

Darstellung des Messergebnisses

Absolutierung von EtOH

Messziel

Aus 95% vol. Ethanol soll mittels Trocknung und anschließender Destillation absoluter Alkohol hergestellt werden.

Durchgeführt am

14.06.2011, 15.06.2011

Literatur

Assoz. Prof. PD Mag. Dr. Hanno Stutz, Skript zur UE Allgemeinen Chemie II, 2011, Seite 4-25

Atkins et al., Chemie einfach alles, 2006, Seite 368-371

Becker et al., Organikum, 1973, Seite 42-642

Mortimer et al., Chemie, 2010, Seite 221-225, 227-228

Kremer et al., Einführung in die Laborpraxis, 2009, Seite 153-155

Beschreibung des Messverfahrens

Der 95% vol. Ethanol soll mittels Trocknung in zwei Schritten absolutiert werden.

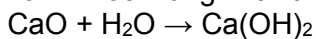
1. Trocknung mit Ätzkalk (CaO)

2. Trocknung mit Magnesium und Iod

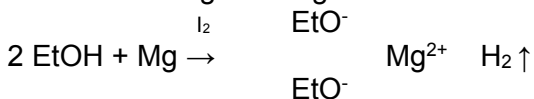
im Anschluss wird destilliert und der Alkoholgehalt mittels Pyknometer bestimmt.

Reaktionsgleichungen:

zu 1. Trocknung mit Ätzkalk (CaO)



zu 2. Trocknung mit Magnesium und Iod



Ergebnisse

Durch Destillation wurden 200ml absoluter Alkohol hergestellt.

Der Alkohol weist einen Restwassergehalt von 0,97% auf somit war der Alkoholgehalt 99,03%.

Diskussion

Während der Durchführung der Absolutierung traten keine Probleme auf. Die Arbeitsschritte wurden gemäß Vorschrift durchgeführt.

Gründe für einen Alkoholgehalt unter 100% könnten feuchte Glaswaren, öffnen von Glaswaren und somit anziehen von Wasser aus der Umgebung, sowie verunreinigte Chemikalien oder Fehler bei der Dichtebestimmung mittels Pyknometer (z.B. falsche Temperatur) gewesen sein.

Darstellung des Messergebnisses

Kalorimetrie

Messziel

Mittels Kalorimetrie soll die Neutralisationsenthalpie von HCl und NaOH bestimmt werden.

Durchgeführt am

15.06.2011

Literatur

Assoz. Prof. PD Mag. Dr. Hanno Stutz, Skript zur UE Allgemeinen Chemie II, 2011, Seite 66-76
Mortimer et al., Chemie, 2010, Seite 47-52

Beschreibung des Messverfahrens

Mit einem Kalorimeter (bestehend aus zwei ineinander gesteckten Joghurtbechern und Küchenpapier als Isolierung) wird die Neutralisationsenthalpie von 50ml HCl und NaOH mit jeweils angeglichenen Temperatur bestimmt. Nach raschem Zusammenleeren der beiden Maßlösungen erfolgt die Temperaturmessung nach 20 und 60 Sekunden.

Formel

$$\Delta H_R^0 = \Delta H_f^0(\text{H}_2\text{O}, \text{l}) + \Delta H_f^0(\text{NaCl}, \text{aq}) - \Delta H_f^0(\text{HCl}, \text{aq}) - \Delta H_f^0(\text{NaOH}, \text{aq}) = -55,8 \text{ kJ/mol}$$

(theoretischer Wert)

Ergebnisse

Aus zwei Versuchen wurde der Mittelwert gebildet. Dieser liegt bei $\Delta H_R^0 = -55,81 \text{ kJ/mol}$.
Da $\Delta H_R^0 < 0$, ist die Reaktion exotherm.

Diskussion

Eventuelle Abweichungen vom theoretischen Wert können verschiedene Gründe haben. Zuerst stellt sich das Problem des exakten Ablesens des Präzisionsthermometers. Es ist sehr schwierig mit diesen einfachen Mitteln die beiden Lösungen auf die gleiche Temperatur zu bringen. Ein weiteres Thermometer wäre dabei von Vorteil gewesen.

Auch die Isolation des Kalorimeters ist nicht ideal. Es gelangt Wärme durch die Becherwand nach außen, was das Ergebnis etwas verfälscht.

Da man mit einem Thermometer die Temperatur von beiden Lösungen messen muss, kommt es zu Verfälschungen, da unweigerlich etwas Säure/Base in die jeweils andere Flüssigkeit verschleppt wird. Somit starteten vorzeitig Neutralisationen.

