

**Skript zum Praktikum**

**Grundlagen der Labortechnik und  
physikalische Chemie  
für den Studiengang  
Materialwissenschaft und Werkstoffkunde**

April 2017  
Version 0.8

Verantwortlich für den Inhalt:  
Lars Birlenbach  
Universität Siegen  
Naturwissenschaftlich - Technische Fakultät  
Department Chemie - Biologie  
Physikalische Chemie



# Inhaltsverzeichnis

<b>I</b>	<b>Organisatorisches und Grundlagen</b>	<b>6</b>
<b>A</b>	<b>Informationen zu Organisation und Ablauf</b>	<b>7</b>
A.1	Durchführung der Versuche . . . . .	7
A.1.1	Geräteschrank . . . . .	7
A.1.1.1	Schrankübernahme . . . . .	7
A.1.1.2	Schrankrückgabe . . . . .	7
A.1.1.3	Ersatz von Glasbruch . . . . .	8
A.1.2	Schutzausrüstung und -einrichtungen . . . . .	8
A.1.2.1	Schutzbrille . . . . .	8
A.1.2.2	Kittel . . . . .	8
A.1.2.3	Handschuhe . . . . .	8
A.1.2.4	Laborabzüge . . . . .	9
A.1.2.5	Not- und Augenduschen . . . . .	9
A.1.2.6	Feuerlöscher . . . . .	10
A.1.3	Versuchsvorbereitung . . . . .	10
A.1.4	Zu zweit arbeiten erlaubt . . . . .	10
A.1.5	Protokollführung . . . . .	11
A.1.6	Versuche mit unbekanntem Substanzen . . . . .	11
A.1.6.1	Nachsubstanz . . . . .	12
A.1.7	Reihenfolge der Durchführung . . . . .	12
A.1.8	Nützliche Utensilien . . . . .	12
A.1.9	Vorbereitung und Sorgfalt ersparen zusätzliche Arbeit . . . . .	12
A.2	Gemeinnützige Pflichten . . . . .	13
A.2.1	Saaldienst . . . . .	13
A.2.2	Putztag . . . . .	13
A.3	Allgemeine Hinweise für das Arbeiten im chemischen Laboratorium . . . . .	13
A.3.1	Sicherheitsdatenblätter . . . . .	15
A.4	Abfallentsorgung . . . . .	15
A.5	Empfohlene Literatur . . . . .	16
<b>B</b>	<b>Theoretische Grundlagen</b>	<b>17</b>
B.1	Physikalische Größen . . . . .	18
B.1.1	Allgemeines . . . . .	18

B.1.2	Umrechnung von physikalischen Größen . . . . .	18
B.1.3	Temperatur . . . . .	19
B.1.4	Stoffmenge und verwandte Größen . . . . .	19
B.1.5	Elektrische Größen . . . . .	20
B.2	Messwerte und Messfehler . . . . .	21
B.2.1	Fehlerarten . . . . .	21
B.2.2	absolute und relative Fehler . . . . .	22
B.2.3	Genauigkeit und Präzision . . . . .	22
B.2.4	signifikante Stellen . . . . .	22
B.3	Berechnung von Verdünnungen . . . . .	22
B.4	Messgeräte . . . . .	23
B.4.1	Messung der Masse . . . . .	24
B.4.2	Messung des Volumens . . . . .	25
B.4.3	Messung elektrischer Größen . . . . .	26
B.5	Versuchsvorbereitung . . . . .	26
B.6	Protokollführung . . . . .	27
B.6.1	Aufbau eines Protokolls . . . . .	28
B.6.2	Grafische Darstellungen . . . . .	29
<b>II</b>	<b>Experimenteller Teil</b>	<b>30</b>
<b>1</b>	<b>Einfache Laborarbeiten</b>	<b>31</b>
1.0.3	Unterweisungsdokumentation einkleben . . . . .	31
1.1	Aufbewahren und Umfüllen von Reagenzien . . . . .	31
1.1.1	Material der Gefäße . . . . .	31
1.1.2	Umfüllen von Flüssigkeiten . . . . .	31
1.1.3	Tropfpipetten . . . . .	33
1.1.4	Tropfflaschen . . . . .	33
1.1.5	Umfüllen von Feststoffen . . . . .	33
1.2	Handhabung des Gasbrenners . . . . .	34
1.2.1	Leuchtende Flamme . . . . .	34
1.2.2	Entleuchtete Flamme . . . . .	34
1.3	Erhitzen von Flüssigkeiten im Reagenzglas . . . . .	35
1.4	Herstellung von Tropfpipetten . . . . .	36
1.5	Herstellung einseitig geschlossener Glasröhrchen . . . . .	36
1.6	Herstellung eines Gaseinleitungsrohres . . . . .	37
1.7	Bohren von Stopfen . . . . .	37
<b>2</b>	<b>Einstellen und Messen von Temperaturen</b>	<b>38</b>
2.1	Kalibrierung eines Thermoelements . . . . .	39
2.2	Vergleich verschiedener Temperaturbäder . . . . .	39
2.3	Vergleich verschiedener Temperaturmessgeräte . . . . .	39

2.4	Kältemischung (T)	40
<b>3</b>	<b>Trenn- und Reinigungsmethoden</b>	<b>41</b>
3.1	Herstellung einer gesättigten Natriumchloridlösung	44
3.2	Kristallisationsversuch	44
3.3	Trennung dreier Niederschläge von der Lösung	44
3.4	Destillation von zwei binären Mischungen (T)	44
3.5	Adsorption an Aktivkohle	44
3.6	Adsorptionschromatographie (Säulenchromatographie)	44
<b>4</b>	<b>Eigenschaften von Atomen und Molekülen</b>	<b>46</b>
4.1	Größe von Stearinsäuremolekülen	48
4.2	Eine einfache Spektralanalyse (T)	48
4.3	Das Lambert-Beersche Gesetz (T)	48
<b>5</b>	<b>Das chemische Gleichgewicht</b>	<b>50</b>
<b>6</b>	<b>Säuren und Basen</b>	<b>51</b>
<b>7</b>	<b>Flüssigkeiten und flüssige Mischungen</b>	<b>52</b>
7.1	Mischbarkeit von Alkoholen mit Wasser und n-Hexan	55
7.2	Mischbarkeit von Carbonsäuren mit Wasser	55
7.3	Volumen- und Temperaturänderungen beim Mischen von Flüssigkeiten	55
7.4	Löslichkeitskurve einer Verbindung (T)	56
7.5	Lösungswärme von Calciumchlorid und Calciumchlorid-hexahydrat	56
7.6	Wärmekapazität eines einfachen Kalorimeters	57
7.7	Spezifische Lösungswärme eines unbekanntes Salzes (T)	57
7.8	Molalität von zwei Salzlösungen (T)	57
7.9	Verteilungskoeffizient von Iod in Chloroform und Wasser	58
<b>8</b>	<b>Transportvorgänge</b>	<b>59</b>
8.1	Diffusion von Ammoniak und Chlorwasserstoff in Luft	60
<b>9</b>	<b>Elektrochemie</b>	<b>61</b>
9.1	Elektromotorische Kraft einer Konzentrationskette	66
9.2	Löslichkeitsprodukt von AgCl	66

## **Teil I**

# **Organisatorisches und Grundlagen**

# A Informationen zu Organisation und Ablauf

## A.1 Durchführung der Versuche

### A.1.1 Geräteschrank

#### A.1.1.1 Schrankübernahme

Für die Dauer des Praktikums wird Ihnen ein Geräteschrank überlassen, der die meisten Geräte enthält, die zur Durchführung der Versuche benötigt werden. Je 2 Studierende übernehmen gemeinsam einen Schrank Sie sollten sich schon vor der Schrankübernahme jemand aussuchen, mit dem sie einen Schrank teilen wollen. Ein Schrankpartnerwechsel während des Praktikums ist nicht möglich. Wenn es für die Organisation notwendig ist, können Schrankpartner auch zugewiesen werden.

Wenn Sie den Schrank übernehmen, erhalten Sie zwei Listen, auf denen der Inhalt des Schranks aufgeführt ist. Auf einer dieser Listen haken Sie die einzelnen Teile ab und geben diese Liste unterschrieben zurück. Die zweite Liste dürfen Sie als Inventarliste behalten.

Sie erhalten bei der Schrankausgabe pro Gruppe ein Vorhängeschloss, das Sie am Ende des Praktikums wieder abgeben müssen. Nachdem Sie den Schrank übernommen haben, haben nur noch Sie und Ihr Partner einen Schlüssel dafür. Zusätzlich wird pro Schrank eine Grundausstattung Verbrauchsmaterial angeboten, die Sie bei der Schrankausgabe oder am ersten Praktikumstag für 25 € erwerben können.

Bei einigen Versuchen müssen Sie noch zusätzliche Geräte oder Gefäße ausleihen. Dann steht bei den Versuchen, welche Geräte das sind.

#### A.1.1.2 Schrankrückgabe

Wenn Sie alle Versuche durchgeführt haben, müssen Sie Ihren Schrank samt gereinigtem Inhalt wieder abgeben. Falls Sie das nicht oder nicht rechtzeitig tun, wird Ihnen zusätzlich zu den Kosten für beschädigte Geräte ein Betrag von 50 € pro Person in Rechnung gestellt und das Praktikum wird als nicht bestanden gewertet! Sobald Sie alle Experimente und Analysen bearbeitet haben, sollten Sie den Inhalt des Schranks reinigen und einen Termin zur Abgabe vereinbaren.

**Der Schrank muss vor dem Putztag zurückgegeben werden.**

### A.1.1.3 Ersatz von Glasbruch

Beschädigte und fehlende Geräte müssen Sie am Ende des Praktikums reparieren lassen oder bezahlen. In vielen Fällen ist es möglich, *saubere*(!) beschädigte Glasgeräte durch den an der Hochschule beschäftigten Glasbläser<sup>1</sup> reparieren zu lassen. Reparierte Geräte können noch zwei Wochen nach Ende des Praktikums abgegeben werden. Auch wenn Sie alle anderen Leistungen während des Praktikums erbracht haben: Das Praktikum gilt erst dann als bestanden, wenn Sie die Rechnung bezahlt haben.

### A.1.2 Schutzausrüstung und -einrichtungen

Allgemein sind geschlossene, trittsichere Schuhe und lange Beinkleidung vorgeschrieben. Im Zweifelsfall entscheidet der Praktikumsleiter, ob die getragene Kleidung ausreichende Schutzfunktion bietet oder nicht.

Mit giftigen oder ätzenden Chemikalien kontaminierte Kleidung muss sofort abgelegt werden. Sie sollten sich daher Ersatzkleidung in Ihren Spind (siehe Abschnitt A.1.8) legen.

#### A.1.2.1 Schutzbrille

**Das Betreten der Labore ohne Schutzbrille ist verboten!**

Einfache Korrekturbrillen gelten nicht als Schutzbrille, es sei denn, diese verfügen über ausreichend große Gläser und einen Seitenschutz.

#### A.1.2.2 Kittel

Laborschuttkittel aus 100 % Baumwolle oder anderen geeigneten Materialien sind Pflicht. Kittel mit hohem Kunstfaseranteil sind ungeeignet, weil diese leicht Feuer fangen und im Brandfall sogar schmelzen können. Gleiches gilt für andere Kleidungsstücke, die offen getragen werden (z. B. Kopftücher, Haarbänder): Diese dürfen nicht aus leicht entflammbarem Material sein.

Der Kittel sollte weiß sein, damit man eventuelle Verschmutzungen erkennen kann und den Kittel dann, je nach Verschmutzung, in den Sondermüll geben oder waschen kann. Der Kittel muss einfach ausziehbar sein, um ihn bei Verschmutzung mit größeren Mengen gefährlicher Substanz schnell ablegen zu können.

Auch bei scheinbar sauberen Kitteln muss damit gerechnet werden, dass sie unbemerkt mit Chemikalien verunreinigt wurden. Daher dürfen Kittel in „chemikalienfreien Zonen“, z. B. Hörsaal, Mensa, Seminarraum etc. nicht getragen werden.

#### A.1.2.3 Handschuhe

Chemikalien können teilweise sehr gut über die Haut aufgenommen werden. Deshalb gibt es so viele Cremes und Salben, die ja auch Chemikalien sind. Bei den im Praktikum benutz-

---

<sup>1</sup>Herr Kerzdörfer, Raum AR-G0117, Öffnungszeiten Montag bis Freitag 10-11 Uhr oder laut Aushang



ten Substanzen ist das aber absolut unerwünscht. Deshalb werden beim Umgang mit sehr gefährlichen Substanzen Handschuhe getragen.

Gewöhnen Sie sich daran, nichts mit Schutzhandschuhen anzufassen (auch wenn diese bisher unbenutzt sind!), was von anderen Studenten ohne Schutzhandschuhe angefasst wird, beispielsweise einen Wasserhahn oder eine Türklinke. Beachten Sie weiterhin, dass es verschiedene Sorten von Handschuhmaterialien gibt. Manche Lösungsmittel zerstören ungeeignete Handschuhe sehr schnell oder werden langsam an die Haut abgegeben, solange die Handschuhe getragen werden.

Wenn Sie Handschuhe lange tragen, quillt die Haut unter den abgedeckten Flächen auf, genauso wie bei langen Aufenthalten im Wasser. In diesem Zustand können Chemikalien die Haut noch besser durchdringen. Deswegen sollten Sie Handschuhe nicht länger als nötig und nur falls wirklich notwendig tragen. In diesem Praktikum sind nur bei wenigen Versuchen Handschuhe sinnvoll. Die Handschuhe erhalten Sie in der Geräteausgabe.

Informieren Sie sich gegebenenfalls in den Sicherheitsdatenblättern zu den Substanzen, ob und welche Art Handschuhe empfohlen werden. Über R- und S-Sätze wurden Sie in der Sicherheitsunterweisung belehrt. Was bedeutet R 24? Was fordert S 37?

### A.1.2.4 Laborabzüge

Die Laborabzüge oder Digestorien (kurz: Abzüge) werden für alle Versuche benötigt, bei denen giftige oder anderweitig schädliche Gase entstehen können. Die Abzüge sind an die Abluftanlage angeschlossen: Es wird ständig Raumluft angesaugt, entstehende Gase werden abgeführt.

Das funktioniert nur, wenn die Abzüge richtig bedient werden. Die Scheiben sind immer geschlossen zu halten, nur wenn am Abzug gearbeitet wird, dürfen sie so weit wie nötig geöffnet werden.

Bevor die Scheiben geöffnet werden, muss durch Drücken der  $\oplus$ -Taste der Luftstrom erhöht werden (Taste leuchtet). Wenn die Scheiben wieder geschlossen sind, muss die  $\oplus$ -Taste wieder gedrückt werden (Leuchten verschwindet).

Fehlbedienung (zu weit geöffneter Frontschieber) quittieren die Abzüge durch lautes Pfeifen, sehr zur Freude ihrer Nachbarn und der Assistenten. Das Pfeifen kann kurzfristig durch Drücken der rot blinkenden Taste mit einem Hupensymbol deaktiviert werden.

### A.1.2.5 Not- und Augenduschen

Vor den Eingangtüren sind Notduschen zum schnellen Abspülen von Säure o. ä. angebracht, falls man damit seine Kleidung getränkt hat, oder zum Löschen von Personenbränden.

Neben den Türen sind Augenduschen angebracht, die zum schnellen Ausspülen der Augen im Notfall dienen. Man kann damit auch z. B. schnell einen Arm abspülen, falls notwendig.

### A.1.2.6 Feuerlöscher

Neben den Türen und auf den Fluren sind Feuerlöscher angebracht. Schauen Sie sich die aufgedruckte Bedienungsanweisung zu Anfang des Praktikums an, damit Sie im Brandfall wissen, wie diese bedient werden.

### A.1.3 Versuchsvorbereitung

Bereiten Sie sich bitte in Ihrem eigenen Interesse nicht erst im Praktikumssaal, sondern rechtzeitig und gründlich auf jeden Praktikumstag vor.

Am Anfang jeden Kapitels sind theoretische Grundlagen und Erläuterungen zu den Versuchen des Kapitels angegeben. Sie sollten auch diese lesen, nicht nur die Anweisungen zur Durchführung der Versuche. Diese Grundlagen werden bei der Durchführung der Versuche als bekannt vorausgesetzt.

Wer ohne jegliche Kenntnisse beim Experimentieren angetroffen wird, verlässt das Praktikum, um die Vorbereitung nachzuholen.

**Informieren Sie sich über die Abfallentsorgung, bevor Sie den Versuch durchführen!**

Im Labor hängen Listen aus, welcher Stoff in welchen Abfallbehälter gegeben wird. Die Abfallbehälter werden auch in Abschnitt A.4 und im Seminar zum Praktikum besprochen.

Wenn Sie sich bei der Entsorgung von Chemikalien trotzdem noch unsicher sind, halten Sie unbedingt mit einem Assistenten Rücksprache. Umweltgefährdende Entsorgung von Substanzen führt zum Ausschluss vom Praktikum für den jeweiligen Tag.

Die einzelnen Versuche sind kapitelweise in der durch das Skript vorgegebenen Reihenfolge durchzuführen, es dürfen aber immer zwei oder drei Kapitel parallel bearbeitet werden. Die genauen Regeln werden in Abschnitt A.1.7 erläutert. Die Reihenfolge der Experimente innerhalb der freigegebenen Kapitel ist frei wählbar.

### A.1.4 Zu zweit arbeiten erlaubt

Die Versuche können von je zwei Studierenden<sup>2</sup> gemeinsam durchgeführt werden, wobei aber von beiden Beobachtungen notiert und Protokolle angefertigt werden müssen. *Beide* Studierende müssen Fragen zu dem Versuch beantworten können. Die Beobachtungen beider Studierenden sollen *gleichzeitig* zur Unterzeichnung beim Assistenten vorgelegt werden. Die Beobachtungen müssen nicht identisch formuliert sein, notierte Messwerte sollten aber übereinstimmen.

---

<sup>2</sup>von zwei Studierenden! Zwei sind immer weniger als drei und ganz sicher weniger als vier. Einzige Ausnahme: Aus Platzmangel werden Schränke an Dreiergruppen ausgegeben.

### A.1.5 Protokollführung

Sämtliche Beobachtungen, Messwerte und sonstige Aufzeichnungen werden im Laborbuch notiert. Wenn Sie Ihr Laborbuch vergessen haben, können Sie im Prinzip nach Hause gehen. (oder vielleicht noch schmutzige Glasgeräte spülen . . .)

