vollpipetten (V=50 mL & 100 mL )
- Bechergläser
- Rührfisch mit Magnetrührer
- Konduktometer mit Leitfähigkeitselektrode
- pH-Meter mit Silber-Einstabmesskette (MICROPROCESSOR PH 539)
- Elektronische Bürette TITRONIC 97/20

## Proben/Chemikalien:

- Leitungswasserprobe
- Destilliertes Wasser
- Silbernitratlösung ( $c = 0,01 \frac{\text{mol}}{\text{L}}$ )

# 4 Durchführung

Der Versuch begann mit dem Einschalten der elektronischen Bürette und des Leitfähigkeitsmessgerätes. Es wurde ohne Temperaturkorrektur durch das Messgerät gearbeitet. Die Messsonde wurde mit destilliertem Wasser gespült und in das Stativ eingespannt. Die Einstellungen an der elektronischen Bürette sind beibehalten worden. An dieser Stelle wurden mittels einer Vollpipette exakt 100 mL der Wasserprobe abgemessen und zusammen mit einem Rührfisch in ein Becherglas mit einem Volumen von 125 mL eingefüllt. Das Becherglas wurde auf dem Magnetrührer platziert und die Elektrode herabgesenkt bis selbige ausreichend in die Lösung eingetaucht war. Es ist wichtig, dass über dem Rührfisch genügend Raum bleibt um die Sonde gut eintauchen zu können. Das Drücken der Start-Taste an der elektronischen Bürette startet die Zugabe der 0,01 molaren Silbernitratlösung. Diese wird durch die automatische Bürette alle 15 Sekunden in Portionen von 0,5 mL zugegeben bis ein Gesamtvolumen von 20 mL eingebracht wurde. Nach dem Einspritzen der Silbernitratlösung wurde immer 10 Sekunden gewartet, bis der Messwert vom Messgerät abgelesen wurde. Dieser Ablauf ist 3 mal wiederholt worden, wobei für jede neue Wasserprobe ein frisches Becherglas genutzt wurde. Dann erfolgte der Wechsel von Sonde und Messgerät. Die Leitfähigkeitssonde wurde gespült und wieder in destilliertes Wasser getaucht, während die Silber-Silberchlorid-Elektrode als Einstabmesskette in das Stativ eingespannt wurde. Das Leitfähigkeitsmessgerät wurde aus- und das pH-Meter zur Messung der Potentialdifferenz eingeschaltet. Für die Potentiometrische Indikation wurden je nur 50 mL Wasserprobe abgemessen. Da die Elektrode nicht vom rotierenden Rührfisch getroffen werden darf und die Silberelektrode doch bis über das innenliegende Diaphragma eingetaucht sein muss, wurden auch entsprechend kleinere Bechergläser genutzt.

Aus den vorangegangenen konduktometrischen Messungen konnte geschlossen werden, dass der Äquivalenzpunkt bei etwa 3,5 mL Silbernitratlösung zu erwarten war. Die insgesamt zu titrierte Menge wurde daher an der elektronischen Bürette von den zuvor 20 mL, auf 10 mL herabgesetzt. Dies geht mit einer großen Zeitersparnis und Einsparung von Chemikalien einher. Wiederum wurden die Werte nach 10 Sekunden abgelesen und notiert. Auch diesmal wurde eine Dreifachbestimmung vorgenommen.

Nach Abschluss der Messungen wurden alle silberhaltigen Abfälle in einen Sammelbehälter entsorgt und die Geräte abgewaschen. Die Silberelektrode wurde, wie die Leitfähigkeitssonde auch, in ein Becherglas mit destilliertem Wasser gehangen um dem Austrocknen vorzubeugen.

Eine Bestimmung des Korrekturfaktors musste aus Zeitgründen entfallen.