Darstellung des Messergebnisses

Konduktometrie

Messziel

Durch konduktometrische Messungen von verschiedenen Elektrolyten (HAc, HCl, NaCl) in verschiedenen Konzentrationen soll deren Leitfähigkeit gemessen werden. Weiters soll der Äquivalenzpunkt einer starken Säure konduktometrisch bestimmt werden.

Durchgeführt am

15.06.2011

Literatur

Assoz. Prof. PD Mag. Dr. Hanno Stutz, Skript zur UE Allgemeinen Chemie II, 2011, Seite 77-89

Beschreibung des Messverfahrens

1. Konduktometrische Messung von Elektrolytlösungen

Herstellen einer Verdünnungsreihe ($c_1=0,010$ mol/L, $c_2=0,0010$ mol/L, $c_3=0,00010$ mol/L)

Messen der jeweiligen Leitfähigkeiten sowie der Temperatur

2. Konduktometrische Äquivalenzpunktbestimmung einer starken Säure

Vorbereiten der Probe

Titrieren der Probe mit einer 0,100 mol/L NaOH Maßlösung

Kontinuierliches Messen der Leitfähigkeit und der Temperatur während der Titration

Indikation: zuerst sinken der Leitfähigkeit mit Titrationsfortschritt, ab dem Äquivalenzpunkt wieder ansteigen der Leitfähigkeit

Formel

Stromstärke:

$$I = \frac{F \cdot A}{L} \cdot (v^+ \cdot c \cdot z^+ \cdot \mu^+ + v^- \cdot x \cdot z^- \cdot \mu^-) \cdot U$$

spezifische Leitfähigkeit:

$$\kappa = \frac{1}{\rho} = \frac{1}{R} \cdot \frac{L}{A} = F \cdot c \cdot (v^+ \cdot z^+ \cdot \mu^+ + v^- \cdot z^- \cdot \mu^-)$$

Quadratwurzelgesetz von Kohlrausch (für starke Elektrolyte):

$$\lambda_c = \lambda_0 - k\sqrt{c}$$

Ostwaldsches Verdünnungsgesetz (für schwache Elektrolyte):

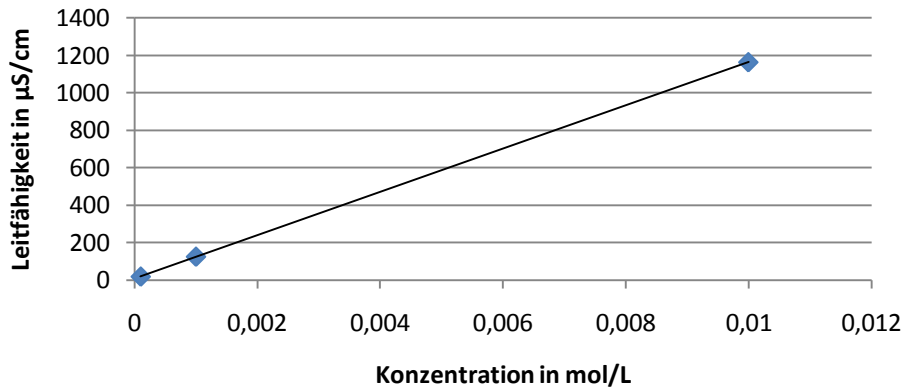
$$\alpha = \sqrt{\frac{K_S}{c_0}}$$

Ergebnisse

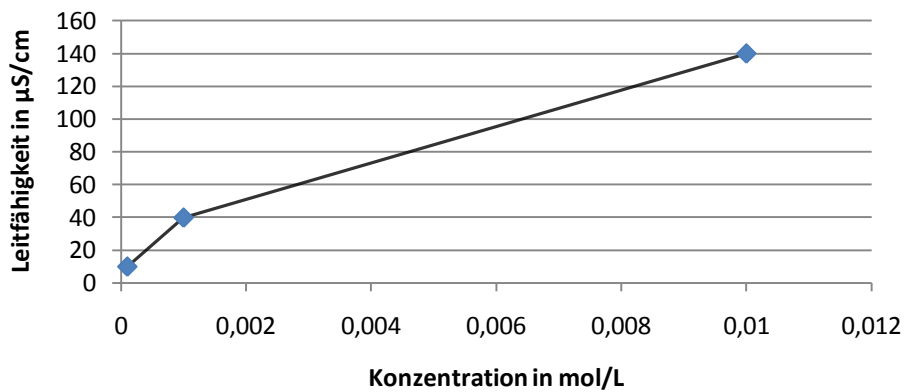
1. Konduktometrische Messung von Elektrolytlösungen