Wenn bei der Arbeitsvorschrift keine besonderen Angaben gemacht werden, sollen Sie Ihre Beobachtungen und gegebenenfalls Messwerte in schriftlicher Form festhalten<sup>3</sup>. Die Beobachtungen der Ergebnisse einzelner Versuche lassen Sie sich in Ihrem Laborbuch durch einen Assistenten abzeichnen; dabei führen Sie die Ergebnisse von Handversuchen vor. Die entsprechenden Proben oder Lösungen werden anschließend vernichtet. **Um die Ergebnisse eines Experiments bei Vorlage der Aufzeichnungen für das Testat diskutieren zu können, müssen sie noch vorhanden sein und vorgezeigt werden.** Ist das nicht möglich, kann der Assistent den Versuch als nicht durchgeführt werten: Der Versuch muss dann wiederholt werden. Diese Entscheidung liegt im Ermessen der Assistenten.

Auf die Innenseite des hinteren Umschlags kleben Sie bitte die Unterweisungsdokumentation, die Sie am ersten Praktikumstag erhalten. Dort werden die Sicherheitsunterweisungen und die Kolloquien, die sie bereits absolviert haben, eingetragen. So haben Sie diese immer im Praktikum dabei.

Zu Kapitel 1 werden keine Protokolle angefertigt.

### A.1.6 Versuche mit unbekanntem Substanzen

Bei einem Teil der Versuche müssen stoffspezifische Werte oder ein unbekannter Stoff identifiziert werden. Diese Versuche sind im Skript mit einem **(T)** in der Überschrift gekennzeichnet. Die Ergebnisse dieser Versuche werden von den Assistenten anhand einer Liste überprüft und müssen bei einem falschen Ergebnis bzw. einer zu großen Abweichung vom richtigen Wert wiederholt werden.

Bei einigen Versuchen ist es notwendig, den erhaltenen Messwert in eine andere Größe umzurechnen. In diesem Fall steht in der Versuchsvorschrift, welcher Wert testiert wird.

Die Substanzen erhalten Sie, indem Sie ein mit Versuchsnummer, Namen und Platznummer beschriftetes, geeignetes und *sauberes* Gefäß in der Geräteausgabe abgeben. Schmutzige, falsch oder unvollständig beschriftete Gefäße werden nicht bearbeitet.

Zu Beginn eines Praktikumstags wollen üblicherweise viele Teilnehmer Geräte ausleihen und unbekannt Substanzen haben. Falls Sie am Anfang eines Praktikumstags einen Versuch mit einer unbekannt Substanz machen wollen, sollten Sie das Gefäß dafür schon am Ende des vorherigen Praktikumstags abgeben. Sie ersparen sich dann die Wartezeit am Anfang des Praktikumstags, in der die Substanz abgefüllt und in die Buchhaltung eingetragen wird.

---

<sup>3</sup>Siehe Abschnitt B.6, S. 27

### A.1.6.1 Nachsubstanz

Falls Sie für einen Versuch Nachsubstanz benötigen, also die ausgegebene Menge unbekannter Substanz nicht ausreicht, zahlen Sie 20 Cent in die Saalkasse. Schreiben Sie in diesem Fall deutlich sichtbar „Nachsubstanz“ auf das Gefäß, sonst erhöht sich der Betrag auf 1 €.

Ausrüstungsgegenstände und Chemikalien werden Ihnen von der Hochschule zur Verfügung gestellt. Gehen Sie bitte sorgfältig und sparsam damit um.

### A.1.7 Reihenfolge der Durchführung

Versuche aus höheren Kapiteln dürfen erst bearbeitet werden, wenn ein Kolloquium<sup>4</sup> zum vorvorigen Kapitel abgelegt worden ist. Kapitel 5/6 und 8/9 werden hier als je ein Kapitel gewertet.

Beispiele: Mit den Versuchen zu Kapitel 4 darf erst begonnen werden, wenn das Kolloq zu Kapitel 2 bestanden wurde. Mit den Versuchen zu den Kapiteln 8/9 darf erst begonnen werden, wenn das Kolloq für Kapitel 5/6 bestanden wurde. Mit den Analysen darf nach bestandenerem Kolloq für Kapitel 7 begonnen werden. Leicht erkennbar ist das in Tabelle ?? auf S. ??: Sie dürfen immer 2 Zeilen weiter arbeiten als Sie Kolloqs abgelegt haben.

Sollten die Assistenten nicht genügend Termine für alle Kolloquiumswünsche haben, reicht schon die Terminvereinbarung und fertig geschriebene Protokolle für das entsprechende Kapitel, um weiterarbeiten zu dürfen. Dieser Fall sollte aber die Ausnahme bleiben.

### A.1.8 Nützliche Utensilien

Einige weitere Hilfsmittel erleichtern Ihnen die Arbeit im Labor: ein Handtuch oder Geschirrtuch zum Abtrocknen von Händen und Glasgeräten, ein kleines Taschenmesser mit schneidfähiger Klinge, ein wasserfester Filzschreiber, der auf Glas schreibt.

Falls Sie nicht jeden Tag ihre private Ausrüstung mit nach Hause nehmen wollen, können Sie sich einen Spindschlüssel<sup>5</sup> ausleihen.

### A.1.9 Vorbereitung und Sorgfalt ersparen zusätzliche Arbeit

Die Erfahrung lehrt, dass Sie viel Zeit sparen können, wenn Sie die Arbeitsvorschriften und Aufgabenstellungen zu den einzelnen Versuchen *vor* und nicht erst während der Durchführung *sorgfältig* lesen. Sie ersparen sich damit, einen Versuch wiederholen zu müssen, weil Sie ihn falsch durchgeführt haben. Einige Wörter in den Arbeitsvorschriften sind *kursiv* gesetzt: An diesen Stellen haben Ihre Vorgänger besonders gerne ungenau gelesen.

Bei einigen Versuchen müssen Sie Geräte ausleihen, die nicht in beliebig hoher Stückzahl vorhanden sind. Bereiten Sie also ausreichend viele Versuche vor, falls Geräte, die Sie benötigen, schon alle ausgegeben sind.

---

<sup>4</sup>Prüfungsgespräch, meist Kollog genannt. S. Abschnitt ??, S. ??

<sup>5</sup>Spinde sind diese schwarzen Schränke mit nummerierten Fächern, die im Flur bei den Aufzügen herumstehen.

## A.2 Gemeinnützige Pflichten

### A.2.1 Saaldienst

Am schwarzen Brett wird eine Liste mit den Praktikumsterminen ausgehängt. In diese müssen Sie sich für den Saaldienst eintragen. Sie dürfen nur dann im Labor arbeiten, wenn Sie sich in diese Liste eingetragen haben und den Termin auch wahrnehmen. Gibt es mehr Praktikumstermine als Studenten, können mehrere Termine im Semester notwendig sein.

Wenn alle einmal Saaldienst abgeleistet haben, geht es in die zweite Runde: Dann tragen sich *alle* ein zweites Mal ein. Sollten es dabei mehr Teilnehmer als Termine geben, werden diejenigen zurückgestellt, die nur das kurze Praktikum ableisten.

Abhängig von der Zahl der geöffneten Säle gibt es zwei oder vier „Saaldiener“ pro Termin. Während Sie Saaldienst haben, besteht Anwesenheitspflicht.

### A.2.2 Putztag

Der letzte Praktikumstermin ist der Putztag. An diesem Tag werden keine Versuche mehr durchgeführt, sondern der Praktikumsaal gereinigt. Die Teilnahme daran ist Pflicht: Falls Sie hier unentschuldigt fehlen, dürfen Sie im nächsten Semester wieder von vorne beginnen. Sollten wichtige Gründe Sie von der Teilnahme abhalten (z. B. eine Klausur), klären Sie das *rechtzeitig* mit dem Praktikumsleiter ab. Sie erhalten dann eine Ersatzaufgabe, die üblicherweise umfangreicher als die Aufgaben am Putztag ist. Ihren Geräteschrank müssen Sie vor dem Putztermin gereinigt wieder abgeben.

## A.3 Allgemeine Hinweise für das Arbeiten im chemischen Laboratorium

Die Gewährleistung der Sicherheit für alle am Praktikum beteiligten Personen ist oberster Grundsatz. Aus diesem Grund wird nachdrücklich auf folgende Gebote hingewiesen.

**im Labor nicht essen oder trinken:** Wenn Sie etwas essen oder trinken wollen, so dürfen Sie das an jedem beliebigen Ort tun, aber nicht in den Praktikumsräumen.

**kein Alkohol:** Der Konsum von alkoholischen Getränken unmittelbar vor oder während des Praktikums führt zum Ausschluss vom Praktikum für den jeweiligen Tag.

**auf Sauberkeit achten:** Achten Sie auf Sauberkeit an Ihrem Arbeitsplatz und den Gemeinschaftseinrichtungen (Abzüge, Ausgüsse, Trockenschränke, etc.). Von Ihnen verursachte Verunreinigungen etc. sind unverzüglich zu beseitigen. Weisen Sie den Saaldienst auf Verunreinigungen hin, wenn der Verursacher nicht mehr festzustellen ist.

**keine Besucher im Labor:** Mit Besuchern dürfen Sie sich nicht in den Praktikumsräumen treffen. Zutritt zu diesen haben nur die dort arbeitenden Studenten, Assistenten, Professoren des Departements Chemie und, falls notwendig, Haustechniker.

**Schutzbrille tragen:** Das Tragen einer Schutzbrille in den Praktikumsräumen ist Vorschrift. Ausgenommen davon sind Brillenträger, wenn die Brille mit einem Seitenschutz versehen ist und nicht zu kleine Gläser hat.

**Umgang mit Giften:** Sehr giftige Chemikalien sind durch einen Totenkopf gekennzeichnet. Bei Verwendung von solchen Substanzen ist in ganz besonderem Maß auf Sauberkeit zu achten. Interpretieren Sie das Fehlen eines Totenkopfs nicht so, dass diese Chemikalien völlig ungefährlich seien.

**Hände waschen:** Waschen Sie sich gelegentlich die Hände mit Seife. Verwenden Sie anschließend eine Fettcreme, insbesondere auf den Handrücken, um einem Austrocknen der Haut vorzubeugen, da viele Lösungsmittel entfettete Haut besser durchdringen können.

**Abzüge benutzen:** Versuche, bei denen übelriechende oder potenziell giftige Gase (z. B. bei Flammenfärbungen an unbekanntem Substanzen) entstehen können, müssen unter allen Umständen unter dem Abzug durchgeführt werden. Die installierten Feuermelder reagieren empfindlich auf Rauchentwicklung, daher muss auch dies am Platz vermieden werden. Die Scheiben unbenutzter Abzüge sind geschlossen zu halten, weil die Entlüftungswirkung in den anderen sonst verringert wird. Mit leichtentzündlichen Substanzen, z. B. Diethylether oder Hexan, sollten Sie nur arbeiten, wenn sichergestellt ist, dass keine in der Nähe befindliche Flamme zu einer Entzündung führen kann.

**Schutzeinrichtungen kennenlernen:** Informieren Sie sich nicht erst im Ernstfall, wo Feuerlöscher, Augenduschen, Erste-Hilfe-Schrank, Telefon, etc. zu finden sind und wie Sie Hilfe herbeirufen können.

**Aushänge beachten:** Beachten Sie die Anschläge am Schwarzen Brett, an den Türen der Praktikumsräume und bei den einzelnen Geräten.

**Rücksichtnahme:** Belästigen Sie niemanden mehr als nötig, auch wenn die Belästigung gesundheitlich unbedenklich erscheint. Beispiel: Geräuschentwicklung beim Trocknen von Glas mit Pressluft.

**Ordnung:** Die Vorratsgefäße aus den Chemikalienregalen werden nicht mit an den Platz genommen, sondern verbleiben beim Regal. Sie dürfen maximal bis an die Waagen, die neben den Regalen stehen, vom Regal entfernt werden.<sup>6</sup>

**selber denken:** Nicht alles, was nicht auf dieser Liste steht, darf gemacht werden, falls es dem gesunden Menschenverstand widerspricht.

Verstöße gegen diese Punkte oder gegen die allgemeine Laborordnung können mit verschiedenen Sanktionen geahndet werden.

Grob fahrlässiges Verhalten führt zu zeitweiligem oder im Wiederholungsfall endgültigem Ausschluss vom Praktikum.

---

<sup>6</sup>Wollen Sie den ganzen Saal durchsuchen, wenn Sie eine Substanz brauchen, weil ein Kommilitone das Vorratsgefäß an seinen Platz geholt hat und dann „vergaß“, es zurückzustellen?

### A.3.1 Sicherheitsdatenblätter

Im Praktikum stehen Ordner mit den Sicherheitsdatenblättern der verwendeten Chemikalien aus. Dort oder in den ebenfalls ausliegenden Chemikalienkatalogen können Sie sich über die Gefährlichkeit der in den Versuchen eingesetzten Chemikalien informieren, falls Sie sich unsicher sind.

## A.4 Abfallentsorgung

Beim Arbeiten im chemischen Labor werden Abfälle erzeugt, die besonders sorgfältig gesammelt und dann unschädlich gemacht werden müssen. Dabei liegt es in der Verantwortung des „Erzeugers“, dafür zu sorgen, dass die Abfälle so gesammelt werden, dass dies möglichst einfach möglich ist. Für Sie bedeutet das: Sie müssen sich bei *jedem* Versuch darüber klar sein, wie Sie mit den dabei entstehenden Abfällen umgehen, *bevor* Sie den Versuch durchführen.

**Informieren Sie sich über die Abfallentsorgung, bevor Sie den Versuch durchführen!**

Schon während der Versuchsdurchführung müssen Sie Fragen zur Abfallentsorgung beantworten können. Die Methoden der Abfallbeseitigung werden im Seminar besprochen, außerdem hängt eine Liste mit häufig benutzten Substanzen aus, in der deren Entsorgung beschrieben wird.

### Abfallbehälter

Listen der im Praktikum benutzten Substanzen hängen aus. Auf diesen ist die Entsorgungsmethode angegeben. Es gibt folgende Möglichkeiten der Abfallbeseitigung im Praktikum: Organische Flüssigkeiten umfasst die Gruppe aller nicht aus Wasser bestehenden Lösungen und Flüssigkeiten. Sie wird weiter unterteilt in halogenfreie und halogenhaltige organische Flüssigkeiten.

**organisch halogenhaltige Flüssigkeiten / Lösungsmittel** Halogenhaltige Flüssigkeiten enthalten Elemente der 7. Hauptgruppe (der Halogene) im Molekül chemisch gebunden oder elementar gelöst. In diesem Praktikum sind das nur Chloroform und die Reinigungsflüssigkeit bei Versuch ???. Diese (und nur diese) Flüssigkeiten werden in den Behälter für halogenhaltige Lösungsmittel gegeben.

**organisch halogenfreie Flüssigkeiten / Lösungsmittel** Alle nichtwässrigen Lösungsmittel außer Chloroform und Tetrachlorkohlenstoff, die in diesem Praktikum benutzt werden und nicht im Ausguss weggespült dürfen

**schwermetallsalzhaltige Waschwässer** In den Abfallbehälter für schwermetallsalzhaltige Waschwässer werden alle wässrigen Rückstände gegeben, die gelöste Bestandteile enthalten, die nicht ins Abwasser gelangen dürfen. Für Einzelheiten schauen Sie auf den ausgehängten Listen nach.

**Ausguss (Waschbecken)** Weggespült werden können von den nichtwässrigen Lösungsmitteln Ethanol, kleine Mengen Aceton, 1-Propanol und 2-Propanol. Wässrige Abfälle, die keine giftigen Substanzen enthalten, können auch weggespült werden. Die im Praktikum benutzten Säuren und Basen an sich sind nicht wassergefährdend, Ausnahme: Ammoniakwasser

**Glasabfälle** Alle scharfkantigen und kontaminierten festen Abfälle

**Filter und Aufsaugmassen** Alle anderen festen Abfälle, die nicht in den Hausmüll gelangen dürfen

**Hausmüll** Feststoffabfälle, die keiner besonderen Entsorgung bedürfen

Die Behälter werden nicht fest zugeschraubt, so dass sich kein Überdruck darin aufbauen kann. Erst wenn die Behälter zur Sammelstelle gebracht werden, werden sie fest verschlossen.

## A.5 Empfohlene Literatur

Die hier aufgeführten Bücher sind in verschiedenen Auflagen in der Lehrbuchsammlung Chemie der Bibliothek vorhanden. (Teilbibliothek Adolf-Reichwein-Str. (Bib AR), Ebene 2)

- G. Jander, E. Blasius, Lehrbuch der analytischen und präparativen anorganischen Chemie, S. Hirzel Verlag, Stuttgart.
- C.E. Mortimer, Chemie - Das Basiswissen der Chemie; mit Übungsaufgaben, Georg Thieme Verlag, Stuttgart.
- P.W. Atkins, Chemie, einfach alles, VCH, Weinheim.
- Autorenkollektiv, Organikum, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin.
- E. Riedel, Anorganische Chemie, de Gruyter, Berlin, New York.
- J. A. Campbell, Allgemeine Chemie, VCH, Weinheim.
- H. Biltz, W. Klemm, W. Fischer, Experimentelle Einführung in die Anorganische Chemie, de Gruyter, Berlin, New York.

Sie sollten sich möglichst bald darin üben, Bücher im Onlinekatalog<sup>7</sup> der Bibliothek und danach auch in der Bibliothek selbst zu finden.

Wenn Sie noch gar keine praktische Erfahrung im Labor haben, ist das Buch „Chemisches Grundpraktikum im Nebenfach“ von R. Göttlich, S. Schindler und P. Rooshenas, Verlag Pearson besonders empfehlenswert. Die in diesem Script nur angerissenen Grundlagen werden dort ausführlicher behandelt.

---

<sup>7</sup><http://obelix.ub.uni-siegen.de/>



## B Theoretische Grundlagen

In diesem Kapitel werden einige Themen behandelt, die in der naturwissenschaftlichen Praxis von Bedeutung sind. Obwohl versucht wird, möglichst allen Vorkenntnissen gerecht zu werden, kann nicht alles von Anfang an erklärt werden. An diesem Punkt ist es sinnvoll, darauf hinzuweisen, dass Sie ein Studium an einer Universität begonnen haben, also schon die „allgemeine Hochschulreife“ besitzen. (Sonst hätten Sie sich ja nicht einschreiben können.) Das bedeutet, dass viele Inhalte des Schulunterrichts, den Sie genossen (oder erduldet, je nachdem . . .) haben, hier als bekannt vorausgesetzt werden. Das gilt insbesondere für Kenntnisse, die nicht im Chemieunterricht, sondern in Mathematik und Physik behandelt wurden.