## 5 Ergebnisse und Berechnungen

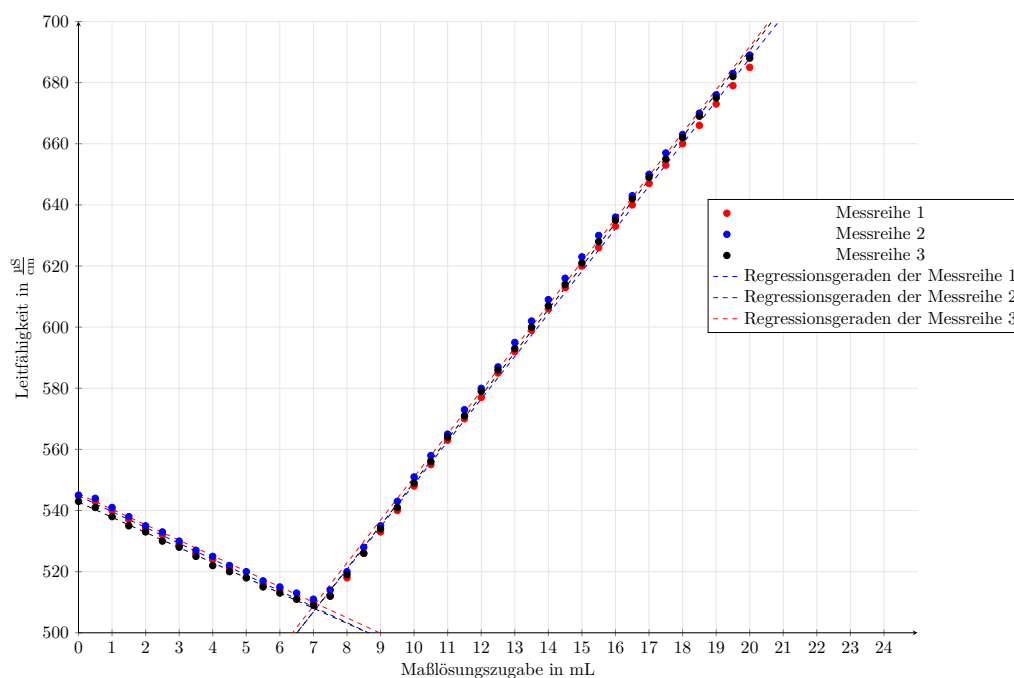


Abb. 1: Leitfähigkeiten in Abhängigkeit der Maßlösungszugabe

Tab. 1: Geradengleichungen der Messreihen 1 bis 3 für die Konduktometrie

|                    | Reaktionsgerade (links)                  | Überschussgerade (rechts)                | $R_1^2$ | $R_2^2$ | Äquivalenzvolumen |
|--------------------|------------------------------------------|------------------------------------------|---------|---------|-------------------|
| <b>Messreihe 1</b> | $\kappa_{11} = -5,186 \cdot V + 544,817$ | $\kappa_{12} = 13,928 \cdot V + 409,343$ | 0,999   | 1,000   | 7,137 mL          |
| <b>Messreihe 2</b> | $\kappa_{21} = -5,071 \cdot V + 545,483$ | $\kappa_{22} = 14,077 \cdot V + 410,221$ | 0,999   | 1,000   | 7,113 mL          |
| <b>Messreihe 3</b> | $\kappa_{31} = -4,957 \cdot V + 542,750$ | $\kappa_{32} = 14,129 \cdot V + 407,993$ | 0,999   | 1,000   | 7,110 mL          |

