

**Chemie - Praktikum SFT/EVT**  
**WS01/02**

**Auswertung und Ergebnisse**

von

Michael Monz (EVT)  
Roland Steffen (SFT)

# 1. Versuchstag: Herstellen von Lösungen und Reagenzien, Ionenreaktion, Qualitative Nachweisreaktionen

## 1.1 Lösliche und unlösliche Stoffe

### 1.1.a Lösen von verschiedenen Stoffen in Wasser

Versuchsbeschreibung: Wir versuchen verschiedene Stoffe in Wasser zu lösen. Dazu haben wir ca. 5ml Wasser mit einer Prise des Stoffes gemischt und leicht geschwenkt um eine bessere Durchmischung zu erhalten. Hat sich der Stoff bei Raumtemperatur nicht gelöst, haben wir es unter Schütteln vorsichtig erwärmt.

Versuchsbeobachtung:

Stoff	Löslichkeit bei Raumtemperatur	Löslichkeit bei Temperaturzufuhr	Fazit
Natriumchlorid (NaCl)	löst sich sofort; auch bei weiter Zugabe gut löslich		gut löslich
Kupfersulfat mit Kristallwasser (CuSO <sub>4</sub> * 5 H <sub>2</sub> O)	kaum Löslichkeit → leichte Blaufärbung	bei leichter Erwärmung gut löslich → starke Blaufärbung	bei Raumtemperatur schwer löslich; bei Erwärmung gut löslich
Calciumoxid (CaO)	nicht löslich, nur Aufschlammung zu beobachten	selbst bei starker Erwärmung nicht löslich	in Wasser unlöslich
Calciumcarbonat (CaCO <sub>3</sub> )	nicht löslich, nur Aufschlammung zu beobachten	selbst bei starker Erwärmung nicht löslich	in Wasser unlöslich
Zinkoxid (ZnO)	nicht löslich, nur Aufschlammung zu beobachten	selbst bei starker Erwärmung nicht löslich	in Wasser unlöslich
Zucker (in Ethanol)	nicht löslich	nicht durchgeführt	in Ethanol unlöslich, da Ethanol nicht polar genug ist
1-Pentanol	geringlöslich, Phasenbildung	keine Änderung	geringlöslich, Phasenbildung wegen geringer Dichte von 1-Pentanol
Paraffin	löst sich nicht und	Paraffin wird flüssig,	in Wasser unlöslich

Versuchsauswertung: Ionenverbindungen sind im Allgemeinen in dem polaren Lösungsmittel Wasser gut löslich. Die Löslichkeit der Ionenverbindungen nimmt mit steigender Ladungsdichte ab, daher sind die relativ kompakten Moleküle von Calciumoxid, Calciumcarbonat und Zinkoxid praktisch unlöslich. Bei organischen Stoffen spielt das Verhältnis von polaren zum unpolaren Anteil eine wichtige Rolle. Je größer der unpolare Anteil ist, je schwerer sind sie löslich, deshalb sind 1-Pentanol und Paraffin gering- bzw. unlöslich.

### 1.1.b Lösen von Calciumoxid und Zinkoxid in Essigsäure (1:10) bzw. Natronlauge (NaOH 2M)

Versuchsbeschreibung: Wir versuchen Calciumoxid und Zinkoxid in Essigsäure und Natronlauge zu lösen. Dazu haben wir ca. 5ml Lösungsmittel mit einer Prise des Stoffes gemischt und leicht geschwenkt um eine bessere Durchmischung zu erhalten. Hat sich der Stoff bei Raumtemperatur

nicht gelöst, haben wir es unter Schütteln vorsichtig erwärmt.

Versuchsbeobachtung:

Stoffe	Essigsäure (1:10) (CH <sub>3</sub> COOH)	Natronlauge (NaOH 2M)
Calciumoxid (CaO)	löslich bei Raumtemperatur unter Gasentwicklung	nur geringe Lösung
Zinkoxid (ZnO)	löslich bei Raumtemperatur	vollständige Lösung erst bei kurzer Erwärmung

Versuchsauswertung: Durch die Reaktion der Essigsäure mit dem schwerlöslichen Calciumoxid entsteht das leichtlösliche Calciumacetat.  $2 \text{CH}_3\text{COOH} + \text{CaO} \rightarrow \text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2 + \text{H}_2\text{O}$  Das Calciumacetat ist ein Stoff mit geringer Ladungsdichte und wird daher von den in der Lösung enthaltenen Wassermolekülen hydratisiert. Dagegen entsteht bei der Reaktion von Calciumoxid mit Natronlauge Calciumhydroxid, welches eine größere Ladungsdichte als Calciumacetat besitzt und daher unlöslich ist.  $2 \text{NaOH} + \text{CaO} \rightarrow \text{Ca}(\text{OH})_2 + \text{Na}_2\text{O}$  Zinkoxid ist in Essigsäure löslich, da die gleiche Reaktion wie mit Calciumoxid und Essigsäure abläuft.  $2 \text{CH}_3\text{COOH} + \text{ZnO} \rightarrow \text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 + \text{H}_2\text{O}$  In Natronlauge ist Zinkoxid löslich, weil das entstehende Zinkhydroxid zu Natriumtetrahydroxyzinkat reagiert, welches dann wieder eine geringe Ladungsdichte besitzt und somit hydratisiert wird. 1)  $2 \text{NaOH} + \text{ZnO} \rightarrow \text{Zn}(\text{OH})_2 + \text{Na}_2\text{O}$  2)  $\text{Zn}(\text{OH})_2 + 2 \text{NaOH} \rightarrow \text{Na}_2[\text{Zn}(\text{OH})_4]$

### 1.1.c Lösen von organischen Stoffen in organischen Lösungsmitteln

Versuchsbeschreibung: Wir versuchen Zucker, 1-Pentanol und Paraffin in Ethanol, Aceton bzw. Petroleum zu lösen. Dazu haben wir ca. 5ml Lösungsmittel mit einer Probe des Stoffes gemischt und leicht geschwenkt um eine bessere Durchmischung zu erhalten. Hat sich der Stoff bei Raumtemperatur nicht gelöst, haben wir es in heißem Wasser vorsichtig erwärmt.

Versuchsbeobachtung:

Stoff	Ethanol (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH)	Aceton (CH <sub>3</sub> -CO-CH <sub>3</sub> )	Petroleum
Zucker	keine Lösung	keine Lösung	keine Lösung
1-Pentanol	löst sich erst bei Erwärmung	Lösung bei Raumtemperatur	löst sich
Paraffin	keine Lösung, auch bei Wärmezufuhr	keine Lösung, auch bei Wärmezufuhr	löst sich erst bei Erwärmung auf

Versuchsauswertung:

### 1.2 Qualitativer Nachweis durch Fällungsreaktionen

Versuchsbeschreibung: Wir geben zu den Reagenzien aus Punkt 1.1 jeweils 1-2 Tropfen verschiedener Reagenzien hinzu.

Versuchsbeobachtung:

- Wir mischen Natriumchlorid, Schwefelsäure (2M) und Silbernitrat (5%) und beobachten einen milchigen Niederschlag.
- Wir mischen Calciumoxid (essigsäure Lösung) und Ammoniumoxalat. Es wurde eine Niederschlag beobachtet.
- Bei Zinkoxid (essigsäure Lösung) und Ammoniumoxalat beobachten wir einen Niederschlag.
1. Es ist ein bläulichmilchiger Niederschlag bei Kupfersulfat und Ammoniumoxalat zu erkennen.  
2. Wir mischen Kupfersulfat und Bariumchlorid (1g/l) und sehen eine milchige Trübung der

bläulichen Lösung.