Einige dieser Fähigkeiten, die hier nicht wiederholt werden können, obwohl dabei regelmäßig Schwierigkeiten auftreten, betreffen das Hantieren mit Zahlen und Buchstaben. Aus diesem Grund werden von der Universität Brückenkurse in Mathematik und Physik angeboten, die in den Wochen vor Vorlesungsbeginn stattfinden. Wenn Sie dieses Skript in der Papierversion lesen, sind diese Kurse aber wahrscheinlich schon beendet. Sollten Sie gerade die Onlineversion lesen, weil Sie sich für ein Studium interessieren: Nutzen Sie die Gelegenheit und besuchen Sie so viele studienvorbereitende Brückenkurse wie möglich!

Falls Sie im Bereich Rechnen Schwierigkeiten haben, sollten Sie Ihre Defizite möglichst bald aufarbeiten. In der Bibliothek finden Sie zahlreiche Bücher, die Ihnen dabei helfen können. Beispiele:

- U. Hillebrand, Stöchiometrie, Springer Verlag.
- W. Kullbach, Mengenberechnungen in der Chemie, Verlag Chemie.
- W. Wittenberger, Rechnen in der Chemie, Springer Verlag.
- Autorenkollektiv: Lehr- und Übungsbuch Mathematik, Verlag Harry Deutsch

Auch im Netz finden Sie zahlreiche Seiten, die sich mit dem Thema auseinandersetzen oder Skripte dazu anbieten. Hier sei nur auf die Seite [math1.de](http://www.math1.de) verwiesen, die die Schulmathematik der ersten 11 Jahre abdeckt.

Einige Konzepte werden im Verlauf des Praktikums schon früher benötigt, als sie in der Vorlesung behandelt werden. Diese Konzepte werden im Grundlagenteil kurz erläutert.

In der Online-Version dieses Skripts<sup>1</sup> sind einige Begriffe mit der deutschsprachigen Wikipedia verlinkt. In der gedruckten Version, die Sie in der Vorbesprechung erhalten haben, sind diese Links nicht markiert.

---

<sup>1</sup>zu finden unter <http://www.chemie-biologie.uni-siegen.de/pc/lehre/allcp/>

## B.1 Physikalische Größen

### B.1.1 Allgemeines

Aus dem täglichen Leben kennen Sie sicher schon einige physikalische Größen: zum Beispiel die Länge mit der Einheit Meter (m) oder die Masse mit den Einheiten Gramm (g) oder Kilogramm (kg). Diese nennt man Basiseinheiten, weil sie sich nicht noch weiter in andere Einheiten zerlegen lassen. Einheiten können auch aus mehreren Basiseinheiten zusammengesetzt sein: Eine Geschwindigkeit wird oft in Kilometer pro Stunde (km/h, oft etwas ungenau als Stundenkilometer bezeichnet) oder in Meter pro Sekunde (m/s) gemessen. Physikalische Größen setzen sich aus einem Zahlenwert und der dazugehörigen Einheit zusammen. Die Einheiten können für ein und dieselbe Größe unterschiedlich sein: Eine Stunde (1 h), 60 Minuten (60 min) und 3600 Sekunden (3600 s) beschreiben dieselbe Zeitspanne.

Oft wird für eine physikalische Größe ein einheitliches Größensymbol benutzt. Für die Zeit wird  $t$ , für das Volumen  $V$ , für die Geschwindigkeit  $v$  benutzt usw. Größensymbole werden in gedruckten Dokumenten *kursiv* gesetzt, die Einheiten jedoch aufrecht: „Eine Masse von  $m$  g ...“. Für die Einheit Liter werden verschiedene Symbole eingesetzt: Man findet L, l, dm<sup>3</sup> und manchmal auch  $\ell$ . Weil l (kleines L) und 1 (eins) leicht zu verwechseln sind, wird heute die Schreibweise L bevorzugt und auch hier im Skript verwandt. Die Größensymbole für weniger bekannte Größen sind in verschiedenen Lehrbüchern oft unterschiedlich belegt.

Sollen sehr große oder sehr kleine Werte beschrieben werden, können sogenannte Vorsätze benutzt werden: Für eine Länge von 0,001 m kann man auch 1 mm (Millimeter) schreiben, für 1000 g auch 1 kg (Kilogramm). Die wichtigsten Vorsätze sind in Tabelle B.1 aufgeführt.

Veraltet, aber noch in vielen nicht mehr ganz neuen Büchern zu finden ist die Längeneinheit Ångström (Å). 1 Å entspricht einer Länge von  $10^{-10}$  m oder 0,1 nm. Diese Länge entspricht typischen Atomradien oder Gitterabständen im Kristallgitter, daher findet man sie noch häufig in älteren Büchern. Da sie nicht zum SI-Einheitensystem gehört, taucht sie in neuerer Literatur nicht mehr auf.

Name	Abk.	Wirkung
Pico	p	$\cdot 10^{-12}$
Nano	n	$\cdot 10^{-9}$
Mikro	$\mu$	$\cdot 10^{-6}$
Milli	m	$\cdot 10^{-3}$
Centi	c	$\cdot 10^{-2}$
Dezi	d	$\cdot 10^{-1}$
Deka	da	$\cdot 10^1$
Hekto	H	$\cdot 10^2$
Kilo	k	$\cdot 10^3$
Mega	M	$\cdot 10^6$
Giga	G	$\cdot 10^9$

**Tab. B.1:** SI-Vorsätze für Maßeinheiten

### B.1.2 Umrechnung von physikalischen Größen

Physikalische Größen können durch Division oder Multiplikation miteinander verrechnet werden und ergeben dann eine neue physikalische Größe. Diese ist dann keine Basisgröße mehr, sondern eine zusammengesetzte Größe: Geschwindigkeit ist die zurückgelegte Strecke pro Zeit, eine mögliche, daraus resultierende Einheit ist Meter pro Sekunde (m/s). Auch hier können wieder verschiedene Einheiten für die gleiche physikalische Größe benutzt werden.

Aus dem Alltag kennen Sie vielleicht eher die Einheit Kilometer pro Stunde (km/h) für die Geschwindigkeit. Man kann verschiedene Einheiten ineinander umrechnen, wenn sie dieselbe physikalische Größe beschreiben.

$$1 \text{ km / h} = \frac{1 \text{ km}}{1 \text{ h}} \cdot \underbrace{\frac{1000 \text{ m}}{1 \text{ km}}}_{=1} \cdot \underbrace{\frac{1 \text{ h}}{3600 \text{ s}}}_{=1} = 0,278 \text{ m / s} \quad (\text{B.1})$$

Hier wurden die Größen in eine andere Einheit umgerechnet und der entstehende Bruch dann gekürzt. In die andere Richtung geht das natürlich genauso:

$$1 \text{ m / s} = \frac{1 \text{ m}}{1 \text{ s}} \cdot \underbrace{\frac{1 \text{ km}}{1000 \text{ m}}}_{=1} \cdot \underbrace{\frac{3600 \text{ s}}{1 \text{ h}}}_{=1} = 3,6 \text{ km / h} \quad (\text{B.2})$$

Bei Einheiten, die durch Division entstanden sind, wird entweder ein Bruchstrich hingeschrieben (m/s) oder an das im Nenner stehende Symbol der Exponent „<sup>-1</sup>“ angehängt (m s<sup>-1</sup>). Beide Schreibweisen sind richtig und üblich.

Eine wichtige Rechenregel: Sie dürfen verschiedene Größen multiplizieren und dividieren, aber *niemals* addieren oder subtrahieren! (Wie viel ist 1 kg - 25 °C?) Einzige Ausnahme: Temperaturdifferenzen in Kelvin (K) und Grad Celsius (°C) sind äquivalent (gleichwertig).

Die im Praktikum benötigten Größen, die Sie nicht aus dem täglichen Leben kennen können, werden kurz vorgestellt. Eine ausführlichere Einführung wird in den Vorlesungen erfolgen.

### B.1.3 Temperatur

Die Temperatur kennen Sie wohl schon, z. B. aus dem Wetterbericht. In Mitteleuropa wird die Temperatur üblicherweise in Grad Celsius gemessen. Die Celsiusskala beruht auf Eigenschaften des Wassers: Bei 0 °C schmilzt Wasser, bei 100 °C siedet es<sup>2</sup>. In den Naturwissenschaften ist eine weitere Temperaturskala wichtig: die Kelvinskala. Die Temperatur in Kelvin wird auch absolute Temperatur genannt, da sie als Nullpunkt die tiefste Temperatur hat, die theoretisch möglich ist. Die Skalenteilung ist identisch mit der Celsiusskala: Angaben zu Temperaturdifferenzen sind also gleich. Temperaturangaben in Kelvin ( $T$ ) und Grad Celsius ( $\theta$ )<sup>3</sup> lassen sich ineinander umrechnen:  $\theta \text{ °C} + 273,15 = T \text{ K}$

### B.1.4 Stoffmenge und verwandte Größen

Die **Stoffmenge** mit dem Größensymbol  $n$  hat die Einheit Mol und beschreibt die Teilchenzahl. Da die Teilchen, mit denen in der Chemie hantiert wird<sup>4</sup>, sehr klein sind, wurde die Anzahl Teilchen in einem Mol so gewählt, dass sie einer Menge entspricht, mit der im Labor bequem gearbeitet werden kann. Aus historischen Gründen ist das leider eine sehr „krumme“ Zahl: Ein Mol enthält  $6,022 \cdot 10^{23}$  Teilchen. Dieser Proportionalitätsfaktor wird als Avogadro-Konstante bezeichnet und durch das Symbol  $N_A$  abgekürzt:  $N_A = 6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$  (Teilchen pro Mol).

<sup>2</sup>unter Normaldruck

<sup>3</sup> $\theta$  (sprich: theta): griech. Buchstabe, wird als Symbol für die Temperatur in Grad Celsius verwandt.

<sup>4</sup>Atome und Moleküle

So ergeben sich gut handhabbare Mengen: ein Mol Kohlenstoff wiegt 12 g, ein Mol Natrium 23 g<sup>5</sup>.

Damit sind wir schon bei der nächsten Größe: Die **molare Masse** mit dem Größensymbol  $M$  und der Einheit g/mol gibt an, wie groß die Masse eines Mols einer bestimmten Teilchenart ist. Bei Molekülen werden die molaren Massen der Atome addiert. Die molare Masse von Wasser (H<sub>2</sub>O) berechnet sich damit nach  $2 \cdot 1 \text{ g/mol} + 16 \text{ g/mol}$  zu 18 g/mol.

Genauso gibt es das **molare Volumen**, früher auch Molvolumen genannt. Es gibt an, welches Volumen ein Mol eines Stoffes einnimmt. Hier muss aber noch angegeben werden, bei welchen Bedingungen das gilt, da sich das Volumen, besonders bei Gasen, mit Druck und Temperatur ändert. Daher bezieht sich das molare Volumen auf Normalbedingungen ( $p_n = 1,01325 \text{ bar}$ ,  $T_n = 273,15 \text{ K} = 0^\circ\text{C}$ ).

Die Stoffmenge tritt in vielen zusammengesetzten Größen auf. Die Stoffmengenkonzentration oder **Molarität**  $c$  (meist nur **Konzentration** genannt) hat die Einheit mol/L und gibt die Anzahl einer bestimmten Teilchensorte in einem Volumen an. In einer Lösung von Zucker in Wasser mit der Konzentration 1 mol/L sind also  $6,022 \cdot 10^{23}$  Zuckermoleküle in einem Liter Zuckerlösung<sup>6</sup>. Man sagt dazu auch: Das ist eine „ein molare Zuckerlösung“, oder: Die Lösung ist „ein molar“ an Zucker. Als Abkürzung für mol/L wird M benutzt.

Gelegentlich ist es sinnvoll, die Konzentration nicht auf das Volumen, sondern auf die Masse des Lösungsmittels zu beziehen. (Das Volumen einer Flüssigkeit ändert sich mit der Temperatur, die Masse nicht!) Die auf die Masse bezogene Konzentrationsangabe wird als **Molalität** bezeichnet und in diesem Skript durch das Symbol  $\bar{m}$  dargestellt<sup>7</sup>. Sie ist der Quotient aus der Stoffmenge  $n$  des gelösten Stoffes durch die Masse  $m$  des Lösungsmittels:

$$\bar{m} = \frac{n}{m} \quad (\text{B.3})$$

Eine weitere Konzentrationsangabe ist der **Stoffmengenanteil**, früher auch Molenbruch genannt. Dieser ist der Quotient aus der interessierenden Stoffmenge  $n_i$ , geteilt durch die Summe aller Stoffmengen der Mischung

$$x_i = \frac{n_i}{\sum n_j} \quad , \quad (\text{B.4})$$

wobei der Zähler  $j$  über alle Komponenten der Mischung läuft. Das Zeichen  $\Sigma$  symbolisiert in der Mathematik das Aufsummieren.

### B.1.5 Elektrische Größen

Nicht direkt chemiespezifisch sind einige Größen aus der Elektrizitätslehre, trotzdem werden sie benötigt: Die **elektrische Spannung**  $U$  wird in der Einheit Volt (V) gemessen. Sie beschreibt, wie groß die Potentialdifferenz zwischen zwei verschiedenen elektrischen Potentialen ist. Die **Stromstärke**  $I$  hat die Einheit Ampere (A). Damit wird angegeben, wie viele Träger einer Elementarladung (Elektronen oder Ionen) pro Zeit fließen.

<sup>5</sup>Die hier angegebenen Werte stimmen nicht exakt, sondern sind auf volle Gramm gerundet.

<sup>6</sup>und *nicht* in einem Liter Wasser!

<sup>7</sup> $\bar{m}$  spricht man: m quer

Multipliziert man die Stromstärke mit der Zeit, die der Strom fließt, erhält man die Menge der Ladungsträger, die geflossen sind. Das Ergebnis wird Ladung genannt. Die Einheit für die Ladung ist die Amperesekunde (A s). Eine Amperesekunde wird auch als ein Coulomb bezeichnet ( $1 \text{ A s} = 1 \text{ C}$ ).

Der **elektrische Widerstand**  $R$  mit der Einheit Ohm ( $\Omega$ ) beschreibt den Zusammenhang zwischen Spannung  $U$  und Stromstärke  $I$  in einem Stromkreis:  $U = R \cdot I$ .

## B.2 Messwerte und Messfehler

Ein Messwert ist eine physikalische Größe und besteht aus einem Zahlenwert und der dazugehörigen Einheit, z.B. 1 m für eine Länge oder 2,5 kg für eine Masse. Die Einheit ist fest mit der Zahl verbunden. Gewöhnen Sie sich an, die Einheit immer mit aufzuschreiben, damit Sie bei der Auswertung des Versuchs nicht raten müssen, welche Einheit der Messwert hatte, den Sie notiert haben. Notierte Messwerte, bei denen die Einheit fehlt, werden bei der Durchsicht der Protokolle durch die Betreuer als falsch gewertet.

Jede Messung ist fehlerbehaftet. Die Gründe dafür sind vielfältig. Ein möglicher Grund ist die falsche Handhabung von Messgeräten. Wir wollen hier aber nicht die Fehlervermeidung diskutieren (das geschieht bei der Erklärung der Geräte) sondern den Umgang mit und das Erkennen von Messfehlern.

Es sollte immer abgeschätzt werden, wie groß der Fehler bei einem Experiment ist, da er bei der Angabe des Ergebnisses berücksichtigt werden muss. Je kleiner der Messfehler, desto genauer kann das Ergebnis eines Experiments angegeben werden.

### B.2.1 Fehlerarten

Fehler werden nach ihrer Entstehung und ihrer Art in drei Gruppen unterteilt:

**grobe Fehler** entstehen durch mangelnde Sorgfalt bei der Arbeit oder durch Rechenfehler bei der Durchführung. Sie machen sich als Ausreißer in einer Messreihe bemerkbar. Deutliche Ausreißer können bei der Auswertung weggelassen werden. Auf einen oder mehrere weggelassene Ausreißer bei der Auswertung muss aber hingewiesen werden!

**systematische Fehler** sind solche, die auf schlechte Konstruktion des Messgerätes beruhen (z.B. fehlerhafte Graduierung oder schief stehende Waagen) oder konsequente Fehlbedienung (Tara an einer Waage stets falsch eingestellt oder auf **In** justierte Gefäße zum Abmessen einer auszugießenden Flüssigkeitsmenge benutzt). Systematische Fehler führen zu wiederholt ähnlichen Abweichungen.

**zufällige Fehler** schwanken regellos in Richtung und Betrag, der wahre Wert liegt innerhalb des Schwankungsbereichs. Zufällige Fehler werden oft durch Schwankungen der Messwerte oder Fehler beim Ablesen verursacht. Bei stark schwankenden Messwerten wird ein Mittelwert geschätzt und die Schwankung als  $\pm$ -Wert dahinter notiert. Zufällige Fehler können durch Mittelwertbildung verringert werden: Man führt mehrere Messungen durch, addiert die Werte und dividiert durch die Anzahl der Messungen.

### B.2.2 absolute und relative Fehler

Der absolute Fehler gibt an, wie groß der Fehler in Einheiten der gemessenen Größe ist (z.B. bei der Volumenmessung ein Fehler von 0,3 mL). Den relativen Fehler erhält man, wenn der absolute Fehler durch den gemessenen Wert geteilt wird (z. B. 1 mL Messfehler beim Abmessen von 100 mL: relativer Fehler von 0,01 bzw. 1%.) Von größerer Bedeutung ist der relative Fehler: Ein Fehler von 1 mL beim Abmessen von 1 L ist recht klein, beim Abmessen von 5 mL aber katastrophal.

### B.2.3 Genauigkeit und Präzision

Unter Präzision versteht man das Ausmaß der Abweichungen der Messwerte voneinander, unter Genauigkeit die Übereinstimmung der Messwerte mit dem tatsächlichen Wert. Wenn bei der wiederholten Bestimmung einer Masse von 16 g Werte von 14,6 g / 14,5 g / 14,7 g / 14,6 g gemessen werden, ist die Messung zwar präzise (alle Messwerte liegen innerhalb eines kleinen Bereichs) aber ungenau (der korrekte Wert liegt nicht innerhalb der Streuung der Messwerte).