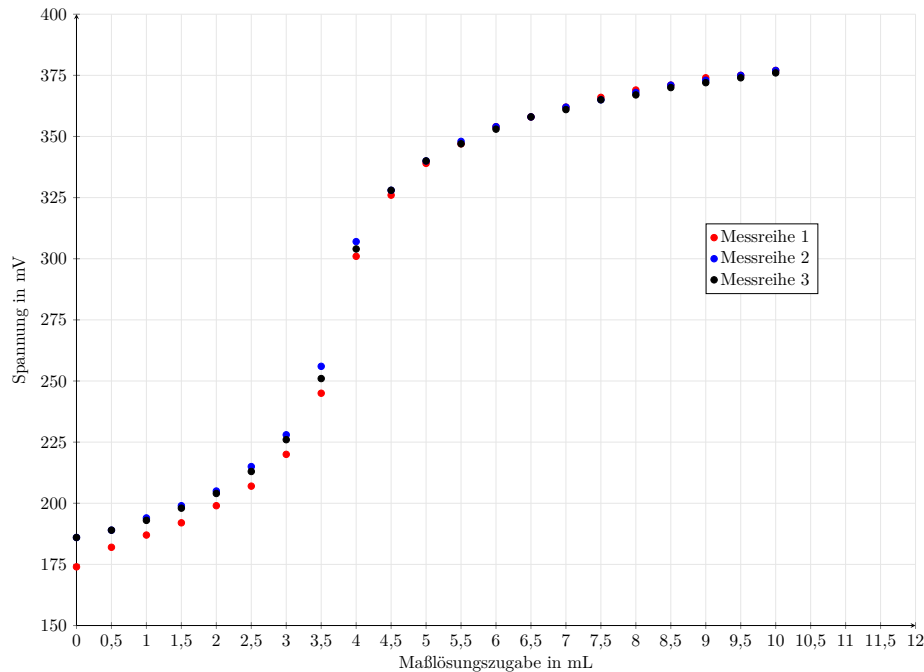


Abb. 2: Spannungen in Abhängigkeit der Maßlösungszugabe

### Berechnung des Äquivalenzvolumens über Konduktometrie:

Es werden die jeweiligen Regressionsgeraden gleichgesetzt und nach den Volumina umgestellt. Die Regressionsgeraden finden sich in der Tabelle 1.

Das Äquivalenzvolumen bezieht sich auf 100 mL Probe.

$$\begin{aligned}
 \kappa_{11} &= \kappa_{12} \\
 m_{11} \cdot V_{\text{äq}} + n_{11} &= m_{12} \cdot V_{\text{äq}} + n_{12} \\
 V_{\text{äq}} &= \frac{n_{12} - n_{11}}{m_{11} - m_{12}} \cdot f_{\text{kor}} \\
 V_{\text{äq}} &= \frac{409,343 \frac{\mu\text{S}}{\text{cm}} - 544,817 \frac{\mu\text{S}}{\text{cm}}}{-5,186 \frac{\mu\text{S}}{\text{cm} \cdot \text{mL}} - 13,928 \frac{\mu\text{S}}{\text{cm} \cdot \text{mL}}} \cdot 1,007 \\
 &= \underline{7,137 \text{ mL}}
 \end{aligned} \tag{5}$$

### Berechnung des Äquivalenzvolumens über Potentiometrie nach Kolthoff-Hahn:

Das Äquivalenzvolumen bezieht sich auf 50 mL Probe.

$$\begin{aligned}
 V_{\text{äq}} &= \left( V' + \frac{\Delta V \cdot (\Delta E_{\text{max}} - E_{\text{vor}})}{2 \cdot \Delta E_{\text{max}} - \Delta E_{\text{vor}} + \Delta E_{\text{nach}}} \right) \cdot f_{\text{kor}} \\
 &= \left( 3,5 \text{ mL} + \frac{0,5 \text{ mL} \cdot (56 \text{ mV} - 25 \text{ mV})}{2 \cdot 56 \text{ mV} - 25 \text{ mV} + 25 \text{ mV}} \right) \cdot 1,007 \\
 &= \underline{3,664 \text{ mL}}
 \end{aligned} \tag{6}$$

**Berechnung des Chloridgehaltes:**

$$\begin{aligned}\beta_{\text{Cl}} &= \frac{V_{\text{äq}} \cdot f_{\text{stöch}}}{V_{\text{Probe}}} \\ \beta_{\text{Cl},1,\text{kondukt.}} &= \frac{7,137 \text{ mL} \cdot 0,354 \, 53 \, \frac{\text{mg}}{\text{mL}}}{100 \text{ mL}} \\ &= \underline{25,304 \, \frac{\text{mg}}{\text{mL}}}\end{aligned}\quad (7)$$

**Berechnung des Mittelwertes:**

$$\bar{x} = \frac{\sum_{n=1}^N x_n}{N} \quad (8)$$

$$\begin{aligned}\bar{x} &= \frac{25,304 \, \frac{\text{mg}}{\text{L}} + 25,219 \, \frac{\text{mg}}{\text{L}} + 25,206 \, \frac{\text{mg}}{\text{L}}}{3} \\ &= \underline{25,243 \, \frac{\text{mg}}{\text{L}}}\end{aligned}\quad (9)$$