3. Wir geben einen Tropfen Ammoniak (1:10, ca. 2M) zur Kupfersulfat-Lösung hinzu und beobachten eine Trübung der Lösung. Anschließend mischen wir weitere 1-2 ml Ammoniak bei. Der Niederschlag verschwindet und es bleibt eine klare, blaue Lösung zurück.

4. Bei Kupfersulfat und Natronlauge (2M) gehen wir wie bei 3. vor, beobachten jedoch kein Aufklaren der blauen Lösung bei weiterer Zugabe von Natronlauge.

#### Versuchsauswertung:

zu a)  $2 \text{NaCl} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow 2 \text{HCl} + \text{Na}_2\text{SO}_4 + 2 \text{AgNO}_3 \rightarrow 2 \text{AgCl}\downarrow + 2 \text{HNO}_3 + \text{Na}_2\text{SO}_4$   
Silberchlorid fällt aus, da seine Bindung schon fast als eine Atombindung betrachtet werden kann und es daher fast als Unpolar betrachtet werden kann. Daher löst es sich in polaren Lösungsmitteln nicht. Natriumsulfat bleibt in Lösung, weil es ein Teilchen mit geringer Ladungsdichte ist.

zu b)  $\text{Ca}^{2+} + 2\text{A}^- + 2\text{NH}_4^+ + \text{C}_2\text{O}_4^{2-} \rightarrow \text{CaC}_2\text{O}_4\downarrow + 2\text{A}^- + 2\text{NH}_4^+$  Das relativ kleine Teilchen Calciumoxalat fällt wegen hohen Bindungskräften seiner 2-fach Ladung aus.

zu c)  $\text{Zn}^{2+} + 2\text{A}^- + 2\text{NH}_4^+ + \text{C}_2\text{O}_4^{2-} \rightarrow \text{ZnC}_2\text{O}_4\downarrow + 2\text{A}^- + 2\text{NH}_4^+$  Bei dem ausfallenden Stoff handelt es sich um Zinkoxalat, welches sich gleich verhält wie Calciumoxalat, aber nicht ganz so schwer löslich ist.

zu d) 1.  $\text{Cu}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} + 2\text{NH}_4^+ + \text{C}_2\text{O}_4^{2-} \rightarrow \text{CuC}_2\text{O}_4\downarrow + \text{SO}_4^{2-} + 2\text{NH}_4^+$  Es fällt Kupferoxalat aus.

2.  $\text{CuSO}_4 + \text{BaCl}_2 \rightarrow \text{BaSO}_4\downarrow + \text{CuCl}_2$  Das Bariumsulfat fällt aus, da es ein kleines Teilchen mit großer Ladungsdichte ist, während Kupferchlorid in Lösung bleibt, wegen seiner geringen Ladungsdichte.

3.  $\text{CuSO}_4 + 2 \text{NH}_3 + 2 \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Cu}(\text{OH})_2\downarrow + (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  Zuerst fällt das schwerlösliche Kupferhydroxid aus, reagiert dann aber bei weiterer Zugabe von Ammoniak zu einem Kupfer-Ammin-Komplex ( $[\text{Cu}(\text{NH}_4)_4](\text{OH})_2$ ), welcher leicht löslich ist.

4.  $\text{CuSO}_4 + 2 \text{NaOH} \rightarrow \text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{Cu}(\text{OH})_2\downarrow$  Zuerst fällt das schwerlösliche Kupferhydroxid aus, reagiert dann aber nicht bei weiterer Zugabe von Natriumhydroxid zu einem Komplex und bleibt suspendiert.

### 1.3 Nachweis von Calcium in einer Bodenprobe

Versuchsbeschreibung: Die Bodenprobe wird im Mörser zerkleinert und in einem Reagenzglas mit verdünnter Essigsäure gemischt. Anschließend wird die Probe unter Schütteln erhitzt und in drei Reagenzgläser filtriert. Wir geben in das erste Reagenzglas Ammoniumoxalat um Calcium nachzuweisen. Und in die beiden anderen Bariumchlorid bzw. Silbernitrat um Sulfat bzw. Chlorid nachzuweisen.

Versuchsbeobachtung: Bei allen Lösungen war ein Niederschlag zu beobachten, wobei die Reaktion bei Ammoniumoxalat am stärksten zu sehen war.

Versuchsauswertung: Im ersten Reagenzglas handelt es sich laut Punkt 1.2.b um Calciumoxalat. Ein Niederschlag von Zink- oder Kupferoxalat wie in Punkt 1.2.c und 1.2.d.1 ist wegen der geringen Mengen im Boden nicht zu erwarten. Im zweiten Reagenzglas erfolgte die Ausfällung von Bariumsulfat, wie sie bei Punkt 1.2.d.2 beschrieben ist, im letzten Reagenzglas Silberchlorid nach Punkt 1.2.1. Eine exaktere Bestimmung kann durch weitere Fällungsreaktionen bzw. stoffspezifische Reaktionen erreicht werden.

## 2. Versuchstag: Säure-Basen Reaktion, Nucleophile Reaktion, Titration und Gasgesetze

### 2.1 pH-Wert von Säuren und Laugen

Versuchsbeschreibung: Wir setzen je eine Verdünnungsreihe der Stoffe Salzsäure (1 M), Schwefelsäure (1 M), Essigsäure (1,6 M), Natronlauge (0,1 M) und Ammoniak (ca. 1,5 M) in den Verhältnissen 1:1, 1:10, 1:100 und 1:1000 an und messen die pH-Werte.

Versuchsbeobachtung:

Stoffe	1:1	1:10	1:100	1:1000
Salzsäure (1 M)	0,14	1,05	2,0	2,97
Schwefelsäure (1 M)	0,18	1,05	1,9	2,82
Essigsäure (1,6 M)	2,19	2,77	3,3	3,86
Natronlauge (0,1 M)	13,51	12,86	12,03	11,05
Ammoniak (ca. 1.5 M)	11,78	11,26	10,72	10,05

Versuchsauswertung: Da bei starken Säuren eine fast vollständige Dissoziation stattfindet gilt:  $\text{pH} = -\lg(c_0 \cdot f_a)$  wobei  $c_0$  die Ausgangskonzentration der Säure und  $f_a$  der Aktivitätskoeffizient ist. Das Produkt ( $c_0 \cdot f_a$ ) bezeichnet man als Aktivität  $a$  der Säure, wobei  $a$  die "scheinbare" Konzentration angibt. Scheinbare Konzentration deshalb, da zwischen den  $\text{H}_3\text{O}^+$ -Ionen und  $\text{Cl}^-$ -Ionen Anziehungskräfte wirken, welche den pH-Wert leicht verändern und deshalb gilt  $0 < f_a < 1$ . Dadurch lassen sich die pH-Werte der Salz- und Schwefelsäure erklären. Weitere geringen Abweichungen ergeben sich aus Verunreinigungen. Näherungsweise lässt sich der pH-Wert starker Säuren wie folgt berechnen:  $\text{pH} = -\lg c_0$ .

Bei schwachen Säuren ist die Dissoziation nicht vollständig, so dass mit der Formel  $\text{pH} = \frac{1}{2}(\text{pK}_a - \lg c_0)$  gerechnet werden muss, wobei  $\text{pK}_a = -\lg K_a$  ist und  $K_a$  als Säuredissoziationskonstante bezeichnet wird, welche sich aus dem Massenwirkungsgesetz berechnen lässt. Für die Essigsäure ist  $\text{pK}_a = 4,7$ .