| | NaCl | | HAc | | HCl | |
|---------------------|--------------------------------------|-----------------------------------|--------------------------------------|-----------------------------------|--------------------------------------|-----------------------------------|
| | Leitfähigkeit in $\mu\text{S/cm}$ | Temperatur in $^\circ\text{C}$ | Leitfähigkeit in $\mu\text{S/cm}$ | Temperatur in $^\circ\text{C}$ | Leitfähigkeit in $\mu\text{S/cm}$ | Temperatur in $^\circ\text{C}$ |
| $c_1=0,010$ mol/L | 1164 | 24,9 | 139,9 | 25,2 | 4070 | 24,9 |
| $c_2=0,0010$ mol/L | 124,8 | 25,1 | 39,7 | 25,2 | 408 | 25,2 |
| $c_3=0,00010$ mol/L | 18,4 | 25,1 | 9,8 | 24,5 | 28,9 | 25,3 |

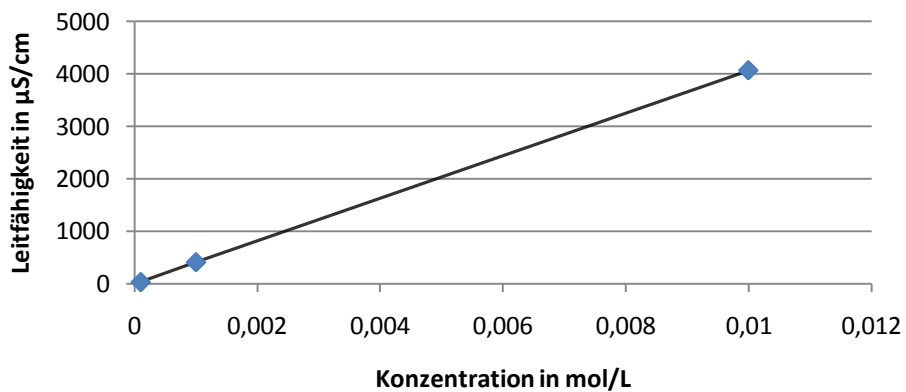
Leitfähigkeit von NaCl bei unterschiedlichen Konzentrationen