Tab. 2: Zusammengefasste Äquivalenzvolumina und Chloridgehalte der Konduktometrie und der Potentiometrie

|                    | <b>Konduktometrie</b>   |                                                                  | <b>Potentiometrie</b>   |                                                                  |
|--------------------|-------------------------|------------------------------------------------------------------|-------------------------|------------------------------------------------------------------|
|                    | $V_{\text{äq}}$ in [mL] | $\beta_{\text{Cl}}$ in $\left[\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right]$ | $V_{\text{äq}}$ in [mL] | $\beta_{\text{Cl}}$ in $\left[\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right]$ |
| <b>Messreihe 1</b> | 7,137                   | 25,304                                                           | 3,664                   | 25,979                                                           |
| <b>Messreihe 2</b> | 7,113                   | 25,219                                                           | 3,646                   | 25,855                                                           |
| <b>Messreihe 3</b> | 7,110                   | 25,206                                                           | 3,659                   | 25,943                                                           |
| <b>Mittelwert</b>  | 7,120                   | 25,243                                                           | 3,656                   | 25,926                                                           |

**Berechnung der Standardabweichung:**

$$\begin{aligned}s &= \sqrt{\frac{\sum_{n=1}^N (x_n - \bar{x})^2}{N - 1}} \\ &= \sqrt{\frac{(25,304 \, \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 25,243 \, \frac{\text{mg}}{\text{L}})^2 + (25,219 \, \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 25,243 \, \frac{\text{mg}}{\text{L}})^2 + (25,206 \, \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 25,243 \, \frac{\text{mg}}{\text{L}})^2}{2}} \\ &= \underline{5,335 \cdot 10^{-2} \, \frac{\text{mg}}{\text{L}}}\end{aligned}\quad (10)$$



**Berechnung des Vertrauensintervalls:**

$$\begin{aligned} conf(\bar{x}) &= \bar{x} \pm \frac{t}{\sqrt{N}} \cdot s \\ &= 25,243 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \pm \frac{4,303}{\sqrt{3}} \cdot 5,335 \cdot 10^{-2} \frac{\text{mg}}{\text{L}} \\ &= \underline{25,243 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \pm 1,325 \cdot 10^{-1} \frac{\text{mg}}{\text{L}}} \end{aligned} \quad (11)$$

**Grenzwerttest:**

$$\begin{aligned} t_{\text{emp}} &= \frac{\bar{x} - x_{\text{Grenz}}}{s} \cdot \sqrt{N} \\ &= \frac{25,243 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 250 \frac{\text{mg}}{\text{L}}}{5,335 \cdot 10^{-2} \frac{\text{mg}}{\text{L}}} \cdot \sqrt{3} \\ &= \underline{-7,297 \cdot 10^3} \end{aligned} \quad (12)$$

$$\begin{aligned} t_{\text{emp}} &< -t_{\text{crit}} \\ -7,297 \cdot 10^3 &< -2,920 \end{aligned}$$

wahre Aussage

**Relative Standardabweichung:**

$$\begin{aligned} s_{\text{rel}} &= \frac{s}{\bar{x}} \\ &= \frac{5,335 \cdot 10^{-2} \frac{\text{mg}}{\text{L}}}{25,243 \frac{\text{mg}}{\text{L}}} = \underline{0,002} \end{aligned} \quad (13)$$

## 6 Diskussion

Aus den Daten der konduktometrischen Indikation konnten die Reaktions- und Überschussgerade (siehe Abb. 1) mit einem Bestimmtheitsmaß von mindestens 0,999 (vgl. Tab. 1) erhalten werden. Deren Schnittpunkt erlaubt, durch Fällung des Lotes auf die Abzisse, das Ablesen des verbrauchten Volumens an Maßlösung. In diesem Falle wurde das Äquivalenzvolumen aber berechnet (vgl. Gl.(5)). Es ergibt sich dafür im Mittel 7,120 mL für 100 mL der Wasserprobe.

Aus den Daten der potentiometrischen Indikation wurde der Äquivalenzpunkt durch das numerische Verfahren nach KOLTHOFF-HAHN bestimmt (vgl. Gl. (6)). Für das Probenvolumen von 50 mL wurde ein mittleres Äquivalenzvolumen von 3,656 mL für 100 mL erhalten. Zur besseren Vergleichbarkeit lässt sich dieses auf ein Probenvolumen von 100 mL umrechnen. Für 100 mL ergibt sich ein Äquivalenzvolumen von 7,312 mL. Die Messdaten der potentiometrischen Indikation sind in Abb. 2 graphisch aufbereitet. Es fällt auf, dass die Messpunkte im unteren Bereich etwas weiter streuen. Die Ursache dafür wird beim Messgerät vermutet, da sich die relative Abweichung um einen konstanten Messfehler, bei niedrigen Potentialen deutlich stärker auswirkt.