Bei starken Basen gilt:  $\text{pH} = 14 - \lg c_0$ . Bei hoher Konzentration von  $\text{OH}^-$ -Ionen tritt ein Alkalifehler am Messgerät auf.

Für den pH-Wert einer schwachen Base (hier Ammoniak) gilt:  $\text{pH} = 14 - \frac{1}{2}(\text{pK}_b - \lg c_0)$ , wobei  $\text{pK}_b = -\lg K_b$  ist und  $K_b$  als Basenkonstante bezeichnet wird, welche sich aus dem Massenwirkungsgesetz berechnen lässt. Für Ammoniak ist  $\text{pK}_b = 4,7$ .

## 2.2 Pufferlösung

Versuchsbeschreibung: Wir mischen 5ml 1,6 M Essigsäure mit 4ml 1 M Natronlauge, setzen eine Verdünnungsreihe mit den Verhältnissen 1:1, 1:10, 1:100, 1:1000 an und messen die pH-Werte.

Versuchsbeobachtung:

1:1	1:10	1:100	1:1000
4,81	4,85	4,87	4,9

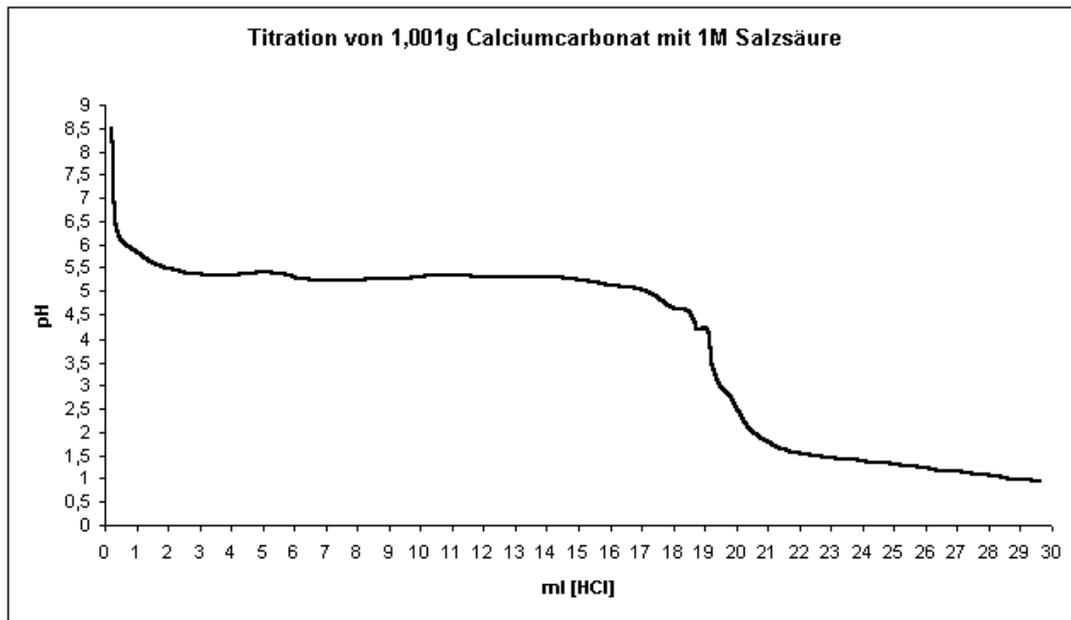
Versuchsauswertung: Beim Mischen der Essigsäure mit der Natronlauge kommt es zur Reaktion zwischen den Molekülen und es entstehen Natriumacetat.  $\text{CH}_3\text{COO}^- + \text{H}_3\text{O}^+ + \text{Na}^+ + \text{OH}^- \rightarrow 2 \text{H}_2\text{O} + \text{NaCH}_3\text{COO}$  (Diese Reaktion ist umkehrbar) Wie der Reaktionsgleichung zu entnehmen, reagieren die Essigsäure und die Natronlauge im Verhältnis 1:1. Da in der Lösung nur 4mmol Natronlauge enthalten sind, wird diese vollständig verbraucht zu 4mmol Natriumacetat ( $\text{Ac}^-$ ) und folglich bleiben noch 4mmol Essigsäure (HAc) in der Lösung. Es handelt sich hierbei um eine Pufferlösung, da bei weiterer Zugabe von  $\text{H}_3\text{O}^+$ -Ionen bzw.  $\text{OH}^-$ -Ionen diese mit Natriumacetat bzw. mit Essigsäure reagieren und somit den pH-Wert nicht ändern, solange bis Natriumacetat oder Essigsäure verbraucht sind.

Die Essigsäure besitzt einen  $\text{pK}_s$ -Wert von 4,7 was in etwa dem pH-Wert der Pufferlösung entspricht. Nach der Henderson-Hasselbalch-Gleichung berechnet sich der pH-Wert einer Pufferlösung zu:  $\text{pH} = \text{pK}_s - \lg \left( \frac{[\text{Ac}^-]}{[\text{HAc}]} \right)$ . Da die Konzentration des Natriumacetat und der Essigsäure jedoch gleich sind und  $\lg 1 = 0$  ist, ändert sich der pH-Wert der Pufferlösung bei Volumenänderung nicht.

## 2.5 Titration von Calciumcarbonat (1,001g, 10 mmol CaCO<sub>3</sub>) mit 1 M Salzsäure (HCl)

Versuchsbeschreibung: Zuerst stellen wir eine Lösung von Calciumcarbonat her und geben Methylorange als Indikator hinzu. Anschließend titrieren wir die Lösung mit Salzsäure.

Versuchsbeobachtung: Vor Beginn der Titration ist die Lösung milchig getrübt und orange gefärbt. Wir geben nun langsam Salzsäure hinzu und beobachten den pH-Wert:



Versuchsauswertung: Bereits bei geringer Zugabe von Salzsäure fällt der pH-Wert der Lösung von pH = 8,5 auf pH = 5,5, da Carbonat in Hydrogencarbonat umgewandelt wird und dieses deutlich schwächere basische Eigenschaften besitzt. Danach bleibt der pH-Wert konstant, da das in der Lösung vorhandene Carbonat bei weiterer Zugabe von Salzsäure sofort Hydrogencarbonat bildet, d. h. der pH-Wert sinkt nicht weiter. Danach fällt der pH-Wert der Lösung von 8,5 sehr schnell auf 5,5, da das in der Lösung vorhandene Carbonat nun vollständig in Hydrogencarbonat umgesetzt wurde. Dies ist ungefähr am ersten Äquivalenzpunkt bei pH = 7 erreicht. Danach stabilisiert er sich wieder bei pH = 5,5, da wir nun in einen zweiten Pufferbereich gelangen. Hierbei wird die Lösung durch das Hydrogencarbonat und die durch weitere Zugabe von Salzsäure daraus entstehende Kohlensäure gepuffert. Die Kohlensäure selbst ist schwache Säure und zerfällt dabei in H<sub>2</sub>O und CO<sub>2</sub>, was die beobachtete Gasentwicklung erklärt. Der pH-Wert fällt dann sehr schnell von 5,5 auf 1,5 ab, da nun das gesamte Hydrogencarbonat in Kohlensäure überführt ist. Dies geschieht am zweiten Äquivalenzpunkt etwa bei pH = 3. Von diesem Moment an hängt der pH-Wert nur noch von der zugegebenen Salzsäure ab.

## 2.7 Gekühlter Sprudel mit Zigarettenasche

Versuchsbeschreibung: Wir geben zu eine Bescherglas mit kaltem Sprudel etwas Zigarettenasche hinzu.

