



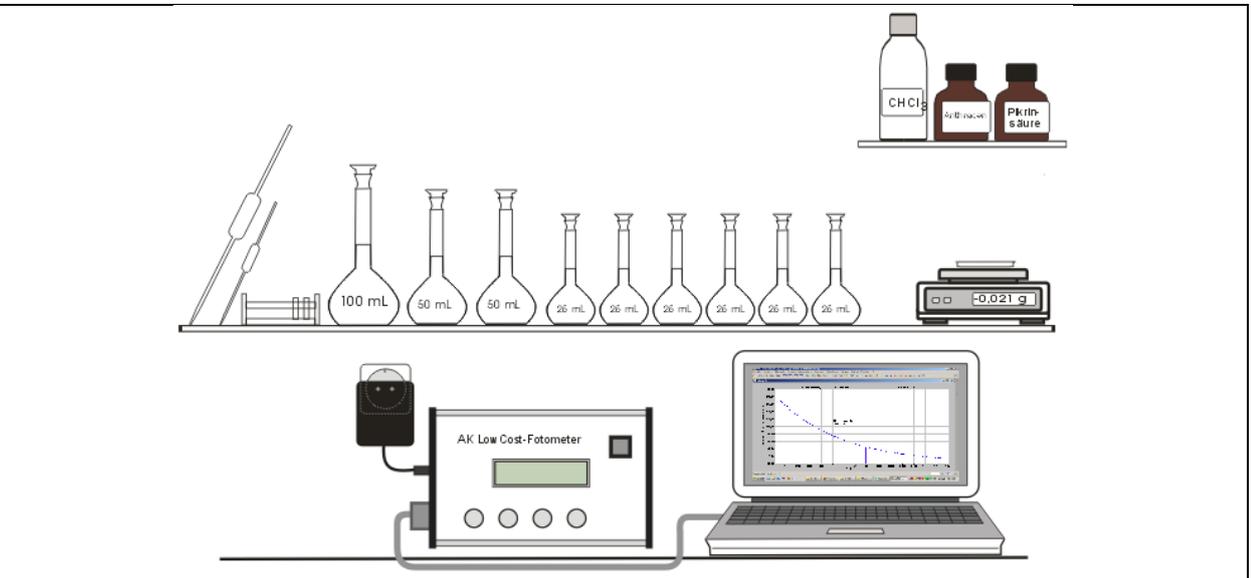
**Prinzip**

Anthracen bildet mit Pikrinsäure einen intensiv gefärbten Charge-Transfer-Komplex. Die Komplexbildungskonstante wird über die vorherige Bestimmung des Extinktionskoeffizienten für den Komplex auf fotometrischem Wege ermittelt.

**Achtung**

**Für Pikrinsäure besteht ab sofort in der Schule absolutes Verwendungsverbot.**

**Aufbau**



**und  
Vorbereitung**

**Benötigte Geräte**

- Fotometer FM 04- Netzteil / FM11
- Computer
- serielles Verbindungskabel
- 2 Küvetten
- Waage (mind. 200g/0,01g)
- Spatel
- Uhrglas

- Messkolben, 100 ml
- 2 Messkolben, 50 ml
- 6 Messkolben, 25 ml
- Filterpapier
- Pipette, 10 ml
- Pipette, 20 ml
- Pipettierhilfe

**Verwendete Chemikalien**

- Anthracen
- Pikrinsäure
- Trichlormethan

**Vorbereitung des Versuchs**

Herstellen der Lösungen

- ▶ 445 mg Anthracen abwiegen, in einen 50 mL Messkolben überführen und bis zur Marke mit Chloroform auffüllen. Die Lösung enthält 0.05 mol/L Anthracen.
- ▶ Pikrinsäure zunächst zwischen Filterpapier trocknen, 574 mg Pikrinsäure abwiegen, in einen 50 mL Messkolben überführen und ebenfalls bis zur Marke mit Chloroform auffüllen. Die Lösung enthält 0,05 mol/L Pikrinsäure.
- ▶ Jeweils 40 mL der Lösungen (1) und (2) in einen 100 mL Messkolben pipettieren und mit Chloroform bis zur Marke auffüllen.
- ▶ Jeweils 2.5, 5, 10, 15, 20 und 25 mL der Lösung (3) in 25 mL Messkolben pipettieren und bis zur Marke mit Chloroform auffüllen.