### B.2.4 signifikante Stellen

Signifikante Stellen wird die Anzahl Ziffern in einer Zahl genannt, die zum Zahlenwert der Größe einen Beitrag leisten. Das ist bei führenden Nullen nicht der Fall. Die Zahl 1,23 hat 3 signifikante Stellen, die Zahl 0,0123 ebenso. 0,0123 kann man auch als  $1,23 \cdot 10^{-2}$  schreiben. Wenn Sie beispielsweise eine Masse von 0,65 kg gemessen haben (2 signifikante Stellen), dürfen Sie das Ergebnis nicht als 650 g hinschreiben, denn das würde bedeuten, dass Sie auch die dritte Stelle sicher bestimmt haben. Falls Sie das Ergebnis in Gramm angeben wollen, müssen Sie  $6,5 \cdot 10^2$  g hinschreiben. Diese Schreibweise wird auch Exponentialdarstellung genannt. Sie gestattet sowohl das schnelle Vergleichen von Größenordnungen als auch die Anzahl der signifikanten Stellen verschiedener Werte.

Bei Messergebnissen dürfen nicht mehr signifikante Stellen angegeben werden als tatsächlich sicher bestimmt wurden. Für dieses Praktikum reicht es, die Anzeige der Messgeräte als genau anzusehen. Falls die Anzeige schwankt oder wandert, muss dies mit angegeben werden. Für „ernsthafte“ wissenschaftliche Arbeit müssten Sie sich zuerst gründlich mit den Messgeräten beschäftigen: In der Bedienungsanleitung nachlesen, welche absoluten und relativen Fehler der Hersteller angibt und dann nachprüfen, ob diese tatsächlich von dem Messgerät eingehalten werden.

## B.3 Berechnung von Verdünnungen

Um aus einer Lösung mit gegebener Konzentration eine mit geringerer Konzentration herzustellen, muss eine definierte Menge reinen Lösungsmittels zugegeben werden. Eine von vielen Möglichkeiten, die zuzugebende Menge Lösungsmittel zu berechnen, ist die Folgende:

Die in einer Lösung mit bekannter Konzentration vorhandene Stoffmenge  $n$  der gelösten Substanz erhält man nach

$$n = c \cdot V \quad (\text{B.5})$$

Gibt man zu der Lösung eine beliebige Menge reines Lösungsmittel zu, ändert sich die Stoffmenge der gelösten Substanz nicht. Es gilt vor der Verdünnung

$$n = c_1 \cdot V_1 \quad (\text{B.6})$$

und nach der Verdünnung

$$n = c_2 \cdot V_2 \quad (\text{B.7})$$

Man kann (B.6) und (B.7) gleichsetzen

$$c_1 \cdot V_1 = c_2 \cdot V_2 \quad (\text{B.8})$$

und nach  $V_1$  umstellen

$$V_1 = \frac{c_2 \cdot V_2}{c_1} \quad (\text{B.9})$$

$c_1$  ist die Ausgangskonzentration,  $c_2$  die einzustellende Konzentration. Als  $V_2$  wählt man das Volumen des Messkolbens (s. Abb. B.1, S. 25), in dem verdünnt wird. Damit kann man  $V_1$  ausrechnen: das vorzulegende Volumen der Lösung mit der Ausgangskonzentration  $c_1$ . Zum Abmessen von  $V_1$  nimmt man eine Mess- oder Vollpipette oder bei wiederholtem Abmessen derselben Lösung eine Bürette.

Das Volumen  $V_2$  muss durch Auffüllen eines Gefäßes mit dem Volumen  $V_2$  erreicht werden. Es reicht nicht, einfach die Differenz  $V_2 - V_1$  zu  $V_1$  zuzugeben. Die Begründung dafür erhalten Sie, wenn Sie Versuch 7.3 gemacht haben und darüber nachdenken. Das erklärt auch, warum das Mischungskreuz nur für Rechnungen mit der Masse der Lösungsmittel, aber nicht für die Volumina eingesetzt werden kann.

## B.4 Messgeräte

In diesem Abschnitt wird der Umgang mit den diversen Messgeräten und Laborutensilien, mit denen Sie im Praktikum arbeiten werden, beschrieben. Lesen Sie diesen Abschnitt zu Beginn des Praktikums einmal durch und wiederholen Sie das Gelernte nochmals, bevor Sie das Gerät wirklich benutzen. Lesen Sie sorgfältig; sollten trotzdem noch Fragen offenbleiben, können Sie jederzeit einen Betreuer fragen.

### Ablesen von Zeigerinstrumenten

Einige analoge Messgeräte (Zeigerinstrumente) sind mit einer Spiegelskala ausgerüstet. Dabei ist unterhalb des Bereichs, über den der Zeiger läuft, ein Spiegel angebracht. Beim Ablesen des Wertes muss man den Kopf so halten, dass das Spiegelbild des Zeigers genau unterhalb des Zeigers liegt. Nur dann schaut man genau senkrecht auf die Skala und vermeidet Parallaxefehler beim Ablesen. Bei anderen Geräten besteht der Zeiger aus einem dünnen Blechstreifen, der mit der dünnen Seite senkrecht auf der Skala steht. Hier muss man so auf den Zeiger schauen, dass der Zeiger möglichst dünn aussieht.

### B.4.1 Messung der Masse

Im Praktikum stehen zwei oberhalbige Waagen und eine Analysenwaage zur Verfügung. Beim Wiegen wird die Masse des auf die Waage gestellten Objektes bestimmt. Meist ist das aber noch nicht die interessierende Größe: So wird beim Abwiegen von Chemikalien noch ein Gefäß für die Substanz benötigt. Dessen Masse muss von der erhaltenen Masse abgezogen werden. Prinzipiell gibt es dafür zwei Möglichkeiten: die Differenzwägung oder das Trieren der Waage.

Bei der Differenzwägung wird die Masse des leeren Gefäßes bestimmt und von der Masse des Gefüllten abgezogen. Man erhält die Masse des Inhalts.

Beim Trieren der Waage wird deren Nullpunkt auf die Masse des leeren Gefäßes eingestellt (Tara). Dann wird die gewünschte Menge der Substanz in das Gefäß eingefüllt. Die Waage zeigt die Masse des Inhalts an.

Sie werden bemerken, dass letztere Methode nur möglich ist, wenn man vor der Wägung das leere Gefäß zur Verfügung hat (was nicht immer der Fall ist) *und* niemand den auf das Gefäß eingestellten Nullpunkt der Waage verändert. Bei zwei Waagen im Praktikum, die teilweise von bis zu 40 Leuten benutzt werden, ist es recht unwahrscheinlich, dass der Nullpunkt unverändert bleibt, wenn Sie der Waage auch nur kurz den Rücken zudrehen.

Die zu bevorzugende Methode ist also die Differenzwägung. Wiegen Sie das Gefäß und schreiben Sie das Leergewicht (Tara) mit einem wasserfesten Stift auf das Glas oder mit Bleistift auf die weiße, auf das Glas aufgedruckte Feld bei der Skalierung. Notieren Sie das Leergewicht auch in Ihrer Kladder, falls der Wert auf dem Glas unleserlich wird. Mit dieser Methode können Sie auch genauer arbeiten: Falls Substanzen für ein Experiment sehr genau eingewogen werden sollen, geht man wie folgt vor: Gesamtgewicht aus Leergewicht des leeren Glases und Substanz berechnen, Substanz mit Gefäß einwiegen, Substanz zum Experiment zugeben, entleertes Gefäß zurückwiegen. Die Differenz zwischen der Masse des Gefüllten und der Masse des entleerten Gefäßes ist dann die exakte Menge Substanz, die dem Experiment zugegeben wurde, weil die evtl. noch an der Gefäßwand hängengebliebene Substanz berücksichtigt wird. Die Bedienung der verschiedenen Waagen ist bei den Waagen selbst ausgehängt.

Allgemein gilt: Waagen sind Präzisionsinstrumente und müssen sorgfältig behandelt werden, sonst ist es mit der Genauigkeit bald vorbei. Dazu gehört auch, Verunreinigungen sofort nach dem Wiegen wieder zu entfernen!

Die Waagen müssen nivelliert (genau horizontal aufgestellt) werden, wenn der Aufstellort verändert wurde. Das gilt schon dann, wenn die Waage nur etwas verschoben worden ist. Zum Nivellieren ist an der Waage ein konvexes<sup>8</sup> Schauglas angebracht, in dem sich eine Blase in einer Flüssigkeit befindet. An den höhenverstellbaren Füßen der Waage wird diese so justiert, dass sich die Blase im auf dem Glas eingezeichneten Kreis befindet.

---

<sup>8</sup>konvex: nach außen gewölbt, hier: nach oben gewölbt.



### B.4.2 Messung des Volumens



Abb. B.1: Messkolben

Im Unterschrank, den Sie übernommen haben, befinden sich diverse Geräte zur Messung von Volumina: Messzylinder, Messkolben, Messpipette, Vollpipetten und eine Bürette. Nicht geeignet für genaue Volumenmessungen sind Bechergläser und Erlenmeyerkolben, auch wenn diese mit einer Graduierung versehen sind. Gefäße zur Messung von Volumina werden nach festgelegten Normen kalibriert. Die Bedingungen sind auf dem Gefäß aufgedruckt, genaues Arbeiten ist nur möglich, wenn diese Bedingungen eingehalten werden.

Wichtigstes Merkmal ist die Justierung auf **In** oder **Ex**. **In** bedeutet: Die aufgedruckte Flüssigkeitsmenge befindet sich bei korrekter Füllung im Gefäß. Es ist nicht möglich, diese Menge vollständig zu entnehmen, da beim Ausgießen immer etwas an der Gefäßwand hängen bleibt. Auf **In** justierte Gefäße werden benutzt, um genau eingestellte Lösungen herzustellen oder Lösungen zu verdünnen. Die an der Gefäßwand zurückbleibende Flüssigkeit ist bei den auf **Ex** justierten Messgeräten berücksichtigt: Sie enthalten etwas mehr als den aufgedruckten Wert, geben aber, bei korrekter Handhabung, genau die angegebene Menge ab. Um eine Lösung auf ein Zehntel zu verdünnen, würde man also mit einer 10-mL-Vollpipette (auf **Ex** justiert) 10 mL Lösung in einen 100-mL-Messkolben (auf **In** justiert) geben und dann auf 100 mL auffüllen.

Die Justierung der auf **Ex** justierten Geräte stimmt für Wasser. Bei anderen Flüssigkeiten oder wässrigen Lösungen, die andere Benetzungseigenschaften haben, können deutliche Messfehler auftreten.

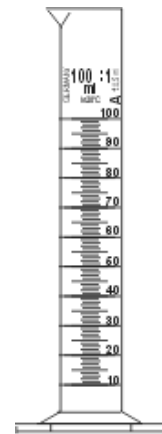


Abb. B.2: Messzylinder

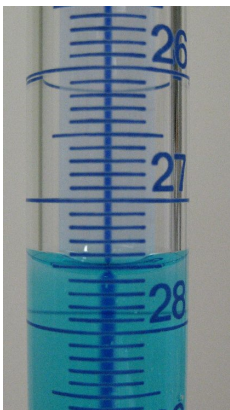


Abb. B.3: Schellbachstreifen an einer Bürette

Büretten dienen der Zugabe vieler kleiner Volumina zu einem Experiment. Durch den Hahn lassen sich mit etwas Übung sehr kleine Flüssigkeitsmengen dosieren. Die Graduierung der Bürette, die Sie in Ihrem Unterschrank vorfinden, läuft von 0-50 mL. Das bedeutet aber nicht, dass Sie immer mit einer vollen Bürette bei 0 mL beginnen müssen. Falls Sie nur wenige Milliliter zugeben wollen: füllen Sie die Bürette nur bis zur Markierung 40 mL und starten Sie von dort. Beim Füllen der Bürette müssen Sie darauf achten, dass innerhalb der Flüssigkeit keine Gasblasen sind und die Flüssigkeit bis zum unteren Ende des Hahns geht. Am Besten füllen Sie etwas mehr Flüssigkeit ein als nötig und lassen diese dann ins Vorratsgefäß ab, bis der passende Füllstand erreicht ist.

Die Markierungen an zylindrischen Gefäßen sind oft ringförmig um das ganze Gefäß herumgeführt, um Ablesefehler durch schräges Draufschauen (Parallaxefehler) zu vermeiden. Bei korrektem Blickwinkel sieht der Ring wie eine Linie aus. Bei Abb. B.3 stimmt der Blickwinkel für den Wert 27. Büretten haben oft einen Schellbachstreifen. Das ist ein farbiger Streifen, der über die gesamte Länge der Graduierung auf der Rückseite der Bürette angebracht ist. Durch die Linsenwirkung des

Meniskus sieht man zwei unterschiedlich breite Dreiecke, deren Spitzen sich berühren. An diesem Berührungspunkt wird der Wert abgelesen.

In Abb. B.3 treffen sich die Spitzen bei etwa 27,5. Die ablesende Person müsste also ihren Kopf noch etwas tiefer halten, um den Parallaxefehler zu reduzieren.

Bei der Dichtebestimmung mit einem Pyknometer (Abb. B.4) werden sowohl das Volumen als auch die Masse bestimmt. Das Füllvolumen ist genau bekannt und auf dem Pyknometer angegeben. Um es möglichst genau einfüllen zu können, ist im eingeschliffenen Stopfen eine Kapillare angebracht. Das aufgedruckte Volumen befindet sich genau dann im Pyknometer, wenn die Kapillare exakt bis zur Oberkante gefüllt ist. Die Differenz aus der Masse des gefüllten und des leeren Pyknometers entspricht der Masse der Füllung. Der Schliff zwischen Stopfen und Gefäß darf nicht gefettet werden.

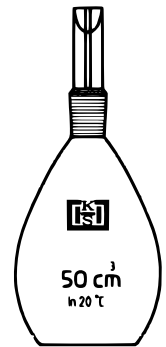


Abb. B.4:  
Pyknometer

### B.4.3 Messung elektrischer Größen

Bei der Spannungsmessung wird die Differenz zwischen zwei elektrischen Potentialen bestimmt. Sie benutzen dazu ein einfaches Digitalmultimeter. Der Name Multimeter lässt es schon vermuten: Man kann damit eine Vielzahl elektrischer Größen bestimmen, daher müssen Sie sowohl die Messkabel richtig anschließen als auch die korrekte Messmethode am Schalter einstellen.

Das Multimeter hat insgesamt vier Eingänge. Ein Anschluss für die Kabel bei der Spannungsmessung ist mit COM (für COMMON, also gemeinsamer Anschluss für alle Messarten), der andere mit dem Symbol „V“ bezeichnet. Diese Anschlüsse benutzen Sie für die Messungen im Versuch 2.1 und die Versuche in Kapitel 9. Der Messbereich sollte am Drehknopf immer auf  $\bar{V}$  für Gleichspannung eingestellt werden,  $\tilde{V}$  dient der Messung einer Wechselspannung.

In Versuch ?? vergleichen Sie über die Messung der Stromstärke die Leitfähigkeit verschiedener Elektrolyte. Das dabei eingesetzte Messgerät ist eine Spannungsquelle, die auf 6 V Gleichspannung eingestellt ist und eine Anzeige für die Stromstärke besitzt. Bei diesem Aufbau darf die Stromstärke als Maß für die Leitfähigkeit genommen werden, wenn alle anderen Versuchsparameter, wie Elektrodenabstand, Eintauchtiefe, Temperatur, Konzentration usw., nicht verändert werden.

## B.5 Versuchsvorbereitung

Die Versuche, die Sie in diesem Praktikum durchführen, sind von sehr unterschiedlichem Umfang und Schwierigkeitsgrad. Besonders bei den aufwändigeren Versuchen sollten Sie sich *vorher* klarmachen

- welche Geräte Sie eventuell ausleihen müssen und welche Chemikalien sie benötigen. Muss für den Versuch eine unbekannte Substanz bestellt werden? In welchem Gefäß

wollen Sie die Substanz(en) transportieren, wenn Sie diese aus der Geräteausgabe abholen?

- ob Sie während des Versuchs etwas berechnen müssen (und dies eventuell schon vor dem Praktikum erledigen können)
- wie die genaue Durchführung abläuft (was müssen Sie, in welcher Reihenfolge, tun?)
- was das Ziel des Versuchs ist (was sollen Sie bestimmen? Welche Messwerte müssen Sie notieren?)

Bei einigen Versuchen müssen Sie ausrechnen, welche Einwaage einer Substanz für eine herzustellende Lösung Sie benötigen oder welche Volumina Sie benötigen, um eine Lösung wie gefordert zu verdünnen. Sie dürfen das schon vor der eigentlichen Praktikumszeit ausrechnen! Eine Freistunde ist mit Praktikumsvorbereitung sinnvoller verbracht als mit Kartenspielen.

Wenn für ein Experiment eine unbekannte Substanz ausgegeben wird und Sie dieses Experiment zu Beginn des Praktikumsstages durchführen wollen, ist es sinnvoll, das mit Namen, Platznummer und Versuchsnummer beschriftete Gefäß schon am Ende des vorherigen Praktikumsstages abzugeben. Sie können dann sicher sein, dass die Substanz zu Beginn des nächsten Praktikumsstages bereitsteht und Sie ohne Wartezeit mit dem Experiment beginnen können.

## B.6 Protokollführung

Die Naturwissenschaft lebt von Experimenten, und bei diesen gibt es einen zentralen Punkt: die Reproduzierbarkeit (Wiederholbarkeit). Experimente müssen von anderen Menschen wiederholbar sein, und die Resultate der Experimente müssen im Rahmen der Messgenauigkeit übereinstimmen. Dies ist nur möglich, wenn die Rahmenbedingungen, unter denen die Versuche durchgeführt werden, bekannt sind. Ein Beispiel: Wahrscheinlich wissen Sie, dass Wasser bei 100 °C siedet. Das ist aber nur bei dem so genannten Normaldruck von  $p_n = 1013$  mbar richtig. In den Hochlagen des Himalaja siedet Wasser bei etwa 80 °C, weil dort der Luftdruck deutlich geringer ist als der Normaldruck. Für das Experiment „Bei welcher Temperatur kocht Wasser?“ ist also die Rahmenbedingung „Umgebungsdruck“ wichtig. Nur wenn diese Rahmenbedingung bekannt ist, ist die Angabe eines Siedepunkts sinnvoll. Das macht sich auch schon in unseren Höhenlagen bemerkbar: Je nach Wetterlage siedet das Wasser in unserem Labor (etwa 340 m über NN) zwischen 96 °C und 100 °C, denn auch das Wetter mit seinen Hoch- und Tiefdruckgebieten beeinflusst den Siedepunkt.