Aus den Äquivalenzvolumina kann, wie in Gl. (7) dargestellt, der Chloridgehalt der untersuchten Wasserprobe berechnet werden. Die Mittelwerte des Chloridgehaltes liegen bei  $25,243 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$  und  $25,926 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$ .

Die Einhaltung des Grenzwertes für Chlorid im Trinkwasser von  $250 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$ , wird durch einen Grenzwertest bewiesen.

Die drei Messreihen liegen, wie in den Abbildungen 1 und 2 zu sehen ist, sowohl bei der Konduktometrie als auch bei der Potentiometrie, sehr nah bei einander. Die Messungen sind daher äußerst präzise und wiederholgenau. Dafür sprechen auch die relativen Standardabweichungen von nur rund 0,002. Die berechneten Chloridgehalte weichen nur um 1,5% voneinander ab. Damit erweisen sich sowohl die konduktometrische, als auch die potentiometrische Indikation als gut geeignet um den Äquivalenzpunkt bei argentometrischen Untersuchungen anzuzeigen.

## 7 Fehlerbetrachtung

Die Verwendung der elektronischen Bürette eliminiert ein großes Fehlerpotential gegenüber der manuellen Zugabe der Maßlösung. Auch die digitale Anzeige an den Messgeräten lässt keine Ablesefehler zu. Die größten Fehlerquellen werden daher in den Verunreinigungen der Geräte und im Abmessen der Probenvolumina vermutet.

Sowohl der Korrekturfaktor  $f_{\text{korr}}$  als auch  $f_{\text{stöch}}$  waren gegeben und wurden nicht selbst bestimmt. Diese könnten vom wahren Wert abweichen und damit einen systematischen Fehler einführen, der die Richtigkeit der Ergebnisse kompromittiert.

# Anhang

Tab. 3: Messwerte Konduktometrie

| Messreihe 1 |     | Messreihe 2 |     | Messreihe 3 |     |
|-------------|-----|-------------|-----|-------------|-----|
| 0,0         | 545 | 0,0         | 545 | 0,0         | 543 |
| 0,5         | 543 | 0,5         | 544 | 0,5         | 541 |
| 1,0         | 540 | 1,0         | 541 | 1,0         | 538 |
| 1,5         | 537 | 1,5         | 538 | 1,5         | 535 |
| 2,0         | 534 | 2,0         | 535 | 2,0         | 533 |
| 2,5         | 532 | 2,5         | 533 | 2,5         | 530 |
| 3,0         | 529 | 3,0         | 530 | 3,0         | 528 |
| 3,5         | 526 | 3,5         | 527 | 3,5         | 525 |
| 4,0         | 524 | 4,0         | 525 | 4,0         | 522 |
| 4,5         | 521 | 4,5         | 522 | 4,5         | 520 |
| 5,0         | 518 | 5,0         | 520 | 5,0         | 518 |
| 5,5         | 516 | 5,5         | 517 | 5,5         | 515 |
| 6,0         | 514 | 6,0         | 515 | 6,0         | 513 |
| 6,5         | 511 | 6,5         | 513 | 6,5         | 511 |
| 7,0         | 510 | 7,0         | 511 | 7,0         | 509 |
| 7,5         | 512 | 7,5         | 514 | 7,5         | 512 |
| 8,0         | 518 | 8,0         | 520 | 8,0         | 519 |
| 8,5         | 526 | 8,5         | 528 | 8,5         | 526 |
| 9,0         | 533 | 9,0         | 535 | 9,0         | 534 |
| 9,5         | 540 | 9,5         | 543 | 9,5         | 541 |
| 10,0        | 548 | 10,0        | 551 | 10,0        | 549 |
| 10,5        | 555 | 10,5        | 558 | 10,5        | 556 |
| 11,0        | 563 | 11,0        | 565 | 11,0        | 564 |
| 11,5        | 570 | 11,5        | 573 | 11,5        | 571 |
| 12,0        | 577 | 12,0        | 580 | 12,0        | 579 |
| 12,5        | 585 | 12,5        | 587 | 12,5        | 586 |
| 13,0        | 592 | 13,0        | 595 | 13,0        | 593 |
| 13,5        | 599 | 13,5        | 602 | 13,5        | 600 |
| 14,0        | 606 | 14,0        | 609 | 14,0        | 607 |
| 14,5        | 613 | 14,5        | 616 | 14,5        | 614 |
| 15,0        | 620 | 15,0        | 623 | 15,0        | 621 |
| 15,5        | 626 | 15,5        | 630 | 15,5        | 628 |
| 16,0        | 633 | 16,0        | 636 | 16,0        | 635 |
| 16,5        | 640 | 16,5        | 643 | 16,5        | 642 |
| 17,0        | 647 | 17,0        | 650 | 17,0        | 649 |
| 17,5        | 653 | 17,5        | 657 | 17,5        | 655 |
| 18,0        | 660 | 18,0        | 663 | 18,0        | 662 |
| 18,5        | 666 | 18,5        | 670 | 18,5        | 669 |
| 19,0        | 673 | 19,0        | 676 | 19,0        | 675 |
| 19,5        | 679 | 19,5        | 683 | 19,5        | 682 |
| 20,0        | 685 | 20,0        | 689 | 20,0        | 688 |