Das Fotometer wird nach Anleitung aufgebaut, an den Computer angeschlossen und angestellt.

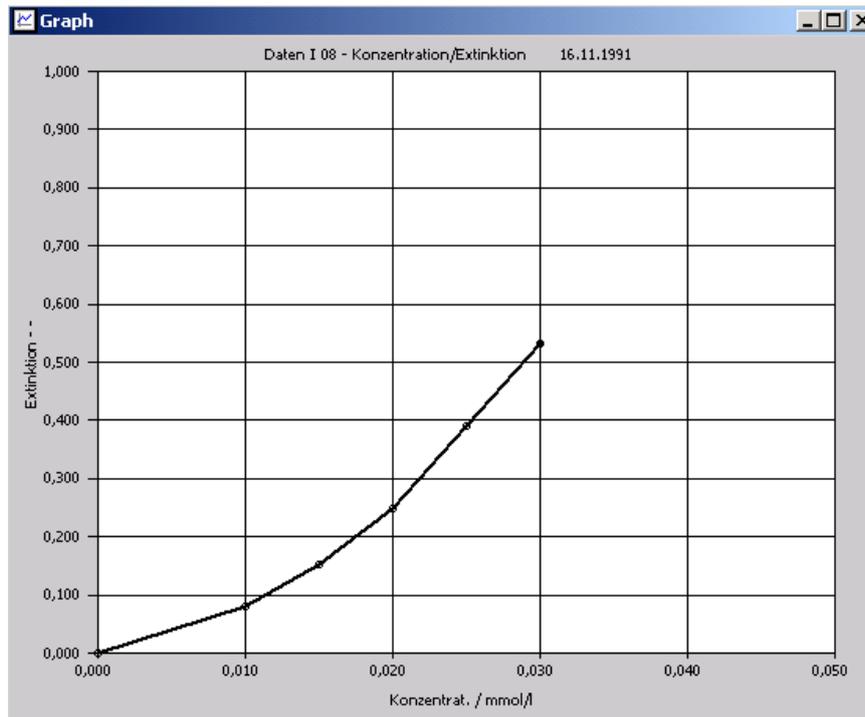
**Vorbereitung am Computer**

- ▶ **AK Analytik 11** starten; **Messen** mit **Geräte-Schnellstarter App** **FotoApp**
- ▶ **FM 11 gewählt** anklicken und **Weiter** , Anweisung befolgen und **'abhaken'** **Weiter**
- ▶ **Was möchten Sie messen?** **Extinktion**
- ▶ **Bei welcher Farbe wollen Sie messen?** **grün** **Nullabgleich** Referenzküvette einstellen **OK**
- ▶ Warten, bis der Nullabgleich erfolgt ist. **Weiter**
- ▶ **Auf welche Weise möchten Sie messen:** **Taste** , **"Konz.-intervall":** **0,005** mol/L, **"Gesamtkonzentration":** **0,05** mg/L (eigentlich mmol/l - wird später korrigiert),
- ▶ **Darstellung der Kanäle im Graphen:** **0 – 1,0** % **Weiter**



Durchführung

- ▶ Eine Küvette Chloroform in den Lichtschacht stellen und zur Messwertübernahme mit der Maus auf den Button **Einzelwert** klicken oder besser die 'Leertaste' drücken.
- ▶ Nacheinander die Küvetten mit aufsteigender Konzentration in das Fotometer stellen und ebenfalls den Messwert übernehmen.
- ▶ Zum Beenden **Messung beenden** oder 'Esc'- Taste drücken.
- ▶ Projektname eingeben (hier: Beispiel) **Mein erstes Projekt** und **Akzeptieren**
- ▶ **Achtung:** Vor dem Speichern unten auf die Achsenbeschriftung klicken und die Einheit von mol/L in ,mol/L ändern.