Versuchsbeobachtung: Bei Zugabe der Zigarettenasche wird die Gasabgabe enorm beschleunigt.

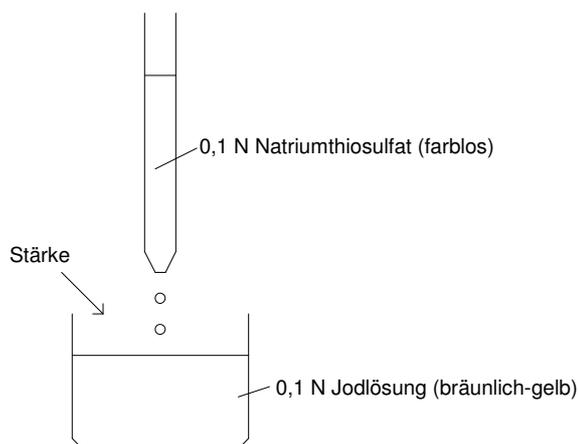
Versuchsauswertung: Durch die eingestreute Zigarettenasche wird die Oberfläche, die zur Reaktion zur Verfügung steht, vergrößert, wodurch sich der Umsatz von Kohlensäure zu Wasser und Kohlendioxid beschleunigt wird. Die Zigarettenasche dient also als Katalysator.

### 3. Versuchstag: Redoxreaktion, Radikalreaktion und Reaktionskinetik

#### 3.1 Redox-Titration a:

Versuchsbeschreibung: Wir stellen eine 0,1 normale Jodlösung (10ml) im Labor her. Anschließend titrieren wir diese mit industriell hergestellter 0,1 normaler Natriumthiosulfatlösung und lesen die hier für benötigte Menge Thiosulfat ab. Als Indikator verwenden wir Stärke.

Versuchsaufbau:

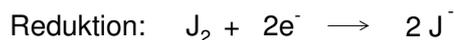
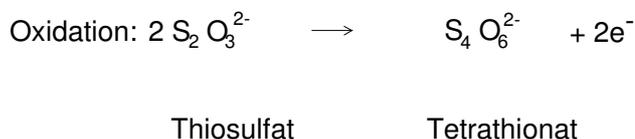


Versuchsbeobachtung: Mit zunehmender Zugabe von Natriumthiosulfat beginnt sich die Jodlösung langsam zu entfärben. Als die Lösung fast vollkommen entfärbt ist, stoppen wir die Zugabe von Thiosulfat und geben Stärke in die Lösung, welche sich sofort blau färbt. Anschließend tropfen wir wieder Natriumthiosulfat bei, bis sich die Lösung schlagartig entfärbt. Wir lesen eine zugegebene Menge von 9,5 ml Natriumthiosulfat ab.

Versuchsauswertung: In der Lösung findet eine Reduktion des Jods und eine Oxidation des Natriumthiosulfates statt. Da beide Lösungen 0,1 N sein sollen, hätten wir 10 ml Natriumthiosulfat benötigen müssen, um das Jod zu titrieren.

Es lässt sich also feststellen, dass unsere selbst hergestellte 0,1 N Jodlösung lediglich  $0,1 \cdot 0,95 = 0,095$  N war. Das Verhältnis von 1:1 kommt daher zustande, dass bei der Reduktion des Jods 2 Elektronen benötigt werden, welche genau bei der Oxidation des Thiosulfates frei werden.

Die Stärke diente uns ausschließlich als Indikator, der uns genau angeben sollte, wann die Titration beendet ist. Die noch in der Lösung vorhandenen Jod-Ionen lagern sich in die spiralförmigen Moleküle der Stärke ein und verursachen dadurch die Blaufärbung. Gibt man dann wieder Thiosulfat hinzu, werden die restlichen Jod-Ionen verbraucht und es kommt zur Entfärbung.



#### 3.2 Redox-Titration b:

Versuchsbeschreibung: Wir bestimmen den Sauerstoffgehalt einer Wasserprobe nach Winkler mit Hilfe des "Wasserlabors" von Merck.

Versuchsdurchführung und -auswertung: Als Wasserprobe verwenden wir normales Leitungswasser, bei dem wir zuerst den Sauerstoffgehalt zum Vergleich mit einem Messgerät bestimmten und folgende Sauerstoffkonzentration erhielten: 8,4 mg/l bei einer Wassertemperatur von 18,1 °C.

Konzentrationsbestimmung mit dem Wasserlabor in elf Schritten:

1. Spülen des Erlenmeyerkolben mit der Probe.
2. Erlenmeyerkolben bis zum Rand mit der Wasserprobe füllen.
3. Beigabe der Reagenzien I (Mn(II)Chlorid) und Reagenz II (NaOH). Wir beobachteten dabei einen Niederschlag wie in Script Seite 11 bei der Bestimmungsmethode nach Winkler in Punkt 1 beschrieben wird.
4. Eine Minute warten.
5. Beigabe von Reagenz III (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) Erlenmeyerkolben mit Schrägstöpfen schließen, und gut schütteln bis kein Niederschlag mehr erkennbar ist. Die Reaktion ist aus Punkt 2 des Scripts zu entnehmen.
6. Messgefäß mit der fertigen Lösung vospülen.
7. 5 ml der Lösung in das Messgefäß füllen.
8. 1 Tropfen des Reagenz IV (Stärke, KJ) beigeben und gut mischen. Das Reagenz IV dient als Indikator und färbt die Lösung blau. Die Redox-Reaktion ist aus dem Script Punkt 3 zu finden.
9. Füllen der Titrierpipette mit Reagenz V (Titrierlösung)
10. Titration bis zum Entfärben der Lösung nach Reaktion Script Punkt 4.
11. Ablesen des Sauerstoff-Gehaltes an der Titrierpipette. Ergebnis: 8,4 mg/l O<sub>2</sub>. Das Ergebnis bestätigt die Probemessung.

### 3.4 Radikalreaktion

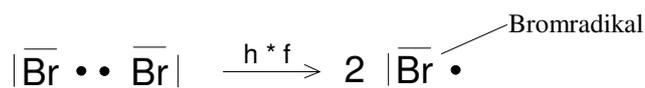
Versuchsbeschreibung: Wir geben bei gedämpftem Licht einige Tropfen Brom zu Toluol und verschließen den Erlenmeyerkolben mit einem Schliffstopfen. Danach belichteten wir das Gemisch mit dem Overheadprojektor.

Versuchsbeobachtung: Bei gedämpftem Licht erfolgt keine Reaktion, es löst sich lediglich das Brom im Toluol, dabei nimmt die Lösung die typische Bromfärbung an. Bei der Belichtung kommt es zu einer sofortigen Entfärbung was auf eine heftige Reaktion schließen lässt. Nach dem Öffnen des Gefäßes unter dem Abzug beobachten wir eine Nebelbildung, welcher nach Prüfung mit einem Indikatorpapier den pH-Wert von 1 besitzt.

Versuchsauswertung: Bei dem Nebel handelt es sich offensichtlich um Bromwasserstoff. Die Bildung des Bromwasserstoff erfolgt dabei nach dem Reaktionsmechanismus der Radikalreaktion welche sich in drei Schritte unterteilen lässt.