Um die Wiederholbarkeit zu gewährleisten, werden die Bedingungen, unter denen ein Experiment durchgeführt wird, im Versuchsprotokoll dokumentiert. Hier gilt: so viel wie nötig, so kurz wie möglich. Diesen Spagat zu bewältigen ist nicht ganz einfach. Deshalb sollen Sie hier üben, gute Protokolle zu schreiben. Der Umfang eines Protokolls hängt vom Experiment ab: Je komplexer das Experiment, desto länger das Protokoll. Die Versuche im Praktikum gehören zur einfacheren Sorte, sie können also recht kurze Protokolle schreiben. Gehen Sie der Einfachheit halber davon aus, dass Umgebungsbedingungen nur bei der Bestimmung der Siedepunkte von Flüssigkeiten die Versuchsergebnisse beeinflussen.

### B.6.1 Aufbau eines Protokolls

In der Vorbesprechung zum Praktikum haben Sie mit diesem Skript ein Laborbuch (Kladde) erhalten. Im Laborbuch werden Beobachtung, Messwerte und/oder Nebenrechnungen notiert und testiert. Ins Laborbuch schreiben Sie auch Ihre Protokolle inklusive aller Auswertungen. Lassen Sie für jedes Experiment ausreichend Platz, damit Sie die Auswertung eintragen können.

Die Blätter (nicht die Seiten!) der Kladde werden *oben rechts* nummeriert. Das müssen Sie selbst erledigen. Sie sollen keine Seiten herausreißen oder einen „Tintenkiller“ verwenden: Falls Sie etwas falsch aufgeschrieben haben, streichen Sie es durch und schreiben es neu. Der Hintergrund ist, dass die Bedingungen der Versuchsdurchführung möglichst genau dokumentiert werden sollen. Deswegen sollen Sie Nebenrechnungen auch im Laborbuch durchführen, um bei „seltsamen“ Ergebnissen nachprüfen zu können, wo der Fehler liegen könnte.

Wenn die Messwerte nochmals „ins Reine“ geschrieben werden, gehen evtl. wichtige Randnotizen und Kleinigkeiten schnell verloren.

Das Protokoll soll Folgendes enthalten:

**Überschrift:** Titel (Problemstellung oder Bezeichnung des Versuchs) und Datum

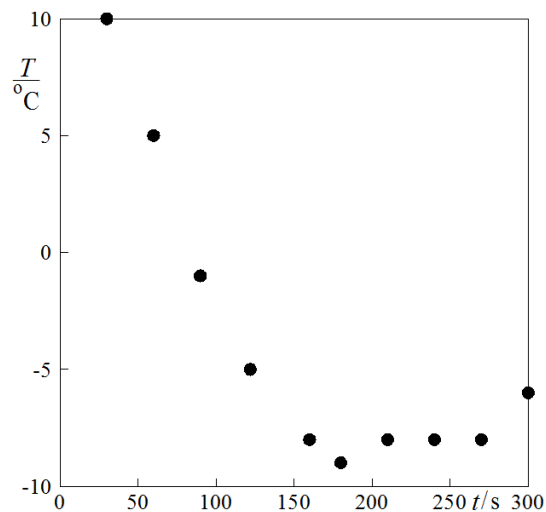
**Durchführung und Beobachtungen:** Was wurde gemacht? Welche Geräte bzw. Apparaturen wurden benutzt? Bei komplizierteren Apparaturen ist eine einfache Skizze hilfreich. In die Durchführung gehören auch Nebenrechnungen, die nötig waren, z. B. Berechnung einer einzusetzenden Masse. Hier soll *nicht* eine Abschrift der Arbeitsvorschrift aus dem Skript stehen, Abweichungen von der im Skript vorgegebenen Arbeitsweise aber sehr wohl! Nehmen Sie sich die Zeit, aufzuschreiben, was Sie gemacht haben, kurz, nachdem Sie es gemacht haben. Weiterhin Beobachtungen und Messwerte, die während des Versuchs aufgenommen wurden. (Originalmessprotokoll mit Testat)

**Auswertung:** Ergebnisse und Diskussion der Ergebnisse. In der Auswertung sollen alle Aufgaben und Fragen bearbeitet werden, die bei den jeweiligen Versuchen aufgeführt sind, sowie (falls Messwerte vorhanden sind) die grafische Auswertung von Messwerten und eine *kurze* Diskussion möglicher Fehlerquellen: Wie genau sind die erhaltenen Werte?

Durchführung und Beobachtungen können oft gut in einem Text geschrieben werden, sie müssen nicht unbedingt als zwei einzelne Punkte aufgeführt werden.

### B.6.2 Grafische Darstellungen

Diagramme von Messwerten, also die grafische Darstellung von Messergebnissen, werden heute üblicherweise mit Hilfe von Computern erstellt. Ob Sie das tun wollen und den Ausdruck dann in das Laborbuch einkleben, ist Ihnen freigestellt. Lehrreicher ist es, wenn Sie die Diagramme von Hand auf kariertem Papier oder Millimeterpapier erstellen. Es sind jedoch einige Regeln zu beachten. Bevor ein Diagramm gezeichnet wird, muss eine sinnvolle Wahl der Skalierung (Skalenanfang und -ende, Skalenteilung) der Achsen getroffen werden. Sollen z. B. Temperaturen im Bereich von 40-50 °C auf eine der Achsen aufgetragen werden, so ist es nicht sinnvoll, die Skalierung von 0-60 °C laufen zu lassen. Die Skalierung für diese Achse sollte auch nur von 40-50 °C gewählt werden, oder von 35-55 °C, wenn noch Platz für Anmerkungen oder Ausreißer<sup>9</sup> sein soll.



**Abb. B.5:** Grafische Darstellung von Messwerten: Temperaturkurve ( $T$  gegen  $t$ )

- Die unabhängige Variable<sup>10</sup> wird auf der x-Achse aufgetragen, die Abhängige<sup>11</sup> auf der y-Achse.
- Die Achsen müssen beschriftet werden, d. h. sowohl Zahlenwerte als auch Einheiten werden an die jeweilige Achse geschrieben.
- Zur Unterscheidung verschiedener Kurven innerhalb eines Diagramms können verschiedene Farben oder verschiedene Stricharten eingesetzt werden.
- Die Messwerte müssen klar als Punkte erkennbar sein, auch wenn Sie durch eine Linie verbunden wurden. Man kann sie als Kreuze, Kreise oder Dreiecke eintragen, um verschiedene Messreihen zu unterscheiden. Eine Verbindungslinie soll aus dem theoretischen Hintergrund des Experiments hervorgehen. Bei einem linearen Zusammenhang zwischen den Werten muss die Verbindungslinie eine Gerade sein (z. B. in Versuch 4.3). Bei Temperaturkurven dürfen die Punkte mit einer frei Hand gezeichneten Linie verbunden werden, aber *nicht* durch viele einzelne Geraden (z. B. in Versuch ??).

<sup>9</sup>Ein Ausreißer ist ein Messwert, der deutlich von allen anderen abweicht und sehr wahrscheinlich ein grober Messfehler ist. S. Abschnitt B.2.1

<sup>10</sup>Der vorgegebene Wert, z. B. die Konzentration bei Versuch 4.3

<sup>11</sup>Der gemessene Wert, z. B. die Extinktion bei Versuch 4.3

**Teil II**

**Experimenteller Teil**

# 1 Einfache Laborarbeiten

Zu diesem Kapitel sind keine Protokolle und Auswertungen anzufertigen, es geht um grundlegende Handgriffe bei der täglichen Laborarbeit. Der Inhalt dieses Kapitels kann trotzdem im Kolloquium zu Kapitel 2 mit abgefragt werden. Die Glasgeräte, die Sie in den Versuchen 1.4, 1.5, 1.6 herstellen, werden Sie später für verschiedene Versuche benutzen können.

## 1.0.3 Unterweisungsdokumentation einkleben

Kleben Sie die Unterweisungsdokumentation in Ihr Laborbuch ein, und zwar auf die Innenseite des hinteren Umschlagsblattes. Das wird im ersten Kolloq kontrolliert.

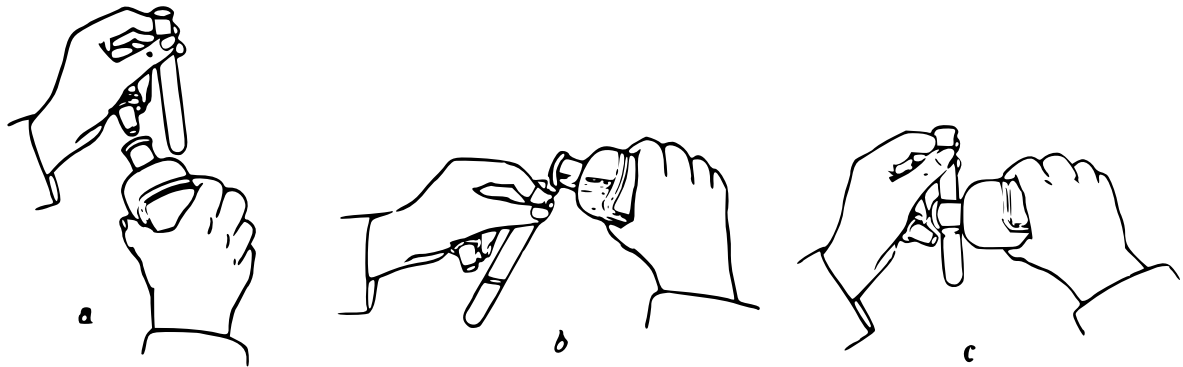
## 1.1 Aufbewahren und Umfüllen von Reagenzien

### 1.1.1 Material der Gefäße

Zur Aufbewahrung von Reagenzien dienten früher fast ausschließlich Glasgefäße, für Flüssigkeiten solche mit engen, für feste Stoffe mit weitem Hals. Da Kork- und Gummistopfen den Flascheninhalt leicht verunreinigen können, sind eingeschliffene Glasstopfen unbedingt vorzuziehen. Glas wird von neutralen und sauren Flüssigkeiten kaum, merklich aber von alkalisch reagierenden angegriffen und verunreinigt diese; Glasgefäße aus Geräteglas sind widerstandsfähiger, aber nicht vollständig resistent. Zur Aufbewahrung alkalischer Stoffe, z. B. von Natronlauge, Soda- oder Ammoniaklösung, sind Flaschen aus Polyethylen besser geeignet; sie eignen sich wegen ihrer Unzerbrechlichkeit auch zum Transport größerer Mengen. Es ist aber zu beachten, dass Gase wie  $\text{NH}_3$ ,  $\text{HCl}$  und  $\text{CO}_2$  langsam durch Polyethylen diffundieren können und dass die Flaschenwand unter Umständen geringe Mengen organischer Substanz an den Inhalt abgeben kann. Auf eine haltbare und leserliche Beschriftung der Polyethylenflaschen, z. B. unter Verwendung von Spezialetiketten oder einem Filzschreiber mit dauerhaftem Farbstoff, ist besonders zu achten, weil viele sonst übliche Kennzeichnungsverfahren hier versagen. Vor dem Bekleben oder Beschriften muss die betreffende Stelle der Flasche mit Ethanol gereinigt werden.

### 1.1.2 Umfüllen von Flüssigkeiten

Das Eingießen von flüssigen Reagenzien aus einer Flasche in ein Reagenzglas ist eine der kleinen Handhabungen, die der Chemiker besonders häufig auszuführen hat. Hier sollen zwei Vorgehensweisen vorgestellt werden, durch die ein Verschütten der Flüssigkeit sowie das Verschmutzen der Vorratsflasche und ihres Inhalts vermieden werden kann. Die einfachere



**Abb. 1.1:** Ausgießen aus einer Vorratsflasche

Methode erfordert etwas weniger Fingerfertigkeit. Dabei wird der Stopfen von der Flasche abgenommen und mit der Rückseite auf den Labortisch gestellt. Danach wird die Flüssigkeit in das Reagenzglas eingefüllt und das Reagenzglas in den vorbereiteten Ständer gestellt. Mit dem Stopfen der Flasche werden nun Flüssigkeitsreste vom Flaschenhals aufgenommen und der Stopfen wieder auf die Flasche gesteckt. Eleganter ist die in Abbildung 1.1.2 dargestellte Methode.

Dabei ist die Flasche in einer Hand mit vollem Griff so zu fassen, dass die Beschriftung beim Gießen nach oben zeigt. Andernfalls könnte ein herunterlaufender Tropfen die Beschriftung beschädigen. Das Reagenzglas wird mit dem Daumen, Zeige- und Mittelfinger der linken Hand gehalten. Mit den beiden noch freien Fingern und dem Handballen nimmt man den Stopfen von der Flasche und gießt die Flüssigkeit ein, ohne dabei den Rand der Flasche auf den des Reagenzglases aufzusetzen. Berührt man das Reagenzglas, so kann der Rand und damit der Inhalt der Flasche verunreinigt werden, besonders wenn man es gewohnheitsmäßig macht. Das kann bei späterem Gebrauch der Reagenzflüssigkeit zu Fehlern führen. Nach dem Ausgießen der Flüssigkeit hängt am Rand der Flasche oft ein dicker Tropfen. Diesen streicht man nicht am Reagenzglas ab und lässt ihn auch nicht außen an der Flasche herunterlaufen. Man führt den Flaschenrand, ohne dabei die Flasche aus ihrer schrägen Lage wesentlich aufzurichten, an den Hals des Stopfens, streicht hier den Tropfen ab, setzt den Stopfen auf die Flasche und stellt die Flasche zurück auf ihren Platz.

Gewöhnt man sich an diese Art der Ausführung, bleiben die Reagenzien stets sauber, die Flaschen und ihre Beschriftung sowie die Reagenzienregale werden nicht verschmutzt, und es kann niemals vorkommen, dass man einen Stopfen auf eine falsche Flasche setzt. Flaschen ohne aufgebördelten Rand, die heute in den Handel gebracht werden, sind zum Ausgießen kleiner Mengen schlecht brauchbar, weil das Herablaufen von Tropfen an der Außenseite und damit Verschmutzungen unvermeidbar sind.

Bei Versuchen im Reagenzglas ist es oft erforderlich, die Reagenzlösungen tropfenweise zuzusetzen. Mit einiger Übung gelingt dies leicht durch vorsichtiges Neigen der Flasche; zweckmäßig ist es, die verschlossene Flasche vorher einmal umzuschütteln und mit dem



dadurch befeuchteten Stopfen nach dem Öffnen die Stelle des Halses zu benetzen, an der der Tropfen ausfließen soll. In gewissen Fällen sind Tropfpipetten (auch Pasteurpipetten genannt) nützlich.

### 1.1.3 Tropfpipetten

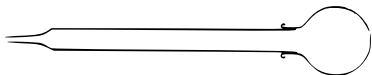


Abb. 1.2: Tropfpipette

Tropfpipetten bestehen aus einem Glasrohr von 4 bis 6 mm lichter Weite und etwa 6 bis 10 cm Länge, das an einem Ende zu einer Verjüngung ausgezogen, abgeschnitten und dann rundgeschmolzen wird, während über das andere Ende ein Pipettenhütchen gezogen wird. Sie müssen nach Gebrauch stets sorgsam gesäubert werden,

was etwas umständlich ist, da dies nur nach Abnahme des Pipettenhütchens durch Ausspülen beider Teile mit destilliertem Wasser sicher gelingt. Das erfordert sehr sauberes Arbeiten, weil jede Verunreinigung der Pipette den ganzen Flascheninhalt unbrauchbar macht.

### 1.1.4 Tropfflaschen

Besser sind Tropfflaschen aus Polyethylen, deren Schraubverschluss (a) eine Tropfkapillare (b) trägt. Bei diesen Flaschen ist die Gefahr einer Verunreinigung geringer. Eine Verwechslung der Verschlusskappen für die Kapillaren wird vermieden, wenn die Kappen (c) mit einem Kunststoffband (d) am Schraubverschluss befestigt sind.

Zur Bestimmung der ungefähren Tropfengröße lässt man je etwa einen Milliliter aus einer Flasche bzw. einer Tropfpipette in einen Messzylinder tropfen und zählt diese dabei.

Führt man Reaktionen durch, bei denen sich beim Zugeben einer Reagenzflüssigkeit Gase entwickeln, so gießt man die Lösung nicht aus der Reagenzienflasche zu, da in diesem Fall die sich entwickelnden Gase häufig den ganzen Inhalt der Flasche verunreinigen. Vielmehr füllt man erst die erforderliche Menge der Flüssigkeit in ein sauberes Reagenzglas und gießt sie von dort in das Reagenzglas mit der zu untersuchenden Substanz oder man verwendet eine Tropfpipette, die nach Gebrauch zu säubern ist.

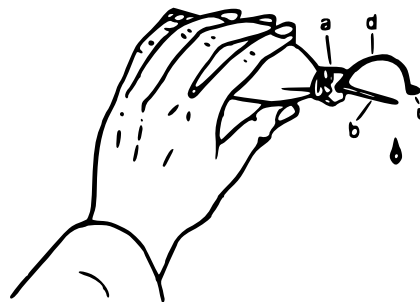


Abb. 1.3: Tropfflasche

### 1.1.5 Umfüllen von Feststoffen

Das Ausschütten von festen Reagenzien aus Flaschen ist nach Möglichkeit zu vermeiden, da man dabei schlecht dosieren kann. Man entnimmt die benötigte Menge vielmehr mit einem sauberen Spatel oder Löffel. Hat man dabei einmal etwas mehr genommen, als benötigt wird, so gibt man den Rest - wenn es sich nicht um besonders teure Substanzen handelt - nicht in die Flasche zurück, sondern in den Abfall. Dies gilt besonders für Substanzen, die auf den

Arbeitstisch gefallen sind. Reste von löslichen Giftstoffen, wie den Cyaniden, dürfen nicht in den Hausmüll gegeben werden, sondern müssen in speziell dafür vorgesehene Abfallflaschen gefüllt oder auf andere Art unschädlich gemacht werden (bitte beim Assistenten rückfragen). Zum Einfüllen pulverförmiger Substanzen in Gefäße mit kleiner Öffnung werden Pulvertrichter verwendet, die einen größeren Querschnitt des Halses aufweisen.