Leitfähigkeit von HAc bei unterschiedlichen Konzentrationen

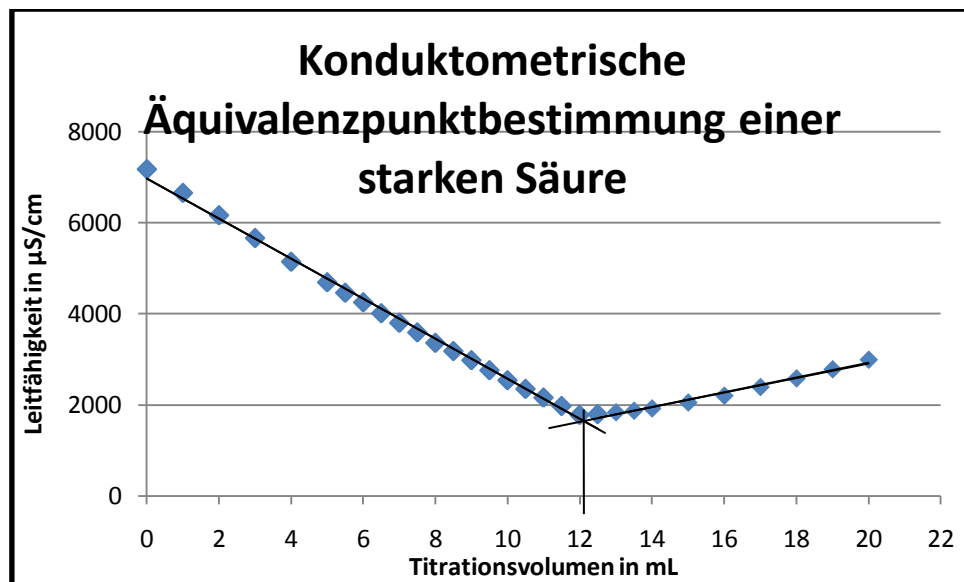


Leitfähigkeit von HCl bei unterschiedlichen Konzentrationen



2. Konduktometrische Äquivalenzpunktbestimmung einer starken Säure

| Zugabe NaOH in mL | Leitfähigkeit κ in $\mu\text{S}/\text{cm}$ | Temperatur in $^{\circ}\text{C}$ | | | | |
|-------------------|---|----------------------------------|--|------|------|------|
| 0 | 7170 | 24,6 | | 10 | 2540 | 25,6 |
| 1 | 6650 | 24,7 | | 10,5 | 2350 | 25,6 |
| 2 | 6160 | 24,8 | | 11 | 2160 | 25,6 |
| 3 | 5660 | 24,9 | | 11,5 | 1975 | 25,7 |
| 4 | 5140 | 25,0 | | 12 | 1779 | 25,7 |
| 5 | 4690 | 25,1 | | 12,5 | 1797 | 25,7 |
| 5,5 | 4460 | 25,2 | | 13 | 1835 | 25,8 |
| 6 | 4250 | 25,2 | | 13,5 | 1869 | 25,8 |
| 6,5 | 4010 | 25,3 | | 14 | 1920 | 25,8 |
| 7 | 3800 | 25,3 | | 15 | 2050 | 25,9 |
| 7,5 | 3590 | 25,4 | | 16 | 2200 | 25,9 |
| 8 | 3360 | 25,4 | | 17 | 2390 | 25,9 |
| 8,5 | 3180 | 25,5 | | 18 | 2580 | 25,9 |
| 9 | 2980 | 25,5 | | 19 | 2780 | 26,0 |
| 9,5 | 2760 | 25,6 | | 20 | 2990 | 26,0 |



Durch Auswertung der Tabelle und des Graphen wird der Äquivalenzpunkt bei einem Titrationsvolumen von etwa 12,1 mL angenommen.

$$c(\text{starke Säure}) = \frac{c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH})}{V(\text{starke Säure})} = \frac{0,100 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \cdot 0,0121 \text{L}}{0,025 \text{L}} = 0,0484 \text{ mol/L}$$

Diskussion

1. Konduktometrische Messung von Elektrolytlösungen

Wie aus der Auswertung zu entnehmen ist, handelt es sich bei der HCl um einen starken Elektrolyt. Die Säure dissoziiert vollständig, was in hohen Leitfähigkeitswerten resultiert (Diagramm 3). Hier kann man die Auswirkungen des Quadratwurzelgesetzes von Kohlrausch sehen. Dieses Gesetz gilt nur für ausreichend verdünnte starke Elektrolyte, was hier der Fall ist. Somit lässt sich zwischen der Konzentration des starken Elektrolyten und der Leitfähigkeit ein linearer Zusammenhang erkennen.

Auch NaCl ist ein starker Elektrolyt und dissoziiert vollständig in seine Ionen (Diagramm 1).

HAc ist nur ein schwacher Elektrolyt und dissoziiert nur teilweise. Dies ist an dem charakteristischen Graphen und der relativ niedrigen Leitfähigkeit zu erkennen (Diagramm 2). Hier lässt sich das Ostwaldsche Verdünnungsgesetz anwenden. Dieses besagt, dass der Protolysegrad für schwache Säuren mit abnehmender Anfangskonzentration zunimmt. Bei sehr geringen Konzentrationen sind auch schwache Elektrolyte vollständig dissoziiert, was den

charakteristischen Knick erklärt.

Wie bereits beschrieben wurde immer von der niedrigsten Konzentration des Stoffes zur nächsthöheren gemessen. Damit soll eine Verschleppung der Proben während des Messens verhindert werden. Messfehler sind durch Gerätefehler oder Fehler beim Erstellen der Verdünnungsreihe zu erklären.

2. Konduktometrische Äquivalenzpunktbestimmung einer starken Säure

Mögliche Fehlerquellen sind beim Ablesen der Bürette und bei der Zugabe des Titrationsvolumens zu suchen.

Darstellung des Messergebnisses Ionenaustauscherchromatographie/ Sulfatbestimmung

Aufgabenstellung

Die Sulfatkonzentration einer ausgegebenen Trinkwasserprobe soll mittels Ionenaustauscherchromatographie und anschließender komplexometrischer Titration bestimmt werden.

Durchgeführt am:

16.06.2011

Literatur

Assoz. Prof. PD Mag. Dr. Hanno Stutz, Skript zur UE Allgemeinen Chemie II, 2011, Seite 90-97

Beschreibung des Messverfahrens

Die Säule wird mit Salzsäure regeneriert. Im Anschluss wird eine Ionenaustauscherchromatographie durchgeführt. Die Sulfationen werden mittels Bariumchloridlösung gefällt, eine komplexometrische Titration mit EDTA wird durchgeführt. Der sich aus der Titration ergebene Wert wird für die Sulfatkonzentrationsberechnung benutzt.