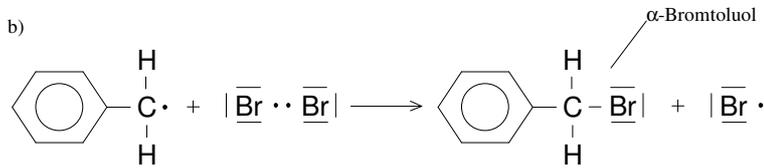
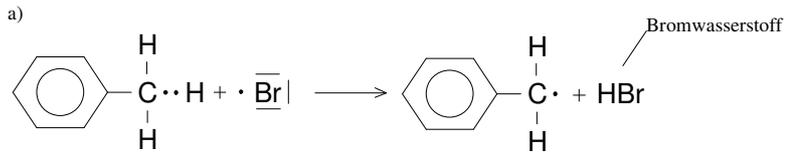
1. Radikalbildung (Startreaktion):

Die Brommoleküle zerfallen unter Lichteinstrahlung ( $E = h \cdot f$ ) in Bromradikale.



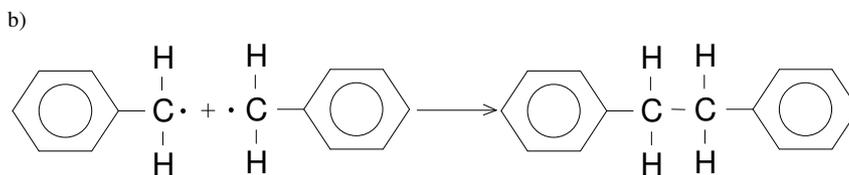
2. Radikal-Ketten-Reaktion:

Die Bromradikale entreißen dem Toluol ein Wasserstoffatom und bildet mit diesem Bromwasserstoff (Abb a). Zurückbleibt ein Toluolradikal, welches seinerseits noch in der Lösung enthaltene Brommoleküle spaltet und es entsteht  $\alpha$ -Bromtoluol und ein Bromradikal (Abb b). Mit dem Bromradikal beginnt die Reaktionskette von neuem, bis die Reaktionspartner aufgebraucht sind oder es zu Abbruchreaktionen kommt.



### 3. Abbruchreaktionen:

Ist gegen Ende der Reaktion die Konzentration von Brommolekülen und Toluol im Gegensatz zu der Konzentration von Brom- und Toluolradikalen gering, reagieren die Radikale untereinander, was die Radikal-Ketten-Reaktion zu stillstand bringt.

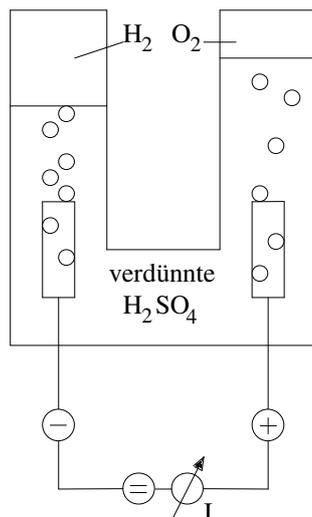


## 4. Versuchstag: Faradaysche Gesetze und Coulometrie

### 4.1 Wasser Elektrolyse:

Versuchsbeschreibung: Wir elektrolysieren mit dem "Hoffmannschen Apparat" verdünnte  $\text{H}_2\text{SO}_4$  zwei mal in einer Zeit von  $t = 193\text{s}$  und einem Strom von  $I = 1\text{A}$ .

Versuchaufbau:



Versuchsbeobachtung: Wir beobachten eine starke Gasentwicklung an beiden Elektroden. Wobei an der Kathode die doppelte Menge Gas abgeschieden wird. Bei den zwei Durchläufen, bei einer Temperatur von  $T = 20^\circ\text{C}$  und einem Luftdruck von  $p = 1000\text{mbar}$ , messen wir folgende Volumina der Gase:

Stoff	1. Messung	2. Messung
O <sub>2</sub> (ml)	11	12,4
H <sub>2</sub> (ml)	23	24,8

Versuchsauswertung: Umrechnung der Volumina auf Normbedingungen ( $p_n = 1013 \text{ mbar}$ ,  $T = 273\text{K}$ )

$$\frac{p_1 V_1}{T_1} = \frac{p_n V_n}{T_n} \Rightarrow V_n = \frac{p_1 V_1 T_n}{T_1 p_n}$$

$$\begin{aligned} \Rightarrow \text{1. Messung:} & & \text{2. Messung:} \\ V_n(\text{O}_2) &= 10,11 \text{ ml} & V_n(\text{O}_2) &= 12,24 \text{ ml} \\ V_n(\text{H}_2) &= 21,15 \text{ ml} & V_n(\text{H}_2) &= 22,81 \text{ ml} \end{aligned}$$

Bestimmung der Faraday-Konstante ( $F = 96485 \text{ C/mol}$ )

1. Messung:

- Umrechnung der Normvolumina in Stoffmenge n:

$$\begin{aligned} 22,4 \text{ l} &\rightarrow 1 \text{ mol O}_2 \\ \Rightarrow 10,11 \text{ ml} &\rightarrow \frac{10,11 \times 10^{-3}}{22,4} \text{ mol} = 0,45 \times 10^{-3} \text{ mol O}_2 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 22,4 \text{ l} &\rightarrow 1 \text{ mol H}_2 \\ \Rightarrow 21,15 \text{ ml} &\rightarrow \frac{21,15 \times 10^{-3}}{22,4} \text{ mol} = 0,94 \times 10^{-3} \text{ mol H}_2 \end{aligned}$$

- Berechnung der Experimentell ermittelten Faraday-Konstante:

$$F = \frac{Q}{n \times z} = \frac{I \times t}{n \times z} \quad \begin{array}{l} z = \text{Anzahl der Ladungen!} \\ (\text{hier: H}_2 = 2 \times 1; \text{O}_2 = 2 \times 2!) \end{array}$$

$$F_1(\text{O}_2) = \frac{I_1 \times t_1}{n_1(\text{O}_2) \times z(\text{O}_2)} = \frac{0,95\text{A} \times 193\text{s}}{0,45 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 4} = \frac{183,35\text{As}}{0,18 \times 10^{-2} \text{ mol}} = 101861 \text{ As/mol}$$

$$F_1(\text{H}_2) = \frac{I_1 \times t_1}{n_1(\text{H}_2) \times z(\text{H}_2)} = \frac{0,95\text{A} \times 193\text{s}}{0,94 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 2} = \frac{183,35\text{As}}{0,188 \times 10^{-2} \text{ mol}} = 97526,6 \text{ As/mol}$$

2. Messung:

- Umrechnung liefert:

$$\begin{aligned} n_2(\text{O}_2) &= 0,546 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \\ n_2(\text{H}_2) &= 1,018 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \end{aligned}$$

- Faraday-Konstante:

$$\begin{aligned} F_2(\text{O}_2) &= 88369,96 \text{ C/mol} \\ F_2(\text{H}_2) &= 94793,71 \text{ C/mol} \end{aligned}$$

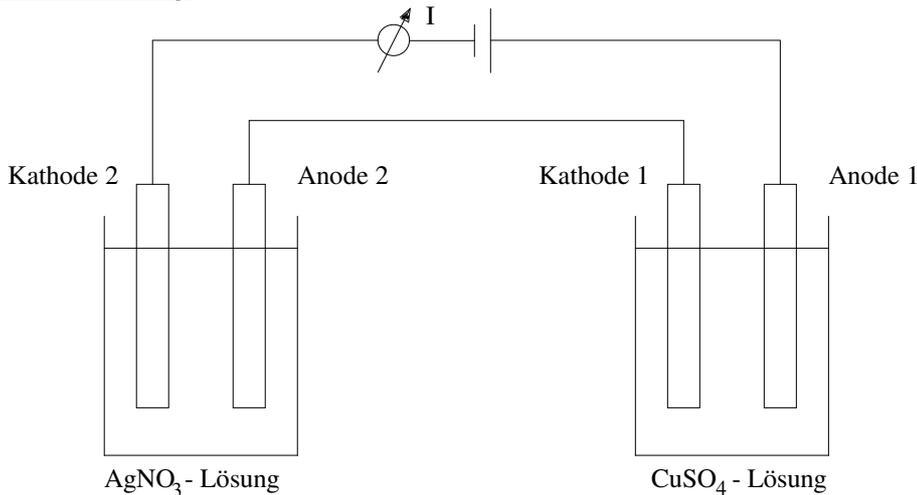
$\Rightarrow$  Die Werte für H<sub>2</sub> sind sehr exakt, während die Werte für O<sub>2</sub> etwas abweichen! Das zu geringe Volumen von O<sub>2</sub> bei der ersten Messung ist darauf zurückzuführen, dass O<sub>2</sub> zuerst in die verdünnte

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dissoziiert. Bei der zweiten Messung handelt es sich wahrscheinlich um Ablesefehler oder sonstige systematische Fehler.