### 1.2 Handhabung des Gasbrenners

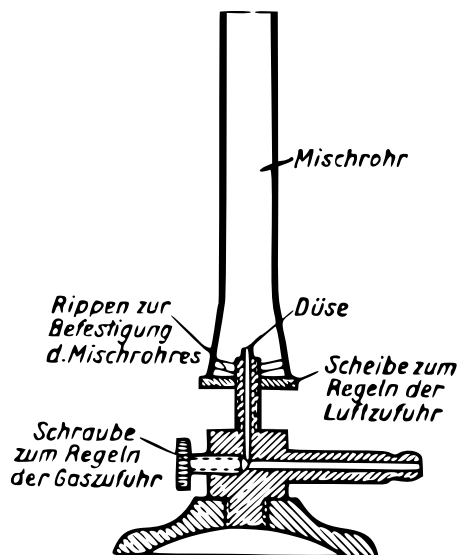


Abb. 1.4: Teclubrenner

Wenn nur kleine Proben z. B. im Reagenzglas erhitzt werden sollen, wie es bei den in diesem Skript beschriebenen einfachen Versuchen meist der Fall ist, benutzt man am besten einen Gasbrenner. Heute werden dazu meist Bunsen- oder Teclubrenner eingesetzt. Der Bunsenbrenner besitzt am unteren Teil des eigentlichen Mischrohrs ein mit Öffnungen versehenes Rohrstück, das so verstellt werden kann, dass der Gasstrom mehr oder weniger große Mengen Luft ansaugt. Das Mischrohr des Teclubrenners (Abb. 1.4) wird am unteren Ende konisch. Der Konus ist offen, die Luftzufuhr kann durch eine Scheibe geregelt werden. Die Scheibe sitzt auf einem Gewinde und kann nach oben und unten geschraubt werden, dadurch lässt sich die Luftmenge im Gemisch einstellen.

#### 1.2.1 Leuchtende Flamme

Stellt man das Gemisch so ein, dass keine Luft eintritt, so erhält man eine gelbe, „leuchtende“ Flamme. Dieses Leuchten rührt daher, dass infolge der ungenügenden Luftzufuhr im Inneren der Flamme eine unvollständige Verbrennung stattfindet. Von den Verbindungen aus Kohlenstoff und Wasserstoff, aus denen das Leuchtgas besteht, vereinigt sich dabei der Wasserstoff leichter mit dem Luftsauerstoff, während der Kohlenstoff im wesentlichen nur am Flammenrand verbrennt. Bei der Flammentemperatur leuchten die vorübergehend gebildeten festen Kohlenstoff- (Ruß-) Teilchen. Infolge dieses Gehalts an unverbrannten, brennbaren Stoffen kann diese Flamme Stoffen, die leicht Sauerstoff abgeben, den Sauerstoff entziehen: sie wirkt schwach reduzierend.

#### 1.2.2 Entleuchtete Flamme

Lässt man dagegen durch die Öffnung Luft Zutreten, so verbrennt auch der Kohlenstoff im Flammeninneren. Da die Flamme jetzt keine glühenden festen Teilchen enthält, leuchtet sie nicht („entleuchtete“ Flamme). In diesem Fall unterscheidet man einen inneren, blauen Kegel und einen äußeren, bei reinem Brenner und staubfreier Luft nahezu farblosen Mantel.

Der innere Kegel ist verhältnismäßig kalt. Hält man ein Stückchen Holz (Streichholz ohne Kuppe) einen Augenblick quer in die Flamme, so verkohlt es nur an den Stellen, mit denen es sich im äußeren Mantel befindet. Da der innere Kegel unverbranntes Gas im Überschuss enthält, wirkt er reduzierend. Besonders geeignet für Reduktionswirkungen ist seine oberste Spitze, weil er an dieser am heißesten ist. Am äußeren Rand des äußeren Kegels ist ein geringer Sauerstoffüberschuss vorhanden; dieser Teil wirkt daher schwach oxidierend, er kann eingebrachten Substanzen Sauerstoff zuführen.

Ist die Luftzufuhr zu groß oder der Gasdruck zu klein, so „schlägt“ der Brenner „zurück“, d. h. die Verbrennung erfolgt im Inneren des Brennerrohrs an der Gaseintrittsdüse. In solchen Fällen muss die Gaszufuhr sofort abgestellt werden, da sonst der Brenner beschädigt wird<sup>1</sup>. Nach dem Erkalten des Brenners stellt man die Luftzufuhr etwas kleiner oder die Gaszufuhr größer. Bei Nichtbenutzung des Brenners lässt man nur die Sparflamme brennen. Ist eine entsprechende Einrichtung am Brenner nicht vorhanden, so stellt man die Luftzufuhr ab und drosselt dann die Gaszufuhr so stark, dass nur noch eine kleine Flamme brennt.

Zum Erhitzen kleiner Reagenzgläser, die zur Vermeidung eines Siedeverzugs um so weniger hoch gefüllt sein dürfen, je enger sie sind, und zum Erwärmen von Objektträgern hält man diese über und nicht in die Sparflamme des Brenners.

**Machen Sie sich mit dem Brenner in Ihrer Ausrüstung vertraut. Üben Sie dessen Bedienung und verstehen Sie, was die einzelnen Bedienelemente bewirken.**

### 1.3 Erhitzen von Flüssigkeiten im Reagenzglas

Beim Erhitzen von Flüssigkeiten im Reagenzglas, besonders wenn ein Bodenkörper vorhanden ist, ist das Reagenzglas immer leicht zu bewegen. Durch diese leichte Schüttelbewegung wird ein Siedeverzug und das damit verbundene Herauskochen der Flüssigkeit aus dem Reagenzglas verhindert. Außerdem werden dadurch die Wände des Reagenzglases innen andauernd mit Flüssigkeit befeuchtet, wodurch eine Überhitzung der Glaswände vermieden wird. Wenn man den Inhalt zum Sieden erhitzen will, soll das Reagenzglas nicht mehr als zu einem Viertel mit Flüssigkeit gefüllt sein; nötigenfalls gießt man in ein größeres Glas um. Soll die Flüssigkeit längere Zeit sieden, z. B. beim Einengen, so sollte man Reagenzgläser von mindestens 16 mm Durchmesser verwenden. Aus Sicherheitsgründen ist darauf zu achten, dass man beim Erhitzen und bei Reaktionen im Reagenzglas die Mündung des Glases niemals auf sich oder andere Personen richtet. Die Holzklammer zum Halten des Reagenzglases ist beim Einengen wichtig, will man nur kurz erwärmen, kann man das Glas auch mit den Fingern fassen.

Im Folgenden wird die Herstellung einfacher Glasgeräte beschrieben, die im chemischen Labor gute Dienste leisten und bei Bedarf selbst angefertigt werden können.

---

<sup>1</sup>Manchmal reicht es, auf den Gasschlauch zu schlagen.

## 1.4 Herstellung von Tropfpipetten

Ein Stück Glasrohr wird auf eine Länge von 25 bis 30 cm zurechtgeschnitten. Zum Abschneiden ritzt man mit einem Glasschneider zunächst an der gewünschten Stelle ein und bricht dann unter schwachem Ziehen auseinander. Zur Vermeidung von Schnittverletzungen sollte das Rohr mit einem Tuch oder Papier umwickelt werden. Bricht das Rohr nicht bei schwachem Ziehen, so muss man die Ritzstelle vertiefen.

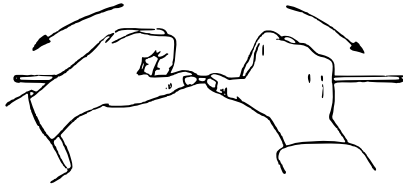


Abb. 1.5: Brechen von Glasrohren

Nach dem Erkalten durchtrennt man im ausgezogenen Teil des Glasrohres und schmilzt die Ränder rund. Über die weiteren Enden können dann Pipettenhütchen gezogen werden.

Die scharfkantigen Bruchstellen des Glases (Verletzungsgefahr) werden unter ständigem Drehen so lange in die Bunsenbrennerflamme gehalten, bis die Kanten rund geschmolzen sind. Dann wird das Glasrohr in der Mitte unter fortwährendem Drehen in der Flamme so lange erhitzt, bis es an der erhitzten Stelle weich geworden ist. Jetzt nimmt man das Glasrohr aus der Flamme und zieht es langsam aus, bis die gewünschte Verjüngung erreicht ist.

## 1.5 Herstellung einseitig geschlossener Glasröhrchen

Man schneidet einige 10 bis 12 cm lange Stücke Glasrohr ab. Ein solches Stück erwärmt man in der Mitte bis zum Erweichen und zieht es sofort auseinander, so dass ein dünnes Glasröhrchen die beiden Seiten verbindet.

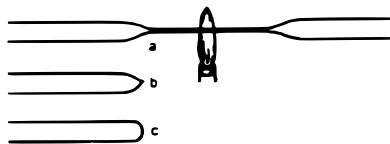
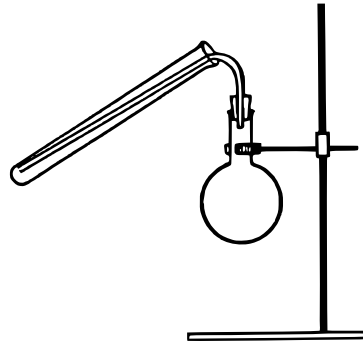


Abb. 1.6: Abschmelzen von Glasröhrchen  
Glas mit einem zweiten Rohrstück entfernen.

Nachdem man die beiden Teile durch Abschmelzen getrennt hat, versucht man durch Drehen in der Flamme die spitzen Enden abzurunden. Wichtig ist, dass das Röhrchen durch eine Rundung von gleichmäßiger Wandstärke verschlossen wird. Gegebenenfalls kann man auch außerhalb der Flamme vorsichtig aufblasen (vorher Kanten rundschmelzen und abkühlen lassen!) oder überschüssiges

## 1.6 Herstellung eines Gaseinleitungsrohres

Ein Glasrohr von ungefähr 20 cm Länge soll in einem Winkel von  $60^\circ$  bis  $70^\circ$  so gebogen werden, dass der eine Schenkel ca. 6 cm und der andere ca. 14 cm lang wird. Ein richtig gebogenes Rohr soll überall gleiche Wandstärke besitzen. Dazu wird das Glasrohr an der Knickstelle zunächst dickwandig gemacht, indem das zur Rotglut erhitzte Rohr etwas gestaucht wird. Dann biegt man unter gleichzeitigem Ziehen. Dabei nimmt der Durchmesser an der Biegestelle ab. Durch vorsichtiges Aufblasen (vorher Kanten randschmelzen und abkühlen lassen!) wird dies ausgeglichen. Hierzu wird das Rohr an einer Seite vorher verschlossen. Abschließend werden die Schnittkanten abgerundet.



**Abb. 1.7:** Apparatur mit Gaseinleitungsrohr

## 1.7 Bohren von Stopfen



Zum Bohren von Stopfen benetzt man den Stopfenbohrer mit etwas Glyzerin oder Natronlauge. Beim Bohren wird der Stopfen auf eine weiche Unterlage (z. B. Holz oder Pappe) gestellt, um die Schneide des Stopfenbohrers nicht zu beschädigen. Eine andere Methode ist in Abb. 1.8 dargestellt: Sie umfassen den Stopfen mit Daumen und Zeigefinger und führen den Bohrer mit der anderen Hand.

Beim Bohren und beim späteren Einsetzen des Glasrohres sollten Arbeitshandschuhe getragen werden, um die Hände vor Verletzungen zu schützen.

**Abb. 1.8:** Bohren von Stopfen mit dem Stopfenbohrer

## 2 Einstellen und Messen von Temperaturen

Die Temperatur spielt in der Chemie eine sehr wichtige Rolle. Um einen Prozess (z. B. Reaktion, Verdampfen, Schmelzen etc.) unter definierten Bedingungen ablaufen zu lassen, muss die Temperatur kontrolliert werden. Dies bedeutet, dass man definierte Temperaturen messen und auch einstellen können muss. Zur Messung werden häufig Flüssigkeitsthermometer oder Thermoelemente eingesetzt.

Ein Thermoelement besteht aus drei Drähten zweier verschiedener Metalle, hier mit 1 und 2 bezeichnet, die an zwei Kontaktstellen zusammengelötet sind. An den Lötstellen treten elektrische Kontaktspannungen auf, die von der Temperatur abhängig sind. Aufgrund der Bauweise des Thermoelements heben sich die Thermospannungen genau dann gegenseitig auf, wenn beide Lötstellen die gleiche Temperatur haben. Haben die Kontaktstellen verschiedene Temperaturen, ist am Spannungsmessgerät eine von Null verschiedene Spannung  $U$  ablesbar.

Als Referenztemperatur benutzt man praktischerweise am besten ein Eis-Wasser-Bad, da dessen Temperatur von  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  die Differenzbildung besonders einfach macht.

Flüssigkeitsthermometer haben Sie wahrscheinlich schon gesehen und benutzt: Hier nutzt man die Volumenänderung einer Flüssigkeit bei Temperaturänderung zur Temperaturanzeige. Der größte Teil der Flüssigkeit befindet sich in einem Hohlraum am unteren Ende, ein kleiner Teil steigt in einer Kapillare nach oben. Die Kapillare ist durch ein Glasrohr größeren Durchmessers geschützt, an dem auch die Skala angebracht ist.

Die Skala an Thermometern in Deutschland ist üblicherweise eine Celsius-Skala. Mit ihren Fixpunkten von  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  für gefrierendes Wasser und  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  für siedendes Wasser<sup>1</sup> ist sie aus Alltagsbeobachtungen entstanden. In den Naturwissenschaften wird häufiger die Kelvin-Skala benötigt. Temperaturen in Grad Celsius können durch Addition der Zahl 273,15 in Kelvin umgerechnet werden:  $20\text{ }^{\circ}\text{C} + 273,15 = 293,15\text{ K}$ . Temperaturdifferenzen in Kelvin (K) und Grad Celsius ( $^{\circ}\text{C}$ ) sind daher gleich.

Lesen Sie Abschnitt B.2 (S.21) über das Messen! Auch die Hinweise zu grafischen Darstellungen in Abschnitt B.6.2 (S. 29) sollten Sie lesen.

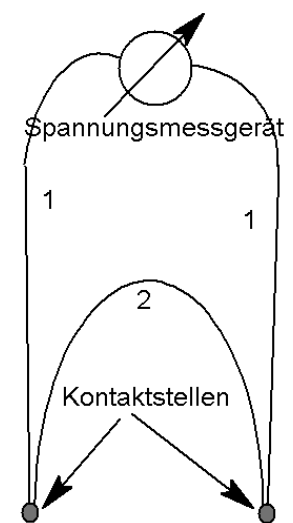


Abb. 2.1: Thermoelement

<sup>1</sup>bei Normaldruck, siehe Abschnitt B.1

## 2.1 Kalibrierung eines Thermoelements

**Auszuleihende Geräte:** Thermoelement mit Spannungsmessgerät

Schließen Sie das Messgerät richtig an: Bei einem digitalen Messgerät („Multimeter“) müssen die Stecker der Kabel in die mit „COM“ und „V“ bezeichneten Eingänge gesteckt werden, um eine Spannung messen zu können. Stellen Sie den Messbereich auf „mV“.

Falls Sie ein analoges Messgerät erhalten haben: der mit  $\Omega$  bezeichnete Drehknopf für den Widerstand muss auf  $4\Omega$  eingestellt sein. Die Spannung lesen sie auf der untersten Skala ab.

Tauchen Sie eine der Kontaktstellen des Thermoelements in siedendes Wasser<sup>2</sup>, die andere in ein Eis-Wasser-Gemisch<sup>3</sup>. Notieren Sie die auf dem Messgerät angezeigte Spannung und die auf der Tabelle abgelesene Siedetemperatur des Wasserbads.

Wiederholen Sie die Messung mit beiden Kontaktstellen im Eis-Wasser-Bad, notieren Sie auch hier die abgelesene Spannung.

Messen Sie die Temperatur von Eisbad und siedendem Wasser auch mit den Flüssigkeitsthermometern, um deren Messgenauigkeit zu testen.

Testiert wird die ermittelte Steigung

$$m = \frac{\Delta U}{\Delta T} \quad \left( \text{in } \frac{\text{mV}}{^{\circ}\text{C}} \right) \quad (2.1)$$

Wählen Sie eine sinnvolle Anzahl signifikanter Stellen.

Erstellen Sie ein Diagramm (Spannung gegen Temperatur auftragen<sup>4</sup>, sinnvolle Achsenkalibrierung wählen!) und tragen Sie die beiden gemessenen Wertepaare ein. Bei einem Thermoelement besteht eine lineare Abhängigkeit zwischen der Thermospannung  $U$  und der Temperaturdifferenz<sup>5</sup>  $\Delta T$ , daher dürfen Sie die beiden Punkte mit einer Geraden verbinden.

## 2.2 Vergleich verschiedener Temperaturbäder

entfällt.

## 2.3 Vergleich verschiedener Temperaturmessgeräte

**Auszuleihende Geräte:** Becherglas mit Silikonöl, Thermoelement mit Spannungsmessgerät

Stellen Sie das Becherglas mit Silikonöl auf den Dreifuß mit Keramiknetz. Verbinden Sie zwei Flüssigkeitsthermometer und das Thermoelement derart, dass sich die eine Kontaktstelle des Thermoelements und die Flüssigkeitskugeln der Thermometer möglichst nahe beieinander befinden. Als brauchbare Methode hat sich das Umwickeln mit versilbertem Kupferdraht

<sup>2</sup>Die Siedetemperatur des Wassers bei aktuellem Luftdruck (siehe Tafel im Flur) steht auf der im Flur aushängenden Tabelle.

<sup>3</sup>Die Temperatur des Eis-Wasser-bads kann als exakt  $0^{\circ}\text{C}$  angenommen werden.

<sup>4</sup>Bedeutet: Spannung auf y-Achse, Temperatur auf x-Achse.

<sup>5</sup>griechischer Buchstabe  $\Delta$ , spricht Delta, häufig Symbol für eine Differenz

## 2 Einstellen und Messen von Temperaturen

(Geräteausgabe) erwiesen. Befestigen Sie diese Konstruktion dann so, dass sich die drei Messstellen etwa in der Mitte des Silikonölbads befinden. Die zweite Messstelle des Thermoelements wird wieder in ein Eis-Wasser-Bad getaucht.

Erhitzen Sie mit dem Bunsenbrenner das Ölbad unter vorsichtigem Rühren mit dem Glasstab.

Lesen Sie die von den Thermometern angezeigten Temperaturen immer dann ab und notieren Sie diese, wenn die am Thermoelement gemessene Spannung folgenden Temperaturen entspricht: 50 °C, 75 °C, 100 °C, 125 °C, 150 °C und 175 °C. Die Spannungen können Sie aus dem in Versuch 2.1 bestimmten Zusammenhang zwischen Temperatur und Spannung berechnen. Testiert wird die Tabelle mit den Messwerten.