Ergebnisse

| | |
|--|--------------------------------|
| Mittelwert des bei der Titration verbrauchten EDTA (3Titrationen) | 8,473ml |
| Mittelwert $\beta(\text{SO}_4^{2-})$ (3Titrationen) | 146,65mg L⁻¹ |

Diskussion

Bei der ersten Titration übersahen wir eine Luftblase in der Bürette, auf Grund dessen fließt die erste Titration nicht in das Endergebnis mit ein.

Eine weitere mögliche Fehlerquelle können Pipettier- und Ablesefehler sein. Auch bei der Reinigung des Kationenaustauschers können Fehler passieren (zum Beispiel zu schnelle Tropfgeschwindigkeit). Dies schlägt sich dann in einer zu niedrigen Sulfatkonzentration nieder.

Darstellung des Messergebnisses

Titration von Balsamicoessig und Essigsäure unbekannter Konzentration

Messziel

Konzentrationsbestimmung einer Probe Balsamicoessig und einer Probe Essigsäure unbekannter Konzentration mittels Titration.

Durchgeführt am

14.06.2011

Literatur

Assoz. Prof. PD Mag. Dr. Hanno Stutz, Skript zur UE Allgemeinen Chemie II, 2011, Seite 45-52

Kremer et al., Einführung in die Laborpraxis, 2009, Seite 101-103, 109-112

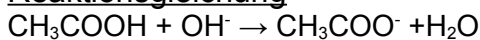
Atkins et al., Chemie einfach alles, 2006, Seite 486-499

Mortimer et al., Chemie, 2010, Seite 321-324

Beschreibung des Messverfahrens

Mittels Titration einer schwachen Säure bekannten Volumens mit einer starken Base bekannter Konzentration wird über den Verbrauch des Volumens der starken Base bis zum Äquivalenzpunkt die Konzentration der schwachen Säure ermittelt. Daraus wird der Säuregehalt ermittelt.

Reaktionsgleichung



Ergebnisse

Säuregehalt $w_{(\text{Balsamicoessig})}$ 5,96%

Säuregehalt $w_{(\text{Essigsäure})}$ 6,01%

Diskussion

Während der Durchführung der Titration traten keine Probleme auf. Die Arbeitsschritte wurden gemäß Vorschrift durchgeführt. Gründe für eine Abweichung vom tatsächlichen Säuregehalt könnten im Falle des Balsamicoessigs die starke Farbe des Essigs sein, wodurch es leicht zur Fehltitration kommen kann. Weitere mögliche Fehlerquellen könnten das fehlerhafte Bemessen von Volumina in der Probenvorbereitung gewesen sein.

Darstellung des Messergebnisses

Umkristallisation

Messziel

Reinigung eines mit Kaliumpermanganat verunreinigten Salzes (Kaliumperchlorat) mittels Umkristallisation.

Durchgeföhrt am

14.06.2011, 15.06.2011

Literatur

Assoz. Prof. PD Mag. Dr. Hanno Stutz, Skript zur UE Allgemeinen Chemie II, 2011, Seite 39-44

Becker et al., Organikum, 1973, Seite 39-42

Kremer et al., Einführung in die Laborpraxis, 2009, Seite 149-153

Beschreibung des Messverfahrens

Das Kaliumpermanganat wird vom Kaliumperchlorat getrennt. Dabei wird sich das Löslichkeitsprodukt zunutze gemacht: Das Kaliumpermanganat liegt in der heiß gesättigten Lösung in wesentlich geringerer Konzentration vor, weshalb es auch nach dem Auskühlen in Lösung bleibt und abgenutscht werden kann. Das Kaliumperchlorat hingegen kristallisiert aus und bleibt in der Glasfilternutsche.

Ergebnisse

$m_{(\text{Uhr glas} + \text{gereinigtes Salz})} = 18,2524\text{g}$

$m_{(\text{Uhr glas leer})} = 13,2216\text{g}$

$m_{(\text{gereinigtes Salz})} = 5,0308\text{g}$

Ausbeute = 71,86%

Diskussion

Während der Filtration im Trichter ist es zur Auskristallisierung gekommen, jedoch hat sich kein Braunstein in der Glaswolle gebildet, weshalb der Schritt nicht unbedingt notwendig gewesen wäre. Auf die Ausbeute hat das Auskristallisieren aber keine Auswirkungen. Weitere negative Auswirkungen auf die Ausbeute hat auch das in der Nutsche zurück gebliebene Salz, sowie im Becherglas verbliebenes Salz. Eine weitere mögliche Fehlerquelle wäre noch ungenaues Einwiegen.