#### 4.2 Elektrolyse von AgNO<sub>3</sub> und CuSO<sub>4</sub>-Lösungen in Serie

Versuchsbeschreibung: Wir schalten eine 5% Silbernitrat-Zelle und eine 1M Kupfersulfat-Zelle in Reihe. Bei den Kathoden und er Silbernitrat-Anode verwenden wir Kohlestifte, wobei wir die Kathoden vorher abwägen. Als Anode der Kupfersulfat-Zelle verwenden wir einen Kupferstift. Anschließend elektrolysieren wir für eine Zeit  $t = 961,4\text{s}$  mit einem Strom von  $I = 0,1\text{A}$  und wiegen anschließend die Kathoden erneut.

Versuchsanordnung:



Versuchsbeobachtung: An der Kathode 2 beobachten wir die Abscheidung von Silber und an der Kathode 1 das Abscheiden von Kupfer.

Versuchsauswertung:

Gewichtsmessungen:

	vor Elektrolyse (Mittelwerte)	nach Elektrolyse (Mittelwerte)	Abgeschiedene Metallmengen
Kathode 1 (Cu)	45,811 g	45,8387 g	27,7 mg
Kathode 2 (Ag)	43,0243 g	43,1417 g	117,4 mg

Nach dem Faraday-Gesetz sind zu erwarten:

$$\text{Cu: } m = \frac{M \times Q}{z \times F} \quad M(\text{Cu}) = 63,59 \text{ g/mol (Molare Masse)}$$

$$z = 2 \text{ (Anzahl der Ladungen)}$$

$$= \frac{63,5 \text{ g/mol} \times 0,1 \text{ A} \times 961,4 \text{ s}}{2 \times 96485 \text{ As/mol}} = 31,64 \text{ mg}$$

$$\text{Ag: } m = \frac{107,8 \text{ g/mol} \times 96,14 \text{ AS}}{1 \times 96485 \text{ As/mol}} = 107,4 \text{ mg} \quad M(\text{Ag}) = 107,8 \text{ g/mol}$$

$$z = 1$$

⇒ Die abgeschiedene Metallmenge entspricht ungefähr der erwarteten (nach der Theorie errechneten) Menge.

## 5. Versuchstag: Elektrochemie 2: Elektropotentiale, Analytische Chemie 3: Potentiometrie

### 5.1 Spannungsreihe der Elemente

Versuchsbeschreibung: Wir bestimmen die Potentiale verschiedener elektrochemischer Zellen, wobei wir die Halbzellen mit Hilfe eines Diaphragmas (Filterpapier) trennen.

Versuchsbeobachtung:

Zelle	Spannung
Ag/0,1M AgNO <sub>3</sub> // 0,1M ZnSO <sub>4</sub> /Zn	1,538 V
Ag/0,1M AgNO <sub>3</sub> // 0,1M FeSO <sub>4</sub> /Fe	1,052 V
Ag/0,1M AgNO <sub>3</sub> // 0,1M PbNO <sub>3</sub> /Pb	0,88 V
Ag/0,1M AgNO <sub>3</sub> // 0,1M CuSO <sub>4</sub> /Cu	0,443 V

Versuchsauswertung: Nach der Theorie der Standardpotentiale erwarten wir für die erste Zelle ein Potential von  $U = U_0(\text{Ag}/\text{Ag}^+) - U_0(\text{Zn}/\text{Zn}^{2+}) = 0,74 \text{ V} - (-0,79 \text{ V}) = 1,53 \text{ V}$ , was mit unserer Messung übereinstimmt. Entsprechend erwarten wir für die zweite Zelle ein Potential von  $U = 0,74 \text{ V} - (-0,47 \text{ V}) = 1,21 \text{ V}$ . Für die dritte Zelle  $U = 0,74 \text{ V} - (-0,13 \text{ V}) = 0,87 \text{ V}$  und für die letzte Zelle entspricht  $U = 0,74 - 0,34 \text{ V} = 0,4 \text{ V}$ .

### 5.2 Konzentrationsabhängigkeit der Potentiale (1)

Versuchsbeschreibung: Wir bestimmen die Potentiale einer Ag/Ag<sup>+</sup>-Elektrode gegenüber einer Cu<sup>2+</sup>/1M CuSO<sub>4</sub>-Elektrode bei wechselnden Ag<sup>+</sup>-Konzentrationen.

Versuchsbeobachtung:

c(Ag <sup>+</sup> ) [mol/l]	U [mV]
0,001	370
0,01	409
0,1	431

Versuchsauswertung: Das Potential der Cu/Cu<sup>2+</sup>-Elektrode ist konstant, da die Konzentrationen von [Cu] und [Cu<sup>2+</sup>] nicht verändert werden. Deshalb gilt für die Cu/Cu<sup>2+</sup>-Elektrode:

$$U(\text{Cu}/\text{Cu}^{2+}) = U_0(\text{Cu}/\text{Cu}^{2+}) = +0,34 \text{ V} \quad (U(\text{Cu}/\text{Cu}^{2+}) = U_0(\text{Cu}/\text{Cu}^{2+}) - (0,06/2) \cdot \lg 1)$$

Die Konzentrationen der Ag<sup>+</sup>-Ionen ändern sich jedoch so, dass hier folgende Potentiale zu erwarten sind:

[Ag <sup>+</sup> ] [mol/l]	$U(\text{Ag}/\text{Ag}^+) = U_0(\text{Ag}/\text{Ag}^+) - 0,06 \cdot \lg([Ag^+]/[Ag])$ [V]
0,001	0,62
0,01	0,68
0,1	0,74

mit  $U_0(\text{Ag}/\text{Ag}^+) = 0,8 \text{ V}$ ;  $[Ag] = \text{const.} = 1$

Das Gesamtpotential der Zelle lässt sich jetzt mit Hilfe der Nernstschen Gleichung bestimmen. Sie lautet bei 25°C:

$$\Delta U = \Delta U_0 - \frac{0,06}{z_1 \cdot z_2} \lg \frac{[\text{Ox2}][\text{Red1}]}{[\text{Red2}][\text{Ox1}]}$$

wobei hier gilt:

$z_2 = 1$  ( $\text{Ag}^+$ ),  $[\text{Ox2}] = [\text{Ag}^+]$ ,  $[\text{Red2}] = [\text{Ag}]$

$z_1 = 2$  ( $\text{Cu}^{2+}$ ),  $[\text{Ox1}] = [\text{Cu}^{2+}]$ ,  $[\text{Red1}] = [\text{Cu}]$

Die Formel lässt sich noch vereinfachen, wenn man bedenkt, dass sich nur die Konzentration der  $\text{Ag}^+$ -Ionen ändert, während der Rest konstant bleibt, also zu 1 gesetzt werden kann:

$$\Delta U = \Delta U_0 - \frac{0,06}{2} \lg [\text{Ag}^+] \quad \Delta U_0 = U(\text{Ag}/\text{Ag}^+) - U_0(\text{Cu}/\text{Cu}^{2+})$$

Somit erhalten wir nach der Theorie folgende Werte:

$[\text{Ag}^+]$ [mol/l]	$\Delta U$ [mV]
0,001	370
0,01	400
0,1	430

Die gemessenen Werte stimmen also mit denen der Theorie überein.