Im Protokoll werten Sie die Messwerte grafisch aus. Tragen Sie die *Differenz* zwischen der Anzeige eines Thermometers  $T_T$  und der Temperatur des Thermoelements  $T_{TE}$  gegen die Temperatur des Thermoelements  $T_{TE}$  auf ( $T_T - T_{TE}$  gegen  $T_{TE}$ ). Tragen Sie die berechneten Differenzen für beide Thermometer in *einem* Diagramm auf. Kommentieren Sie die Abweichungen.

### 2.4 Kältemischung (T)

#### Auszuleihende Geräte: Kältethermometer

Für diesen Versuch benötigen Sie zum ersten Mal eine unbekannte Substanz. Sie erhalten diese, wenn Sie ein mit Namen, Platz- und Versuchsnummer beschriftetes 400-mL-Becherglas in der Geräteausgabe abgeben und dann die Geräteausgabe wieder verlassen. Wenn die Substanz ausgewählt und abgewogen worden ist, wird das Becherglas im Flur auf den Tisch gegenüber der Tür der Geräteausgabe gestellt.

Geben Sie nacheinander in getrennten Experimenten jeweils

a) 25 g, b) 50 g, c) 100 g

des ausgegebenen Salzes zu 100 g Eis. Vermischen Sie beides gründlich, geben Sie *danach* noch 50 g Wasser dazu. Die Mischung muss ständig gerührt werden (Glasstab). Verfolgen Sie den Temperaturverlauf mit einem Kältethermometer und notieren Sie im halbminütigen Abstand die gemessenen Temperaturen. Starten Sie die Zeitmessung, wenn Sie Eis und Salz zusammengeben. Die tiefste Temperatur muss nach wenigen Minuten erreicht sein, sonst haben Sie nicht gut genug gemischt.

Testiert wird die erstellte Tabelle. Entscheidend dafür, ob das Experiment richtig durchgeführt wurde, ist die jeweils tiefste gemessene Temperatur einer Messreihe. Markieren Sie diese in der Tabelle.

Diskutieren Sie die Ergebnisse im Protokoll. Tragen Sie in einem Diagramm die drei Messreihen gegen die Zeit auf. Welcher Effekt führt zum Sinken der Temperatur?



### 3 Trenn- und Reinigungsmethoden

Ein Chemiker steht immer wieder vor dem Problem, Substanzen in möglichst reiner Form herzustellen. Dabei können die Fragestellungen sehr unterschiedlich sein:

- Trennung von Substanzen in unterschiedlichen Aggregatzuständen (z. B. fest oder gasförmig von flüssig)
- Trennung von Substanzen im gleichen Aggregatzustand (z. B. flüssig von flüssig)
- Abtrennung von Verunreinigungen niedriger Konzentration in einer im Überschuss vorhandenen Komponente
- Gewinnung sämtlicher Komponenten in reiner Form

Natürlich ist die Lösung der genannten Probleme umso leichter möglich, je genauer man die Eigenschaften der einzelnen, reinen Komponenten kennt. Wichtige Merkmale, über die man reine Substanzen charakterisieren kann, sind

- der Schmelzpunkt
- der Siedepunkt
- die Löslichkeit in bzw. die Mischbarkeit mit verschiedenen Lösungsmitteln.

Die Bestimmung der Löslichkeit bzw. der Mischbarkeit bleibt Ihrer experimentellen Phantasie und Ihrem Geschick überlassen. Eine einfache Möglichkeit, den Siedepunkt kleiner Flüssigkeitsmengen zu bestimmen: Die Flüssigkeit wird mit einem Thermometer und ein oder zwei Siedesteinen in ein Reagenzglas gegeben und dieses in einem Ölbad erhitzt. Der Thermometerkopf soll sich dabei *über* der Flüssigkeit befinden und nicht in sie eintauchen! Die Siedesteine geben während der ganzen Erwärmungsphase kleine Bläschen ab, der Siedebeginn zeigt sich durch starke Zunahme der Bläschenbildung. Beim Vergleich mit Literaturwerten muss der Umgebungsdruck berücksichtigt werden, die Literaturwerte sind für Normalbedingungen angegeben! Je nach Wetterlage werden Sie einen um 2-3 K zu tiefen Siedepunkt messen.

### 3 Trenn- und Reinigungsmethoden

Bei der Bestimmung des Schmelzpunkts benutzen Sie einen mit Silikonöl gefüllten Schmelzpunktapparat nach Thiele (siehe Abb. 3.1), die Sie in der Geräteausgabe ausleihen können. Der Ausleger wird durch Fächeln mit der Bunsenbrennerflamme erhitzt. Dabei nimmt die Dichte des Öls im Ausleger ab und der gesamte Inhalt der Thiele-Apparatur wird durch Konvektion umgewälzt.

#### Mischschmelzpunkt

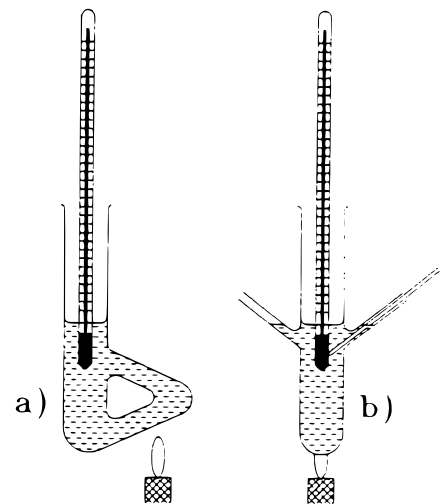
Lösliche Verunreinigungen (organische Verbindungen lösen sich praktisch immer ineinander, auch Lösungsmittelreste vom Umkristallisieren sind Verunreinigungen) führen immer zu einer Erniedrigung des Schmelzpunktes.

Das kann man benutzen, um eine Substanz zu identifizieren: Man vermischt eine unbekannte Substanz mit der, für die man sie hält, und bestimmt den Schmelzpunkt der Mischung. War die Vermutung richtig, wird sich der Schmelzpunkt nicht ändern; war sie falsch, wird der Schmelzpunkt deutlich sinken.

Es gilt: Zwei Substanzen sind dann und nur dann identisch, wenn beide Schmelzpunkte mit dem ihrer Mischung übereinstimmen.

#### Trennung von Gemischen fester und flüssiger Substanzen

Jeder feste Stoff löst sich mehr oder weniger stark in flüssigen Substanzen. Wenn die Konzentration des in Lösung gegangenen Stoffes so gering ist, dass man sie nicht mehr nachweisen kann, bezeichnet man den Stoff als unlöslich in dem betreffenden Lösungsmittel. Solange noch feste Substanz in der Lösung vorhanden ist, ist die bei gegebener Temperatur und bei gegebenem Lösungsmittel sich einstellende Gleichgewichtskonzentration eine für die Substanz charakteristische Größe. Man nennt sie die Konzentration der gesättigten Lösung oder Sättigungskonzentration. Sie nimmt in der Regel, jedoch nicht immer, bei Temperaturerhöhung zu, da meistens beim Lösevorgang Wärme verbraucht wird. Kühlt eine solche gesättigte Lösung ab, so fällt feste Substanz aus, um die Gleichgewichtskonzentration der Lösung wieder herzustellen. Dieses Ausfallen erfolgt umso schneller, je schneller die Lösung abgekühlt wird. Ist die Keimbildungsgeschwindigkeit der festen Substanz größer als die Geschwindigkeit, mit der die gelösten Moleküle oder Ionen ihren Platz im Kristallgitter finden (Wachstumsgeschwindigkeit), so bildet sich ein feinkristalliner Niederschlag, der beim Abtrennen von der Lösung viel mehr Mühe macht als ein grobkristalliner Niederschlag. Ist die Keimbildungsgeschwindigkeit deutlich kleiner als die Wachstumsgeschwindigkeit, so kann man das Wachsen von großen, charakteristischen Kristallen beobachten.



**Abb. 3.1:** Thiele-Apparatur a) Seitenansicht; b) Vorderansicht

## Trennung von flüssigen Gemischen

Zwei flüssige Komponenten werden als nicht vollständig mischbar bezeichnet, wenn nach dem Zusammengießen Bereiche entstehen, die durch eine Grenzfläche getrennt sind. Manchmal dauert es einige Zeit, bis sich diese Grenze zwischen den unterschiedlichen flüssigen Phasen deutlich ausbildet. Die Trennung der beiden Phasen erreicht man mit Hilfe des Scheidetrichters (siehe „Nernstscher Verteilungssatz“ in Versuch 7.9). Die beiden im Gleichgewicht stehenden Phasen sind nicht rein, sondern es sind Mischungen, bei denen jeweils eine Komponente stark im Überschuss vorhanden ist, also Komponente 1 in Komponente 2 und Komponente 2 in Komponente 1.

Wir wollen uns in diesem Abschnitt hauptsächlich mit mischbaren Flüssigkeiten beschäftigen, also mit solchen, bei denen nach dem Zusammengießen unter den gegebenen Bedingungen eine einzige Phase entsteht. Daneben wird in diesem Abschnitt auch die Trennung unterschiedlicher geladener Teilchen, also von Ionen, in wässriger Lösung durchgeführt.

Bei der Trennung von flüssigen Gemischen nutzt man die folgenden Effekte aus:

1. Die leichter flüchtige Komponente reichert sich beim Verdampfen im Dampf an. Auf diesem Effekt basiert die Methode der Destillation. Sie versagt oder führt nur noch in eingeschränktem Maß zum Erfolg, wenn die Komponenten keine ideale, sondern eine nicht-ideale Mischung bilden. Eine ideale binäre Mischung liegt in der Regel vor, wenn die beiden Komponenten ähnlich sind. Die Mischung wird weder von einer nennenswerten Volumenänderung noch von einer der Mischungswärme entsprechenden Temperaturänderung begleitet (siehe „ideale und nicht ideale Mischung“ in Kap. 7). Liegt eine nicht ideale binäre Mischung vor, so werden beim Vermischen Volumen- und/oder Temperaturänderungen beobachtet. In diesem Fall führt die Destillation oft zu einer reinen Komponente und einem bei konstanter Temperatur siedenden, sog. azeotropen, Gemisch.
2. Eine oder mehrere Komponenten können sich an der Oberfläche einer in der Mischung befindlichen festen Substanz anreichern. Man nennt diesen Effekt Adsorption, auf der die Adsorptionschromatographie aufbaut.
3. Eine Substanz reichert sich in einer von zwei nicht miteinander mischbaren flüssigen Phasen an. Dieser Effekt wird durch den nernstschen Verteilungssatz beschrieben (siehe Kap. 7). Darauf bauen die Technik des Ausschüttelns und die Verteilungschromatographie auf.

## Trennung von Festkörpergemischen

Im Prinzip können bei Gemischen von Festkörpern zur Trennung ähnliche Methoden eingesetzt werden wie bei flüssigen Mischungen. So tritt an die Stelle der Destillation die Sublimation. Dabei reichert sich die leichter flüchtige Komponente eines Gemisches aus festen Bestandteilen im Dampf an. In Frage kommen ferner die Ausnutzung unterschiedlicher Löslichkeiten und anderer Eigenschaften der Komponenten.

### 3 Trenn- und Reinigungsmethoden

Umkristallisieren ist eine Reinigungsmethode für Festkörper. Dabei wird die Probe in einem Lösungsmittel, in dem die Löslichkeit mit der Temperatur steigt, vollständig gelöst. Bei sinkender Temperatur fällt dann die Hauptkomponente im Gemisch wieder aus, während die in geringerer Konzentration vorhandenen Komponenten in Lösung bleiben. Es kommt also beim Umkristallisieren nicht auf die Löslichkeiten der verschiedenen Bestandteile an, sondern darauf, dass die in reiner Form gewünschte Substanz stark im Überschuss vorhanden ist.

#### 3.1 Herstellung einer gesättigten Natriumchloridlösung

#### 3.2 Kristallisationsversuch

#### 3.3 Trennung dreier Niederschläge von der Lösung

#### 3.4 Destillation von zwei binären Mischungen (T)

#### 3.5 Adsorption an Aktivkohle

Geben Sie 3 bis 4 Tropfen einer Lösung von Metylenblau (steht im Lösungsregal aus) zu etwa 3 mL Wasser in einem Reagenzglas. Achten Sie auf die Färbung. Dann fügen Sie 2 Spatelspitzen Aktivkohle hinzu und schütteln. Nach etwa einer halben Minute wird mit einem Rundfilter im Glasrichter abfiltriert.

#### 3.6 Adsorptionschromatographie (Säulenchromatographie)

Ein Chromatographierohr wird zunächst am unteren Ende mit etwas Glaswolle verstopft. Dabei soll die Glaswollschicht eine möglichst ebene Oberfläche haben, ohne nach oben ragende Fäden. Dann wird die Säule mit „Aluminiumoxid für die Chromatographie“ gefüllt<sup>1</sup>. Folgende Methode hat sich dafür bewährt:

1. Säule so weit mit Ethanol füllen, das die Flüssigkeit knapp unter dem Rohr des Trichters endet.
2. Aluminiumoxid langsam durch einen (trockenen!) Trichter in das Ethanol rieseln lassen, bis eine etwa 2 - 3 cm hohe Säule entstanden ist. Dabei vorsichtig an das Rohr klopfen, um eine dichte Packung zu erreichen und Luftblasen zu vermeiden.
3. etwas Seesand in die Säule geben, bis eine wenige Millimeter hohe Sandschicht auf dem Aluminiumoxid liegt.
4. Ethanol ablaufen lassen, bis die Obergrenze der Flüssigkeit in den Sand abgesunken ist.

---

<sup>1</sup>Praxistipp zum Entleeren der Säule: Aluminiumoxid und Glaswolle unten in der Säule lassen sich leicht entfernen, wenn man vorsichtig mit Pressluft von unten in die Säule pustet. Inhalt im Becherglas auffangen.

### 3.6 Adsorptionschromatographie (Säulenchromatographie)

Geben Sie 10 Tropfen alkoholische Mischindikatorlösung (steht aus) auf den Seesand in der Säule. Geben Sie dann vorsichtig Ethanol zu und öffnen den Hahn unten an der Säule, so dass die unterschiedlich gefärbten Zonen durch die Aluminiumoxidsäule wandern und sich dabei immer weiter auftrennen. Wenn die ersten ca. 5 mL durchgelaufen sind, können Sie die Säule bis oben hin füllen, dann läuft das Ethanol durch den hydrostatischen Druck etwas schneller.

Nach dem Abtrennen und Auffangen der ersten Fraktion (blaue Zone) wird als Laufmittel mit 1 Vol.-% Essigsäure<sup>2</sup> angesäuertes Ethanol verwendet. Auf diese Weise kann die gelbe Zone ebenfalls eluiert<sup>3</sup> werden.

Prüfen Sie, ob sich die Farbe der getrennten Farbstoffe in wässriger Lösung bei Zugabe von Säure oder Lauge ändert.

---

<sup>2</sup>Vol.-%: Volumenprozent. Also 1 Volumenanteil reine Essigsäure (Eisessig) auf 99 Teile Ethanol.

<sup>3</sup>herausgewaschen

## 4 Eigenschaften von Atomen und Molekülen

Der absolute Energieinhalt eines Atoms oder Moleküls ist für den Chemiker von eher geringem Interesse. Viel interessanter ist die Frage, welche Energiebeträge (Energiequanten) ein solches Teilchen aufnehmen oder abgeben kann. Atome und Moleküle können, abgesehen von der kinetischen Energie des Teilchens als Ganzem, nur in ganz bestimmten, erlaubten Energiezuständen auftreten, s. Abb. 4.1.

Den Zustand niedrigster Energie bezeichnet man als Grundzustand  $E_0$ . Darüber liegen die Anregungszustände  $E_i$  mit  $i = 1, 2, 3, \dots$ . Das entsprechende Energieniveauschema ist charakteristisch für jede Atom- oder Molekülsorte und daher ein eindeutiges Erkennungsmerkmal. Man erhält die relative Lage der Energieniveaus eines Atoms oder Moleküls quantitativ, indem man die entsprechenden Energiedifferenzen<sup>1</sup>  $\Delta E_{ij}$  zwischen den Energieniveaus  $i$  und  $j$  misst. Dies kann auf zwei Wegen geschehen:

(a) Man bringt die zu untersuchenden Teilchen z. B. durch Stöße bei höheren Temperaturen in angeregte Zustände. Die Rückkehr in niedrigere Zustände erfolgt dann unter Abgabe von Lichtquanten (Photonen), deren Energiegehalt  $E_{\text{Photon}}$  gerade mit  $\Delta E_{ij}$  übereinstimmt; diese Energiedifferenz wird als Licht emittiert (Emissionsspektroskopie). Die ausgesandten Lichtfarben bezeichnet man als Spektrallinien.

(b) Man verwendet Photonen bekannter Energie als Messsonde und bestrahlt mit diesen die zu untersuchenden Teilchen. Stimmt die Energie  $E_{\text{Photon}}$  der Photonen gerade mit einer Differenz  $\Delta E_{ij}$  überein, so werden sie mit einer bestimmten Wahrscheinlichkeit absorbiert, d.h. von den Atomen oder Molekülen aufgenommen. Die ursprünglich vorhandene Lichtintensität wird auf diese Weise bei bestimmten Wellenlängen abgeschwächt (Absorptionsspektroskopie).

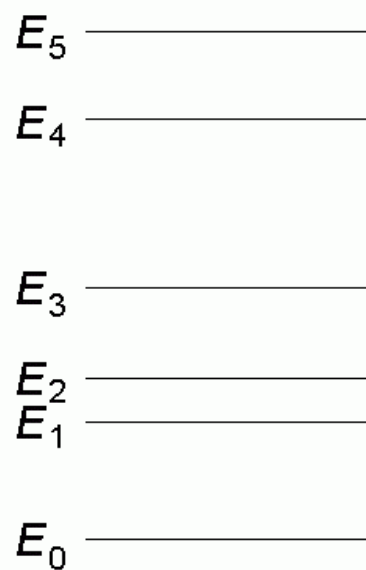
Die Energie der Photonen ist über die einsteinsche Beziehung mit der Frequenz<sup>2</sup>  $\nu$  und der Wellenlänge<sup>3</sup>  $\lambda$  des Lichtes verknüpft

$$E_{\text{Photon}} = h\nu = \frac{hc}{\lambda} \quad , \quad (4.1)$$

<sup>1</sup>griechischer Buchstabe  $\Delta$ , sprich Delta, häufig Symbol für eine Differenz

<sup>2</sup>griechischer Buchstabe  $\nu$ , sprich: nü

<sup>3</sup>griechischer Buchstabe  $\lambda$ , sprich: lambda



**Abb. 4.1:** Mögliche energetische Zustände eines Atoms oder Moleküls

wobei  $h$  das plancksche Wirkungsquantum und  $c$  die Lichtgeschwindigkeit im Vakuum sind. Die Ermittlung des relativen Energieniveauschemas einer Atom- oder Molekülsorte wird dadurch auf die experimentelle Bestimmung der Wellenlänge von Licht zurückgeführt. Sie wird mit Spektroskopen oder Spektralfotometern durchgeführt, deren grundsätzlicher Aufbau in Abb. 4.2 schematisch dargestellt ist.