Tab. 4: Messwerte Konduktometrie

| Messreihen 1 |     |    | $\Delta E_1$ | Messreihen 2 |     |    | $\Delta E_2$ | Messreihen 3 |     |    | $\Delta E_3$ |
|--------------|-----|----|--------------|--------------|-----|----|--------------|--------------|-----|----|--------------|
| 0,0          | 174 | -  |              | 0,0          | 186 | -  |              | 0,0          | 186 | -  |              |
| 0,5          | 182 | 8  |              | 0,5          | 189 | 3  |              | 0,5          | 189 | 3  |              |
| 1,0          | 187 | 5  |              | 1,0          | 194 | 5  |              | 1,0          | 193 | 4  |              |
| 1,5          | 192 | 5  |              | 1,5          | 199 | 5  |              | 1,5          | 198 | 5  |              |
| 2,0          | 199 | 7  |              | 2,0          | 205 | 6  |              | 2,0          | 204 | 6  |              |
| 2,5          | 207 | 8  |              | 2,5          | 215 | 10 |              | 2,5          | 213 | 9  |              |
| 3,0          | 220 | 13 |              | 3,0          | 228 | 13 |              | 3,0          | 226 | 13 |              |
| 3,5          | 245 | 25 |              | 3,5          | 256 | 28 |              | 3,5          | 251 | 25 |              |
| 4,0          | 301 | 56 |              | 4,0          | 307 | 51 |              | 4,0          | 304 | 53 |              |
| 4,5          | 326 | 25 |              | 4,5          | 328 | 21 |              | 4,5          | 328 | 24 |              |
| 5,0          | 339 | 13 |              | 5,0          | 340 | 12 |              | 5,0          | 340 | 12 |              |
| 5,5          | 347 | 8  |              | 5,5          | 348 | 8  |              | 5,5          | 347 | 7  |              |
| 6,0          | 354 | 7  |              | 6,0          | 354 | 6  |              | 6,0          | 353 | 6  |              |
| 6,5          | 358 | 4  |              | 6,5          | 358 | 4  |              | 6,5          | 358 | 5  |              |
| 7,0          | 362 | 4  |              | 7,0          | 362 | 4  |              | 7,0          | 361 | 3  |              |
| 7,5          | 366 | 4  |              | 7,5          | 365 | 3  |              | 7,5          | 365 | 4  |              |
| 8,0          | 369 | 3  |              | 8,0          | 368 | 3  |              | 8,0          | 367 | 2  |              |
| 8,5          | 371 | 2  |              | 8,5          | 371 | 3  |              | 8,5          | 370 | 3  |              |
| 9,0          | 374 | 3  |              | 9,0          | 373 | 2  |              | 9,0          | 372 | 2  |              |
| 9,5          | 375 | 1  |              | 9,5          | 375 | 2  |              | 9,5          | 374 | 2  |              |
| 10,0         | 377 | 2  |              | 10,0         | 377 | 2  |              | 10,0         | 376 | 2  |              |

**Praktikum:**

- ☐ BAC/2.Sem.: "Analytik"  
☐ BCUC/4.Sem.: "Analytik"  
☒ BCUU/4.Sem.: "Analytik"  
☐ BWIWU/4.Sem.: "Analytik"