Wie man deutlich sieht, ist bei dieser Verdünnungsreihe das Lambert-Beer'sche Gesetz nicht erfüllt. Der Stoff verhält sich nicht wie ein "normaler" Farbstoff beim Verdünnen, sondern es gilt zusätzlich das Massenwirkungsgesetz.

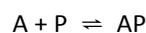
**Bestimmung der Konstanten des Massenwirkungsgesetzes:**

Hier zunächst einige wichtige Voraussetzungen:

1. Die Farbintensität von Pikrinsäure (P) bzw. Anthracen (A) ist bei der verwendeten Wellenlänge so schwach, dass sie vernachlässigt werden kann. Die Schichtdicke beträgt 1cm. Die Extinktion ist demnach nur noch von der (allerdings unbekannt) Konzentration des Anthracen-Pikrinsäure-Komplexes (AP) abhängig.

$$E = \epsilon_{AP} \cdot c(AP)$$

Im Gleichgewicht der Reaktion



gilt das Massenwirkungsgesetz:

$$K = \frac{c(AP)}{c(A) \cdot c(P)}$$



2. Die Anfangskonzentration (Konzentration an Anthracen und Pikrinsäure vor dem Zusammenschütten) sind bekannt und gleich groß. Da alle Stoffe im gleichen Volumen vorliegen, gilt:

$$c_A(A) = c_A(P) \quad \text{und} \quad c(A) = c_A(A) - c(AP)$$

eingesetzt in das MWG

$$K = \frac{c_A(AP)}{(c(A) - c(AP)) \cdot (c(A) - c(AP))}$$

mit der entsprechenden Gleichung für die Extinktion:

$$K = \frac{E/e_{AP}}{(c_A(A) - E/e_{AP})^2}$$

umgeformt:

$$(c_A(A) - \frac{E}{e_{AP}})^2 = \frac{E \cdot e_{AP}}{K}$$

entsprechend

$$c_A(A) - \frac{E}{e_{AP}} = \sqrt{\frac{E}{e_{AP} \cdot K}}$$

bzw.

$$c_A(A) = \frac{E}{e_{AP}} + \sqrt{\frac{E}{e_{AP} \cdot K}}$$

schließlich:

$$\frac{c_A(A)}{E} = \frac{1}{e_{AP}} + \sqrt{\frac{1}{e_{AP} \cdot K}} \cdot \sqrt{\frac{1}{E}}$$

setzt man nun

$$a = \frac{c_A(A)}{E} \quad \text{und} \quad m = \sqrt{\frac{1}{e_{AP} \cdot K}} \quad \text{und} \quad x = \sqrt{\frac{1}{E}}$$

so erhält man eine Gleichung in der Form

$$a = m \cdot x + \frac{1}{e_{AP}}$$

Trägt man nun a gegen x auf, so erhält man eine Gerade. Aus dem y- Achsenabschnitt lässt sich der Extinktionskoeffizient

