

Laborjournal NAP

Damian Köppel, Gian Claudio Köppel

15. März 2012

1 Ionentauscher

1.1 Spülen des Ionentauschers

Zu Beginn lassen wir die noch in den Tauschern vorhandene Flüssigkeit ab. Vermutlich handelt es sich dabei um deionisiertes Wasser, aber wir können uns nicht sicher sein. Dabei achten wir darauf, dass die Tauscher nie an die Luft kommen. Luftblasen die allenfalls im Tauscher eingeschlossen werden, könnten den gesamten Ionentauscherprozess beeinflussen. Danach spülen wir die Tauscher mit deionisiertem Wasser, bis das Wasser das aus den Tauschern fließt den selben pH-Wert wie das Deionisierte Wasser hat, das in den Tauscher gegeben wird. Damit stellen wir sicher, dass sich keine unbekannte Stoffe mehr im Tauscher befinden. Der pH-Wert wird mittels Messtreifen bestimmt, in unserem Fall beträgt der pH-Wert des Wassers 6. Nach der Spülung hat die Flüssigkeit aus beiden Tauschern den pH-Wert 6.

1.2 Kalibration der pH-Messgeräten

Wir kalibrieren das pH-Meter vom Typ *Methrom 827 PH Lab* mit einer dreipunkte Kalibration. Wir verwenden dazu Pufferlösungen mit den pH-Werten 4, 7 und 10. Vor der Kalibration und bei jedem Wechsel der Puffer spülen wir die Glaselektrode mit deionisiertem Wasser, um Verunreinigungen, die das Messergebnis beeinflussen, möglichst klein zu halten. Die bei der Kalibration gemessenen Werte können den Tabellen 1 und 2 entnommen werden. Die zweite Kalibration wurde nötig, da die erste Kontrollmessung mit der pH 7 Pufferlösung ausserhalb der geforderten Genauigkeit von ± 0.1 lag.

Tabelle 1: erste Kalibration

Puffer	pH-Wert	Elketrodenspannung [mV]
4	3.86	
7		-2.3
10		-169.4

Tabelle 2: zweite Kalibration

Puffer	pH-Wert	Elketrodenspannung [mV]
4		172.8
7	7.09	-2.7635
10		-168.1

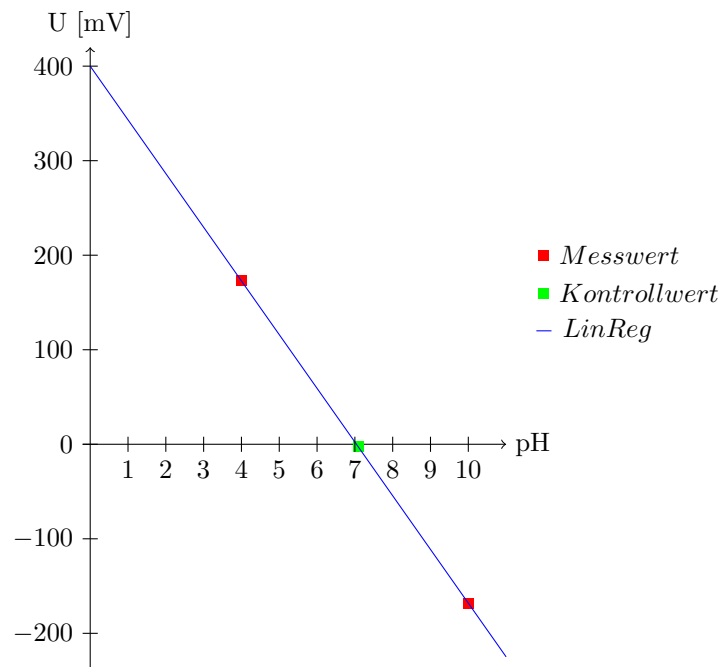


Abbildung 1: Kalibration der pH-Messung

Durch die Lineare Regression konnten wir eine Gleichung für *Leitfähigkeit* = $f(\text{pH Wert})$ herleiten:

$$\text{Leitfähigkeit} = -56.81 * (\text{pH Wert}) + 400.06$$

Beziehungsweise:

$$\text{pH Wert} = -\frac{\text{Leitfähigkeit} - 400.06}{56.81}$$

Bei einem pH Wert von 4.8 ergibt das also eine Leitfähigkeit von 127.34.

1.3 Regeneration der Ionentauscher

Um die volle Funktion der Ionentauschern garantieren zu können, müssen diese regeneriert werden. Den Kationentauscher wird mit 80ml 8% HCl -Lösung regeneriert. Der Anionentauscher wird mit 80ml 0.5 M $NaOH$ -Lösung regeneriert. Die Regenerationslösungen lassen wir mit einer Geschwindigkeit von ungefähr 2 Tropfen pro Sekunden durch die Tauscher.

Danach spülen wir die Tauscher wieder mit deioniertem Wasser. Um den Spülvorgang überwachen zu können, überprüfen wir laufend den pH-Wert mittels Messstreifen. Ein Ionentauscher gilt als gespült wenn der pH-Wert der Spülflüssigkeit vor dem Spülen und danach übereinstimmen. Die Messwerte können der Tabelle 3 entnommen werden. Die Spülflüssigkeit weist einen pH-Wert von 6 auf. Auch bei der Spülung verwenden wir eine Ablassgeschwindigkeit von ca. 2 Tropfen pro Sekunde.