- ☐ Protokoll genehmigt  
☐ Protokoll korrigieren  
☐ Rücksprache erbeten  
☐ Protokoll registriert

## PROTOKOLL

**Versuch:** Volumetrische Methoden/ Fällungstitation/ Argentometrie  
**1.2** Chloridbestimmung (konduktometrisch, potentiometrisch)

**Analysenproben:**

A1k: Leitungswasser konduktometrisch  
 A1p: Leitungswasser potentiometrisch  
 A2: /

**Kalibrierung:**

Messgerät: Kalibrierung entfällt  
 Maßlösung: 0,01 mol l<sup>-1</sup> AgNO<sub>3</sub>; f<sub>STÖCH</sub>: 0,3545 mg ml<sup>-1</sup> Cl<sup>-</sup>; f<sub>KORR</sub>: 1,007

**Messergebnisse:**

| Verbrauch V der Maßlösung (ml) und Gehalt X <sub>G</sub> (mg l <sup>-1</sup> ) |                              |                                       |                                       |                                       |                       |
|--------------------------------------------------------------------------------|------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|-----------------------|
| Probe                                                                          | Vorlage<br>V <sub>TEST</sub> | Teilprobe 1<br>v1<br>X <sub>G,1</sub> | Teilprobe 2<br>v2<br>X <sub>G,2</sub> | Teilprobe 3<br>v3<br>X <sub>G,3</sub> | $\bar{x}_G$           |
| A1k                                                                            | 100 ml                       | 7,137 ml 25,304 $\frac{mg}{l}$        | 7,113 ml 25,213 $\frac{mg}{l}$        | 7,110 ml 25,206 $\frac{mg}{l}$        | 25,243 $\frac{mg}{l}$ |
| A1p                                                                            | 50 ml                        | 3,664 ml 25,979 $\frac{mg}{l}$        | 3,646 ml 25,855 $\frac{mg}{l}$        | 3,653 ml 25,943 $\frac{mg}{l}$        | 25,926 $\frac{mg}{l}$ |
| A2                                                                             | /                            | /                                     | /                                     | /                                     | /                     |

**Analysenergebnisse und statistische Bewertung**

| Statistik der mittleren Chloridgehalte $\bar{x}_G$ , mg l <sup>-1</sup> |   |           |                       |                                      |                            |                    |                     |                   |              |
|-------------------------------------------------------------------------|---|-----------|-----------------------|--------------------------------------|----------------------------|--------------------|---------------------|-------------------|--------------|
| Probe                                                                   | N | $\bar{v}$ | $\bar{x}_G$           | $\pm SG$                             | cnf( $\bar{x}_G$ )         | $\bar{x}_{GRENZ}$  | t <sub>EMP</sub>    | t <sub>CRIT</sub> | Entscheidung |
| A1k                                                                     | 3 | 7,120 ml  | 25,243 $\frac{mg}{l}$ | 5,355 $\cdot 10^{-2}$ $\frac{mg}{l}$ | $\pm 0,133$ $\frac{mg}{l}$ | 250 $\frac{mg}{l}$ | -7,297 $\cdot 10^2$ | 2,920             | eingehalten  |
| A1p                                                                     | 3 | 3,656 ml  | 25,926 $\frac{mg}{l}$ | 6,367 $\cdot 10^{-2}$ $\frac{mg}{l}$ | $\pm 0,158$ $\frac{mg}{l}$ | 250 $\frac{mg}{l}$ | -6,036 $\cdot 10^2$ | 2,920             | eingehalten  |
| A2                                                                      | / | /         | /                     | /                                    | /                          | /                  | /                   | /                 | /            |

Signifikanz im statistischen Test durch Sternsymbol (\*) bei t<sub>CRIT</sub> anzeigen; Testergebnis unter "Entscheidung" kommentieren.

# Literatur

- [1] HOLZE, Rudolf: *Nernstsche Gleichung*. Thieme Gruppe, 2008 <https://roempp.thieme.de/lexicon/RD-14-00829>
- [2] HOLZE, Rudolf ; BREHM, Ingrid: *Konduktometrie*. Thieme Gruppe, 2012 <https://roempp.thieme.de/lexicon/RD-11-01725>
- [3] BREHM, Ingrid: *Potentiometrie*. Thieme Gruppe, 2007 <https://roempp.thieme.de/lexicon/RD-16-03823>