Darstellung des Messergebnisses

Bestimmung der Gleichgewichtskonstanten einer Veresterungsreaktion

Aufgabenstellung

Bestimmt wird die Gleichgewichtskonstante einer Veresterungsreaktion (Ethanol- Essigsäure) durch Titration und anschließende Rückrechnung.

Durchgeführt am:

16.6.2011

Literatur

Assoz. Prof. PD Mag. Dr. Hanno Stutz, Skript zur UE Allgemeinen Chemie II, 2011, Seite 26- 38

Beschreibung des Messverfahrens

Der Reaktionsansatz wird aus absolutiertem Ethanol, Eisessig und halbkonzentrierter Salzsäure hergestellt und auf Heizpilz zwei Stunden rückflussgekocht. Nach einer beziehungsweise zwei Stunden wird jeweils eine Probe entnommen gegen NaOH titriert. Aus den Einwaagen und dem Titrationsvolumen können die Gleichgewichtskonstanten berechnet werden.

Ergebnisse

K (nach 1h)= 3,34

K (nach 2h)= 3,379

Diskussion

Die zwei ermittelten Werte für K streuen nur sehr gering, das bedeutet, dass die Veresterungsreaktion nach einer Stunde annähernd vollständig abgelaufen ist.

Abweichungen vom erwarteten Wert können entstehen, wenn zum Beispiel die Konzentration der Salzsäure nicht genau bestimmt wurde (durch Übertitration), da dieser Wert in die Berechnung der Gleichgewichtskonstante miteingeht. Weiters können Pipettierfehler oder Fehler bei der Titration der 1 ml Probe nicht ausgeschlossen werden. Wurden die Geräte für die Rückfluss-Apparatur nicht ausreichend getrocknet, kann es passieren, dass der absolute Ethanol wieder Wasser zieht, wodurch sich die Konzentration verändert. Dies schlägt sich dann in der Berechnung der Gleichgewichtskonstanten nieder.

Darstellung des Messergebnisses

Bestimmung der Gesamtwasserhärte von Wasser – komplexometrische Titration

Messziel

Durch eine komplexometrische Titration mit EDTA soll die Gesamthärte einer Wasserprobe ermittelt werden.

Durchgeführt am

15.06.2011

Literatur

Assoz. Prof. PD Mag. Dr. Hanno Stutz, Skript zur UE Allgemeinen Chemie II, 2011, Seite 53-65
Mortimer et al., Chemie, 2010, Seite 513-520

Beschreibung des Messverfahrens

Herstellung eines $\text{NH}_3/\text{NH}_4^+$ Puffers

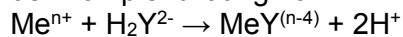
Herstellung einer 0,0100 mol/L EDTA Lösung aus einer 0,100 mol/L EDTA Maßlösung

Titrieren der Wasserprobe, mit Indikatorverreibung versetzt, mit 0,0100 mol/L EDTA

Indikation: visuell, Farbumschlag von rot nach blau

Reaktionsgleichung:

der Komplexbildung von EDTA mit dem Metall



Ergebnisse

Das Trinkwasser aus Salzburg hat einen Erdalkaligehalt von 1,80 mmol/L.

Dies entspricht 10,08 Grad Deutsche Härte, was auf mittelhartes Wasser hindeutet.

Diskussion

Die Abweichung des Ergebnisses von jenem, welches von der Salzburg AG im Mai 2011 ausgegeben wurde, ist damit zu begründen, dass es oft zum Mischen von Wasser aus unterschiedlichen Quellen kommt. Eine jahreszeitliche Änderung der Wasserhärte ist zusätzlich gegeben. Ablagerungen in Leitungen können die Werte zusätzlich verfälschen.

Bei diesem Beispiel spielen auch Gerätefehler eine wesentliche Rolle. Des Weiteren können Fehler bei Titration oder Pipettierung aufgetreten sein.

Hier haben diverse Fehler kaum Auswirkungen auf das Ergebnis, da der Wert in der Mitte des Bereichs für mittelhartes Wasser liegt und somit kleine Abweichungen das Ergebnis nicht maßgeblich verändern würden.