1.4 Kationentausch

Durch den Kationentauscher lassen wir $2 \cdot 80\text{ml } CaCl_2$ Prüflösung mit einer Tropfgeschwindigkeit von 2 Tropfen pro Sekunde laufen und werfen diese. Danach lassen wir $3 \cdot 80\text{ml}$ Prüflösung durch den Tauscher mit der selben Geschwindigkeit wie die verworfene Lösung laufen. Diese zweite Tranche der teilentionisierten Lösung fangen wir in einem sauberen 500ml Gefäß zur weiterverwendung auf. Gemäss Versuchsanleitung wäre hier ein 300ml Gefäß verlangt, allerdings war kein sauberes solches Vorhanden. 20ml der erhalten Lösung stellen wir für Messungen beiseite.

Tabelle 3: Messungen zur Überwachung des Spühlvorgangs

Spühlwasser [ml]	Anionentauscher [pH]	Kationentauscher [pH]
0	12	1
170	11	1.5
270	8	3
300	7	3
350	6	4
400		6

1.5 Anionentausch

Die beim 1.4 Kationentausch erhaltene Ca^{+} -Freie Lösung wird jetzt durch den Anionentauscher geschickt. Dies machen wir wieder in zwei Tranchen, von denen wir die Erste verwerfen. Entgegen der Versuchsanleitung bestand unsere erste Tranche aus 140ml anstelle von 160ml da wir 20ml für Messungen beiseite Gestellt haben. Die Zweite Tranche von 80ml vollentsalzter Probelösung fangen wir in einem sauberen 100ml Becherglas auf.

1.6 Messergebnisse

Folgende Ergebnisse ergaben sich bei der Auswertung der Versuche.

1.6.1 pH-Messung

Die pH-Werte messen wir mit einem Glaselektrodenmessgerät vom Typ *Metrohm 827 PH Lab*. Um die für die Messung notwendige Leitfähigkeit zu erreichen haben wir die vollentsalzte Lösung mit *NaCl* aufgesalzen.

Tabelle 4: pH-Werte

Lösung	pH-Wert	Elektrodenspannung [mV]
$CaCl_2$ Probelösung	5.82	-65
Ca^{2+} freie Lösung	1.30	326
Vollentsalzte Lösung	8.54	-85

1.6.2 Leitfähigkeit

Die Leitfähigkeit der Lösungen messen wir mit einem Glaselektrodenmessgerät vom Typ *Metrohm 712 Conductometer*.

Tabelle 5: Leitfähigkeit

Lösung	Leitfähigkeit $\left[\frac{\mu S}{cm}\right]$
$CaCl_2$ Probelösung	4.874
Ca^{2+} freie Lösung	17.29
Vollentsalzte Lösung	18.03

1.6.3 Qualitativer Ca_{2+} und Cl^{-} Ionen

Die Ionen können mit folgenden Methoden nachgewiesen werden.

Ca^{2+} Zwei Tropfen Probelösung mit einem Tropfen H_2SO_4 versetzen. Nach 1-3 Minuten sind unter dem Mikroskop Gipsnadeln sichtbar.

Cl^- Ein Tropfen Probelösung mit einigen Tropfen $AgNO_3$ -Lösung versetzen. Es wird ein weißer, flockiger $AgCl$ -Niederschlag sichtbar.

Tabelle 6: Qualitativer Ionennachweis

Lösung	Ca^{2+} vorhanden	Cl^- vorhanden
$CaCl_2$ Probelösung	+	+
Ca^{2+} freie Lösung	-	+
Vollentsalzte Lösung	-	-

1.7 Menge gelöstes $CaCl_2$ in Probelösung

pH-Wert Probelösung nach Kationentausch: 1.3

Stoffmenge in der Lösung: $c[H_3O^+] 10^{-pH} = 10^{-1.3} \frac{mol}{l}$

Molmassen:

- $M(Ca) = 40.078 u$
- $M(Cl) = 35.45 u$
- $M(CaCl_2) = 40.078 + 2 \cdot 35.45 = 110.978 \frac{g}{mol}$

Ca^{2+} Ionen werden durch $2 \cdot H_3O$ Ionen ersetzt.

$$\Rightarrow c[Ca^{2+}] = 0.5 \cdot c[H_3O^+] \Rightarrow c[Ca^{2+}] = 0.5 \cdot 10^{-1.3} \frac{mol}{l}$$

1 mol Ca^{2+} reagiert zu 1 mol $CaCl_2$

$$\Rightarrow Ca^{2+} + 2Cl^- \rightleftharpoons CaCl_2 \Rightarrow c[CaCl_2] = c[Ca^{2+}] = 0.5 \cdot 10^{-1.3} \frac{mol}{l}$$

$$\text{Konzentration } CaCl_2 = 0.5 \cdot 10^{-1.3} \frac{mol}{l} \cdot 110.978 \frac{g}{mol} = 2.78 \frac{g}{l}$$

1.8 Interpretation

Wie wir in der Tabelle 6 aufgezeigt haben, konnten wir beim vollentsalzten Wasser keine Ca^{2+} oder Cl^- Ionen nachweisen. Damit können wir davon ausgehen, dass die Vollentsalzung funktioniert hat. Da wir keine Ca^{2+} Ionen nachweisen konnten, können wir davon ausgehen, dass das Wasser voll enthärtet wurde.

Die bei 1.7 berechnete Masse von $2.78 \frac{g}{l}$ $CaCl_2$ Ionen erscheint uns, basierend auf unseren Chemiekennntnissen, einigermaßen realistisch.

Bei keinem der Messwerte sind uns bemerkenswerte Abweichungen von den Theoriewerten aufgefallen.