### 5.3 Konzentrationsabhängigkeit der Potentiale (2)

Versuchsbeschreibung: Wir bestimmen die Potentiale einer  $\text{Ag}/\text{AgCl}$ -Elektrode gegenüber der  $\text{Cu}^{2+}/1\text{M}$   $\text{CuSO}_4$ -Elektrode bei verschiedenen  $\text{Cl}^-$ -Konzentrationen.

Versuchsbeobachtung:

$[\text{Cl}^-]$ [mol/l]	$\Delta U$ [mV]
1	-73,5
0,1	-6,5
0,01	+45
0,001	+90
0,0001	+150

Versuchsauswertung: Hier ändern sich nur die Konzentration der  $\text{Cl}^-$ -Ionen. Das Potential der  $\text{Cu}/\text{Cu}^{2+}$ -Elektrode beträgt +0,34V, das der  $\text{Ag}/\text{AgCl}$ -Elektrode +0,27V.

Somit erhalten wir als Differenz  $\Delta U_0 = 0,27\text{V} - 0,34\text{V} = -0,07\text{V}$ . Nach der Nernstschen Gleichung erwarten wir hier also ein Potential von :  $\Delta U = \Delta U_0 - (0,06/1) \cdot \lg[\text{Cl}^-]$

$[\text{Cl}^-]$ [mol/l]	$\Delta U$ [mV]
1	-70
0,1	-10
0,01	+50
0,001	+110
0,0001	+170

Wir können also feststellen, dass unsere Messwerte mit den von der Theorie vorhergesagten Werten

gut übereinstimmen. Die Unterschiede zwischen den beiden letzten Messwerten und der Theorie hängt mit den ungenauen Konzentrationswerten der Cl<sup>-</sup>-Ionen zusammen, da wir die Lösung selbst verdünnt haben und somit der Fehler mit jeder Verdünnung größer wird.

## **6. Versuchstag: Korrosion und Korrosionsschutz**

Korrosion ist eine chemische Reaktion eines Werkstoffes mit seiner Umgebung die zur Veränderung der physikalischen Eigenschaften (Zähigkeit, Festigkeit, Tragfähigkeit und Glanz) führt. Man unterscheidet homogene Korrosion, die ganze Flächen betrifft und inhomogene Korrosion, wie beispielsweise Risse und Löcher.

### **6.1 Korrosion von Eisen mit unterschiedlichen Oberflächen**

Versuchsbeschreibung: Aufbau nach Script Seite 14:

Versuchsbeobachtung: Beim erhitzten Nagel beobachten wir eine Rotfärbung im Bereich der Oxidschicht, die übrigen Teile verursachen eine Blaufärbung. Der an Kopf und Spitze blank geriebene Nagel zeigt an diesen Stellen eine Blaufärbung. Der Nagel mit der Kupferspirale zeigt im Bereich der Kupferspirale eine Rotfärbung und im übrigen Teil Rotfärbung.

Versuchsauswertung: Im blauen Bereich findet die Oxidation statt, d. h. hier wird Eisen zu Fe<sup>2+</sup> umgesetzt. Im Bereich der roten Stellen finden Reduktionen statt. Nach der Spannungsreihe der Metalle besitzt Kupfer ein Standardpotential von  $U_0 = +0,34$  V während Eisen ein Standardpotential von  $U_0 = -0,44$  V, daher wird das unedlere Eisen oxidiert. Bei erhitztem Nagel bildet die Oxidschicht einen Schutz gegen Korrosion, daher wird nur der nicht erhitzte Teil des Nagels oxidiert. Beim blank geriebenen Nagel fehlt jeglicher Schutz und das Eisen wird daher in diesem Bereich direkt zu Fe<sup>2+</sup> oxidiert.

### **6.3 Herstellung eines Korrosionselements**

siehe Script Seite 15

### **6.4 Korrosion unter einem Salzwassertropfen**

siehe Script Seite 15

### **6.5 Verhalten von reinem und technischem Zink in saurer Lösung**

siehe Script Seite 16

### **6.6 Korrosion von Aluminium durch Kupfer(II)**

Versuchsbeschreibung: Auf eine Aluminiumfolie stellen wir ein Kupferrohr mit ein bis zwei Zentimeter Durchmesser, anschließend geben wir einige Tropfen Natronlauge an die Berührstelle der beiden Metalle.

Versuchsbeobachtung: An dem Kupferrohr ist eine Gasentwicklung zu erkennen. Auf der Aluminiumfolie ist, nach entfernen des Kupferrohrs, ein Abdruck des Kupferrohrs zu erkennen.

Versuchsauswertung: Das im Vergleich zu Kupfer unedlere Aluminium wird oxidiert. Das Kupfer dient dabei lediglich zum Entladen der bei der Oxidation des Aluminiums freiwerdenden Elektronen, was zur Bildung von Wasserstoff führt.

### **6.7 Wirkung von Inhibitoren auf die Korrosion von Eisen**

Versuchsbeschreibung: Wir legen in fünf Petrischalen je ein in 10%iger Natriumchlorid-Lösung getränktes Filterpapier. Zu je einem Filterpapier geben wir als Inhibitoren Natriumhydrogenphosphat (Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>), Gerbsäure, Hexamethylentetramin (Urotropin) und Natriumnitrit (NaNO<sub>2</sub>). Anschließend streuen wir auf die Filterpapiere Eisenspäne.

Versuchsbeobachtung: Nach ca. einer Stunde ist bei der Petrischale mit der reinen Natriumchlorid-Lösung bereits ein Rosten des Eisens zu erkennen, bei den übrigen Schalen jedoch noch nicht. Nach einer Woche ist das Eisen in der Natriumchlorid-Lösung vollständig durchrostet. Beim Natriumhydrogenphosphat ist das Eisen ebenfalls stark gerostet. Bei der Gerbsäure und dem Hexametylenetetramin fand eine nicht so starke Rostentwicklung statt. Beim Natriumnitrit ist praktisch keine Rostbildung zu erkennen.

Versuchsauswertung: Inhibitoren verhindern die Korrosion von Eisen, wobei es starke Inhibitoren gibt. Der Stärke nach lassen sich unsere Inhibitoren wie folgt ordnen: Natriumnitrit, Hexametylenetetramin, Gerbsäure, Natriumhydrogenphosphat. Natriumnitrit wird heutzutage nicht mehr als Inhibitor verwendet, weil es mit ungesättigten Kohlenstoff-Stickstoffverbindungen krebserregende Stoffen bilden kann.

## 7. Versuchstag: Spektroskopie und Chromatographie

### 7.1 Spektroskopie

Versuchsbeschreibung: Wir stellen eine 0.001M  $K_2Cr_2O_7$ -Lösung (Kaliumdichromat) her und füllen sie in eine Küvette (Schichtdicke  $d = 1\text{cm}$ ). Anschließend nehmen wir das Spektrum der Lösung im Bereich 600nm - 360nm in Referenz zu Wasser auf.