$$\varepsilon_{AP} = \frac{1}{a}$$

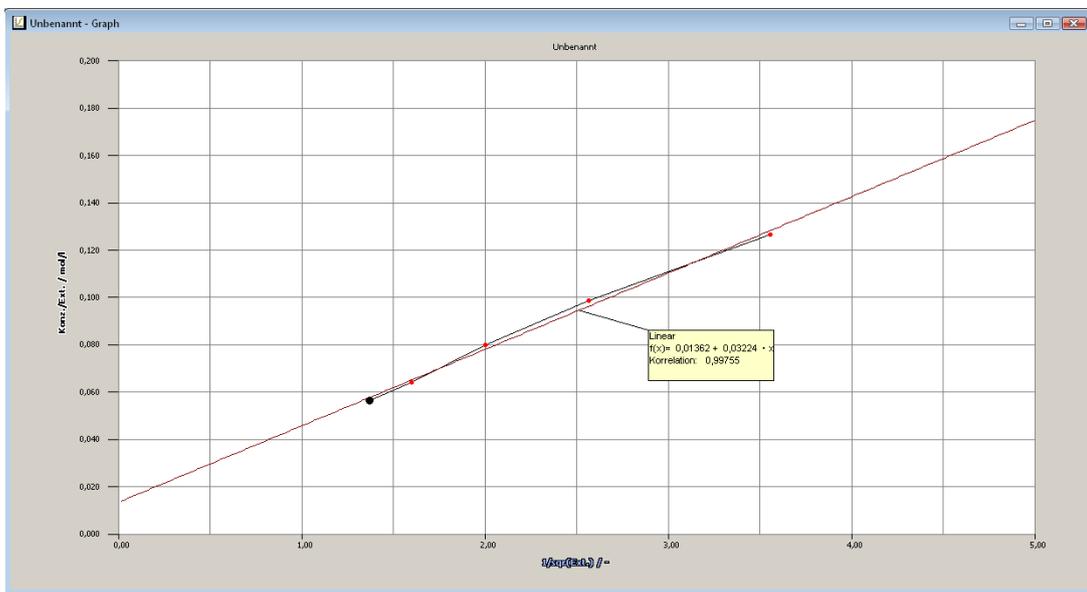
und aus der Steigung die Konstante des Massenwirkungsgesetzes berechnen.

$$K = \frac{1}{m^2 \cdot e_{AP}}$$



In der Wertetabelle liegen  $c_A(A)$  (x-Werte) und E (y-Werte) vor

- ▶ Hauptmenü: **AK Analytik 11** Start Messung Favoriten **Auswerten** Hinzufügen Daten umrechnen
- ▶ **Umrechnen mit einzugebender Funktion** **Eigene Funktion eingeben**
- ▶  $Y = \frac{XA}{YA}$   $X = \frac{1}{\text{SQR}(XA)}$  ? **OK**
- ▶ **Klick auf das Farbpalettensymbol**
- ▶ y- Obergrenze: **0,2** x-Messgröße: **Konz./Ext.** Einheit **mol/L** y- Untergrenze: **0**
- ▶ x- Untergrenze: **0** x-Messgröße: **1/SQR(Ext.)** Einheit **-** x- Obergrenze: **5**
- ▶ **Akzeptieren** **Neue Datenreihe** **In neun Graphen einzeichnen** **Akzeptieren**
- ▶ **Projekt** **Speichern unter**
- ▶ Projektnamen eingeben (hier: Beispiel) **AP-MWG** und **Akzeptieren**



**Berechnung von  $\epsilon$  (siehe oben)**

- ▶ Favoriten im Hauptmenü **AK Analytik 11** Start Messung **Favoriten** Auswerten Hinzufügen
- ▶ **Rechner** Termeingabe: **1/1,0136**

Als Ergebnis liefert der Rechner: 73,53

**Berechnung von K (siehe oben)**

- ▶ Favoriten im Hauptmenü **AK Analytik 11** Start Messung **Favoriten** Auswerten Hinzufügen
- ▶ **Rechner** Termeingabe: **1/(0,0322^2\*73,53)**

Als Ergebnis liefert der Rechner: 13,12

**Tipps:**

- Man muss sehr sorgfältig arbeiten, da der Extinktionskoeffizient durch Extrapolation bestimmt wird und mit diesem Wert weiter gerechnet wird.
- Die Küvetten müssen verschlossen werden, da sonst das Chloroform verdunstet und das Anthracenpikrat auskristallisiert.

**Beachten:**



**Entsorgung**

Organische halogenierte Abfälle

**Literatur**

F. Kappenberg, Computer im Chemieunterricht 1988, S. 175, Verlag Dr. Flad, Stuttgart  
K. Hagenstein, Photometrische Analysen im Unterricht, Dr. Lange, Berlin 1976