Versuchsbeobachtung:

$\lambda$ [nm]	Absorption [%] ( $E_\lambda = -\lg T$ )	Transmission [%]	Extinktionskoeffizient [ $\text{cm}^3/\text{mmol}$ ] ( $\epsilon_\lambda = -\lg T / c / d$ )
600	0	100	0
560	0,44	99	440
540	1,1	97,5	1100
520	3,15	93	3150
500	9,69	80	9690
480	22,18	60	22180
470	29,2	51	29200
460	36,65	43,3	36650
440	44,37	36	44370
420	47,23	33,7	47230
410	60,2	25	60200
400	92,8	12	92800
390	139,8	4	139800
380	182,4	1,5	182400
370	230,1	0,5	230100
360	200	1	200000

Versuchsauswertung: Aus den gemessenen Werten der Transmission T lässt sich mit Hilfe der Formel  $E_\lambda = -\lg T$  die Absorption berechnen. Mit Hilfe des Lambert-Beersches-Gesetz  $E_\lambda = c * d * \epsilon_\lambda$  lässt sich der Extinktionskoeffizient berechnen. Die Transmission selbst ist der Quotient der Intensität des Lichts nach und vor der Probe ( $T = I_p / I_0$ ).

## 7.2 Gaschromatographie

Versuchsbeschreibung: Der Gaschromatograph wurde laut Script aufgebaut und der an der Säule austretende Wasserstoff entzündet. Anschließend wurden die Gase n-Butan und Ethan in verschiedenen Volumina injiziert und die Retentionszeit gemessen.

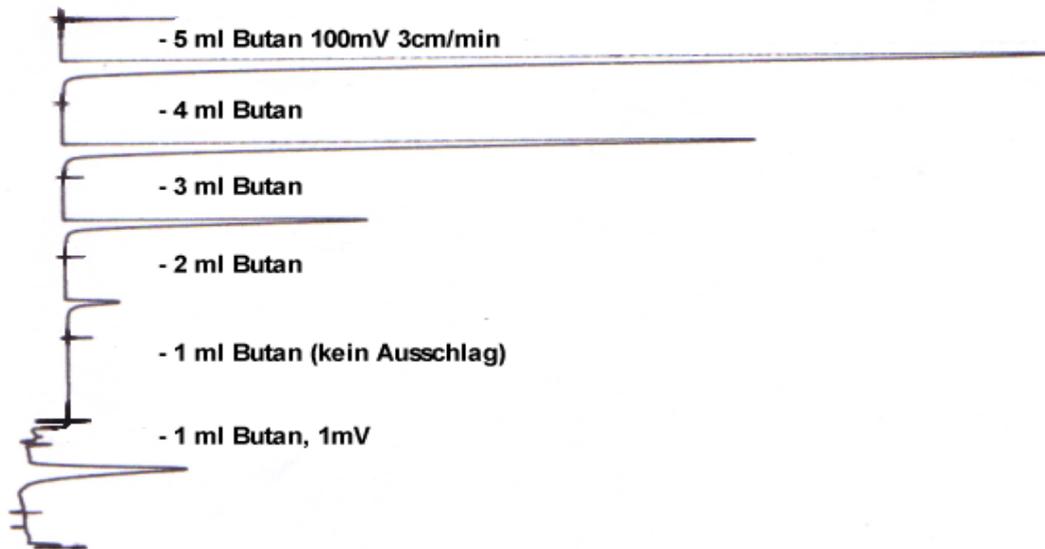
Versuchsbeobachtung: Nach kurzen Zeitdauer verfärbt sich die Flamme gelb, wobei die Zeit nicht von der Gasmenge sondern von dem Gas selbst abhängt. Jedoch ist die Leuchtstärke von der Gasmenge abhängig.

Versuchsauswertung: Aus Beobachtung lässt sich schließen, dass es für jedes Gas eine spezifische Retentionszeit gibt, welche vom Volumen unabhängig ist. Die Leuchtintensität gibt Aufschluss über die Gasmenge.

## 7.3 Gaschromatographie mit Photometergehäuse und Schreiber

Versuchsbeschreibung: Versuchsaufbau wie in Versuch 7.2, jedoch wird über die Säule ein Photometergehäuse gestülpt und die Photozelle an einen Schreiber angeschlossen.

Versuchsbeobachtung:

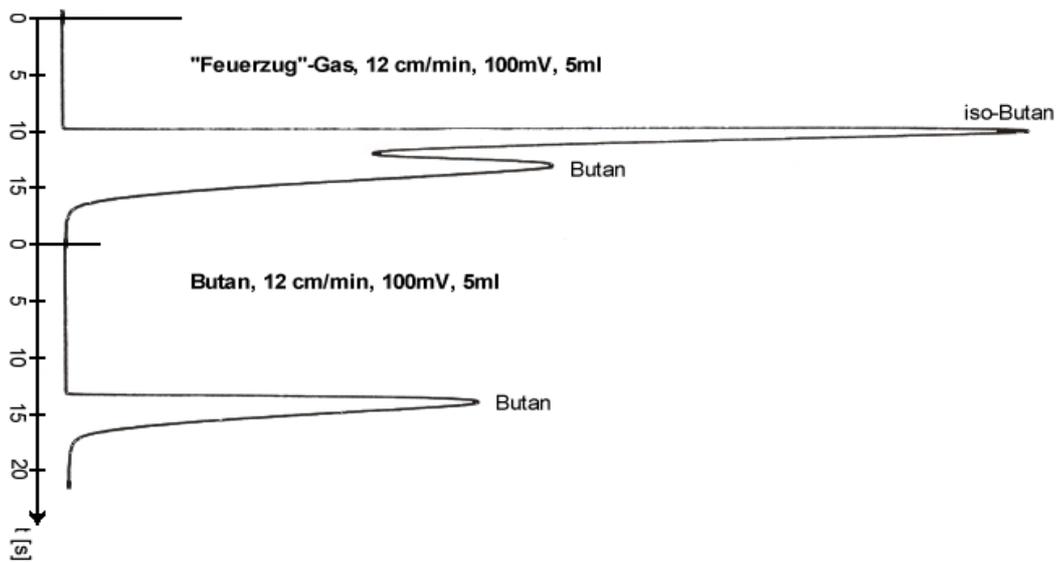


Versuchsauswertung: Die Peakhöhe ist, wie im Diagramm ersichtlich, ein Maß für die Menge des durchgeströmten Gases. Die Peakhöhe ist stoffspezifisch.

## 7.4 Analyse von Feuerzeuggas

Versuchsbeschreibung: Versuchsaufbau wie in Versuch 7.3. Als Probe verwenden wir 5ml Feuerzeuggas und anschließend als Referenz 5ml Butan.

Versuchsbeobachtung: Beim Feuerzeuggas werden zwei Flammerscheinungen wahrgenommen, welche auch vom Schreiber aufgezeichnet wurden.



Versuchsauswertung: Mit Hilfe der Referenzprobe des Butans können wir erkennen, dass es sich beim zweiten Peak des Feuerzeuggases um Butan handelt. Der erste Peak ist als iso-Butan zu identifizieren.

## 8. Fehlende Versuche:

- 1.1.C Versuchsauswertung
- 2.3 Herstellen einer Maßlösung
- 2.4 Titration von Natriumhydroxid mit Salzsäure
- 2.6 Titration
- 3.3 "Das blaue Wunder"
- 4.3 Coulometrische Titration von  $\text{Ag}^+$
- 4.4 Coulometrische Titration von Chlorid
- 5.4 Charakteristik einer Glaselektrode
- 6.2 Demonstration der Konzentrationskette