Das Licht einer Lichtquelle  $Q$  beleuchtet den Eintrittsspalt  $S$ , der in der Brennebene einer Linse  $L_1$  liegt. Das durch diese Linse parallel gemachte Lichtbündel wird durch ein Prisma  $P$  umso stärker abgelenkt, je kürzer die Wellenlänge des Lichtes ist.

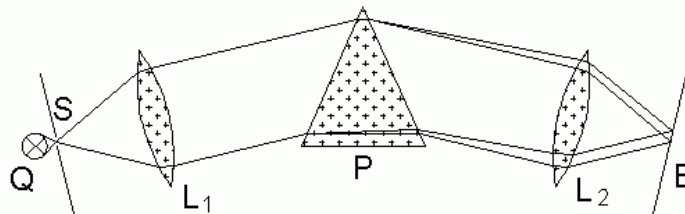


Abb. 4.2: Strahlengang im Spektroskop

Eine weitere Linse  $L_2$  fokussiert schließlich die Lichtbündel unterschiedlicher Wellenlängen räumlich voneinander getrennt. Die in der Brennebene  $B$  der Linse  $L_2$  entstehenden farbigen Bilder des Eintrittspalts lassen sich dann auf zwei Weisen beobachten:

Im Spektroskop sitzt in der Brennebene  $B$  der Linse  $L_2$  eine Mattscheibe und dahinter eine Lupe (Okular), mit der die verschiedenen Spaltbilder auf der Mattscheibe als Linien beobachtet werden. Sie sind umso schärfer, je schmaler die Spaltbreite des Eintrittspalts gewählt wird; andererseits umso heller, je breiter der Spalt eingestellt worden ist. Die Spaltbreite soll so optimiert werden, dass eng benachbarte Linien noch unterschieden werden können und die lichtschwächsten Linien noch erkennbar sind. Die Wellenlänge des Lichts kann auf einer eingespiegelten Skala abgelesen werden. Die Skala, die über eine Justierschraube verschoben werden kann, wird mit Licht bekannter Wellenlänge kalibriert. Bei den hier eingesetzten Handspektroskopen ist die Natrium-D-Linie bei 589 nm markiert.

Beim Spektralfotometer sitzt in der Brennebene  $B$  der Linse  $L_2$  ein Austrittsspalt von der Form des Spaltbilds. Das Prisma  $P$  wird um eine Achse senkrecht zur Zeichenebene drehbar angeordnet. Für jede Stellung liegt dann ein Spaltbild ganz bestimmter Wellenlänge auf dem Austrittsspalt. Mit einem geeigneten Detektor hinter dem Austrittsspalt kann somit die Intensität  $I_0$  des eingestrahnten Lichts als Funktion der Wellenlänge  $\lambda$  ermittelt werden. Die Wellenlängenkalisierung wird bereits vom Gerätehersteller durchgeführt.

Misst man neben der Intensität  $I_0$  ohne Probe im Strahlengang auch noch die Intensität  $I$ , die sich einstellt, wenn die zu untersuchende Probe zwischen Lichtquelle und Eintrittsspalt oder zwischen Austrittsspalt und Detektor steht, so gilt folgender Zusammenhang, der als Lambert-Beersches Gesetz (Herleitung in Abschnitt ??) bekannt ist:

$$E = \lg \frac{I_0}{I} = \epsilon c l \quad (4.2)$$

Dabei sind  $E$  die Extinktion,  $c$  die Konzentration der Probe,  $l$  deren Schichtdicke und  $\epsilon$  der dekadische Extinktionskoeffizient. Da  $E$  einheitenfrei ist, muss  $\epsilon$  die Einheiten von  $c^{-1} \cdot l^{-1}$  haben, bei uns also  $\text{L mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$ . Die Größen  $E$ ,  $I_0$ ,  $I$  und  $\epsilon$  hängen von der Wellenlänge ab.  $\epsilon$  steht für die Wahrscheinlichkeit, dass ein Atom oder Molekül bei Angebot eines „passenden“ Photons ( $E_{\text{photon}} = \Delta E_{ij}$ ) aus einem niedrigen Energiezustand in einen angeregten Zustand

## 4 Eigenschaften von Atomen und Molekülen

übergeht. Misst man  $E$  für eine Probe bekannter Konzentration, so kann man eine unbekannt Konzentration der gleichen Probe durch Messung des entsprechenden Extinktionswertes bestimmen, wenn man  $\lambda$  konstant hält.

### 4.1 Größe von Stearinsäuremolekülen

### 4.2 Eine einfache Spektralanalyse (T)

### 4.3 Das Lambert-Beersche Gesetz (T)

**Auszuleihende Geräte:** Küvette

Das Spektralfotometer<sup>4</sup> muss 30 Minuten vor der Verwendung eingeschaltet werden. Bei der Grundeinstellung gehen Sie wie folgt vor:

- Die Messwellenlänge wird mit den Pfeiltasten auf 525 nm (Absorptionsmaximum des Permanganat-Ions) eingestellt und bleibt während des ganzen Experiments unverändert.
- Eine sorgfältig gereinigte Küvette (mehrfach mit Wasser ausspülen) wird mit Wasser gefüllt und in den Küvettenraum eingeführt. Die Flüssigkeit muss blasenfrei sein.
- Die Anzeige wird mit dem ZERO-Knopf genullt.

### Kaliumpermanganat

Zur Überprüfung des in Abschnitt ?? hergeleiteten Lambert-Beerschen Gesetzes (Gl. 4.2) wird eine wässrige Kaliumpermanganatlösung frisch hergestellt. Dazu werden etwa 8 bis 10 mg  $\text{KMnO}_4$  eingewogen<sup>5</sup> (Analysenwaage<sup>6</sup>) und in einem Erlenmeyerkolben in etwa 150 mL Wasser gelöst. Das ist die sogenannte Stammlösung mit der Konzentration  $c_0$ .

Für die Messungen wird dieselbe Küvette verwandt, die bei der Kalibrierung benutzt wurde. Sie sollen Lösungen mit den in Tab. 4.1 angegebenen Konzentrationen vermessen.

Sie stellen diese selbst durch Verdünnung aus der Stammlösung mit der Konzentration  $c_0$  her. Besonders genau können Sie die Verdünnungsreihe herstellen, wenn Sie mit der Bürette die berechnete Menge Stammlösung in einen Messkolben

c (als Bruch)	c (Dezimal)
$c_0$	$1.00 \cdot c_0$
$3c_0/4$	$0.750 \cdot c_0$
$2c_0/3$	$0.667 \cdot c_0$
$c_0/2$	$0.500 \cdot c_0$
$c_0/3$	$0.333 \cdot c_0$
$c_0/4$	$0.250 \cdot c_0$
$c_0/6$	$0.167 \cdot c_0$
$c_0/8$	$0.125 \cdot c_0$
$c_0/10$	$0.100 \cdot c_0$

**Tab. 4.1:** Konzentrationen von  $\text{KMnO}_4$ , die vermessen werden sollen

<sup>4</sup>Geräteausgabe, wird auf Anforderung rausgestellt

<sup>5</sup>Trotzdem sollen Sie die eingewogene Menge *genau* aufschreiben!

<sup>6</sup>Die Analysenwaage steht in der Geräteausgabe und wird dort benutzt.



geben und dann bis zum Eichstrich auffüllen. Ein möglicher Rechenweg ist in Abschnitt B.3 auf Seite 22 erklärt.

Die neun Lösungen werden, beginnend mit der kleinsten Konzentration, nacheinander vermessen. Nach dem Einsetzen der Küvette (Markierung beachten) kann die Extinktion direkt am Gerät abgelesen werden. Nach jeder Messung die Küvette reinigen und trocknen. Die trockene Küvette zweimal mit der zu vermessenden Lösung spülen, bevor Sie messen.

Testiert werden die gemessenen Extinktionswerte. Tragen Sie diese im Protokoll in einem Diagramm gegen die Konzentration auf, siehe Abschnitt B.6.2.

### Unbekannte Farbstofflösung

Ermitteln Sie die Konzentration der ausgegebenen Farbstofflösung. Die einzustellende Wellenlänge und der Extinktionskoeffizient werden bei der Lösung angegeben. (Methylenblau,  $\epsilon_{665\text{nm}} = 7,15 \cdot 10^4 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ ). Stellen Sie die angegebene Wellenlänge am Spektralfotometer ein. Weiterhin brauchen Sie die Schichtdicke  $l$  der Küvette: Diese beträgt 1 cm.

Stellen Sie durch Verdünnen der ausgegebenen Lösung mit dem angegebenen Lösungsmittel zwei Farbstofflösungen mit Konzentrationen von

a)  $3,5 \cdot 10^{-6} \text{ mol/L}$

b)  $1,5 \cdot 10^{-6} \text{ mol/L}$

her.

Überprüfen Sie die Konzentrationen jeweils mit dem Spektrometer. Dabei bestimmen Sie die Extinktion der verdünnten Lösungen und berechnen mit Hilfe des Lambert Beerschen Gesetzes die Konzentration. Falls Sie sorgfältig gearbeitet haben, stimmen die berechneten Konzentrationen mit denen in der Aufgabenstellung überein.

Testiert werden die berechnete Konzentration der unbekanntes Lösung sowie die gemessenen Extinktionen der verdünnten Lösungen.

## 5 Das chemische Gleichgewicht

entfällt.

## 6 Säuren und Basen

entfällt.

# 7 Flüssigkeiten und flüssige Mischungen

## Wechselwirkungen

Der Aufbau der Moleküle aus elektrisch geladenen Teilchen führt zu Wechselwirkungen zwischen den Molekülen, die den Zusammenhalt der festen wie der flüssigen Materie gewährleisten. Bei diesen Wechselwirkungen unterscheidet man im Fall elektrisch neutraler Teilchen hauptsächlich, geordnet nach steigender Stärke:

- Die Dispersionskräfte (van der Waals-Wechselwirkungen), die für die Stabilität des festen und flüssigen Zustandes von unpolaren Substanzen, insbesondere der Edelgase, verantwortlich sind.
- Die Dipol-Dipol-Wechselwirkung, die man zwischen polaren Teilchen beobachtet, d. h. zwischen Teilchen, bei denen der positive und der negative Ladungsschwerpunkt nicht zusammenfallen.
- Die Wasserstoff-Brücken oder H-Brücken, die eine Wechselwirkung über eine schwache Bindung darstellen und folgendermaßen dargestellt werden:



Dabei sind X und Y in der Regel O-, N- oder F-Atome der beiden Moleküle, die miteinander wechselwirken.

## Mischungen von Flüssigkeiten

Flüssigkeiten unterscheiden sich von den völlig ungeordneten Gasen einerseits und den Kristallen mit ihrer regelmäßigen, räumlichen Anordnung der Bausteine andererseits durch eine Ordnung, die zwischen diesen beiden Extremen liegt. Der Aufbau einer Flüssigkeit aus unpolaren Molekülen wird durch die Konkurrenz der Dispersionskräfte, die zu einer möglichst dichten Packung führen würden, und der ungeordneten Bewegung aufgrund der thermischen Energie bewirkt. Eine bestimmte Struktur, wie sie bei Kristallen vorliegt, wird durch dieses Aufbauprinzip nicht bewirkt. Für polare Teilchen führen starke Dipol-Dipol-Wechselwirkungen und Wasserstoff-Brücken in vielen Fällen zu einer Flüssigkeitsstruktur, die eine bestimmte Orientierung benachbarter Moleküle aufweist. Dies hat zur Folge, dass solche Flüssigkeiten oft Hohlräume enthalten, was in besonders ausgeprägtem Maß bei flüssigem Wasser der Fall ist. Eis und Wasser weisen eine Struktur auf, bei der jedes Sauerstoffatom von vier anderen Sauerstoffatomen tetraedrisch mit einem Wasserstoffatom dazwischen umgeben ist. Beim Wasser ist diese Struktur sehr stark gestört; beim Eis weniger.

Natürlich muss eine polare Gruppe überhaupt in der Lage sein, mit einem Partner in Wechselwirkung zu treten. Ist sie durch voluminöse unpolare Gruppen des Moleküls ganz oder teilweise nach außen abgeschirmt, so kommen die erwarteten Wechselwirkungen nicht oder nur teilweise zum Tragen.

Die Stärke der intermolekularen Wechselwirkungen bestimmt mehr oder weniger alle physikalischen Eigenschaften einer Flüssigkeit. Als Beispiele seien genannt:

- der Dampfdruck, der ein Maß dafür ist, wie viele Moleküle der Flüssigkeit bei gegebener Temperatur ausreichend kinetische Energie besitzen, um die Oberflächenkräfte zu überwinden.
- die Oberflächenspannung, die ein Maß für die Energie ist, die aufgewandt werden muss, um ein Molekül aus dem Inneren der Flüssigkeit an die Oberfläche zu befördern.
- die Viskosität oder Zähigkeit, die ein Maß dafür ist, wie viel Energie notwendig ist, um beim Fließvorgang eine Flüssigkeitsschicht relativ zu den Benachbarten zu verschieben (siehe auch Kapitel 8).

Ob zwei flüssige Stoffe A und B miteinander mischbar sind, wird durch die beiden folgenden Kriterien bestimmt:

- die Energie der Wechselwirkung zwischen den Teilchen A und B sollte im Vergleich mit den entsprechenden Energien für die Wechselwirkung zwischen den Teilchen A bzw. B in den reinen Komponenten möglichst groß sein.
- die Erhöhung der Unordnung durch den Mischvorgang sollte möglichst groß sein.

Die physikalischen Eigenschaften einer reinen Flüssigkeit werden, wie wir gesehen haben, durch die intermolekularen Wechselwirkungen geprägt. Dies gilt in gleicher Weise für binäre flüssige Mischungen aus den Komponenten A und B, wobei aber hier drei unterschiedliche Typen von Wechselwirkungen zu berücksichtigen sind, nämlich Wechselwirkungen von A mit A, von A mit B und von B mit B.

### **Temperaturänderungen, Volumenänderungen**

Beim Mischen der Komponenten A und B muss einerseits Energie aufgewendet werden, um Moleküle aus dem Verband der reinen Komponenten herauszulösen, andererseits wird Energie entsprechend der Wechselwirkungsenergie zwischen nicht gleichartigen Teilchen gewonnen. Je nachdem, welche dieser Energien überwiegt, tritt beim Mischen Abkühlung oder Erwärmung auf. Volumenänderungen sind nicht so einfach zu erklären. Eine starke Volumenabnahme beim Mischen zweier flüssiger Komponenten hängt mit der Zerstörung einer ausgeprägten Struktur (Verringerung der Hohlräume) in einer oder beiden Komponenten zusammen; dies gilt vor allen Dingen für Mischungen von Wasser mit anderen Flüssigkeiten.

Ähnliche Überlegungen wie für Mischungen aus zwei flüssigen Substanzen lassen sich für die Mischungen einer festen Substanz mit einem Lösungsmittel anstellen. Man nennt

diese Mischungen i. A. Lösungen, wobei wir die bisherige Thematik insoweit erweitern, dass auch Lösungen von geladenen Teilchen, den Ionen, zugelassen sein sollen. Sie entstehen beim Auflösen von Ionenkristallen in einem polaren Lösungsmittel. Über gesättigte Lösungen wurde früher schon gesprochen, hier wollen wir uns hauptsächlich mit nicht gesättigten Lösungen beschäftigen.

Wir erwarten wie beim Mischen zweier Flüssigkeiten auch beim Lösen einer festen Substanz Temperatur- und Volumenänderungen. Die Temperatureffekte werden durch Angabe der spezifischen Lösungswärme beschrieben. Sie stellt die beim Lösevorgang aufgenommene oder abgegebene Wärme pro Mengeneinheit des gelösten Stoffes dar und kann in einem Kalorimeter experimentell bestimmt werden.

Wie nicht anders zu erwarten, ist in den meisten Fällen der Zusammenhang zwischen den physikalischen Eigenschaften der Mischung (z. B. Dampfdruck, Viskosität, Oberflächenspannung etc.) einerseits und den entsprechenden Größen der reinen Komponenten sowie ihrem Mischungsverhältnis andererseits sehr kompliziert. Einfacher ist die Situation in extrem verdünnten Lösungen. Dabei darf man auf Grund des großen mittleren Abstandes zwischen den gelösten Teilchen die Annahme machen, dass sie nicht mehr miteinander wechselwirken. Zu dieser Annahme ist man sogar in Ionenlösungen berechtigt, in denen die weitreichenden Coulombkräfte wirksam werden, wenn die Konzentration unter  $10^{-3}$  mol/L liegt.

Besteht eine Mischung zweier Flüssigkeiten aus zwei ähnlichen oder unpolaren Komponenten, so kann man i. A. annehmen, dass die oben genannten Wechselwirkungen sehr ähnlich sind und daher einfache Gesetze für derartige Mischungen gelten.

### Gefrierpunktserniedrigung

Der Gefrierpunkt einer Substanz erniedrigt sich beim Zusatz einer zweiten Komponente. Die Gefrierpunktserniedrigung ist proportional zum Molenbruch der gelösten Komponente. Die Proportionalität stimmt sogar noch besser, wenn anstelle des Molenbruchs die Molalität verwendet wird. Die Molalität gibt die Stoffmenge der gelösten Substanz 2 bezogen auf die Masse des Lösungsmittels 1 an und ist im Gegensatz zur Molarität nicht temperaturabhängig.

$$\bar{m} = \frac{n_2}{m_1} \quad (7.1)$$

Mit dieser Größe erhält man als Gefrierpunktserniedrigung

$$\Delta T = k_f \bar{m} \quad (7.2)$$

Die lösungsmittelspezifische Konstante  $k_f$  wird als molale Gefrierpunktserniedrigung oder kryoskopische Konstante bezeichnet.

Der Messeffekt - dies ist wichtig - ist in erster Näherung unabhängig von der Art des gelösten Stoffes und wird nur bestimmt durch die Anzahl der gelösten Teilchen. Man spricht hier von kolligativen Eigenschaften.

Aus Gl. (7.2) kann man mit einer bekannten molalen Gefrierpunktserniedrigung  $k_f$  die Molalität einer Lösung bestimmen. Bei Salzlösungen ist die Dissoziation zu beachten. So entstehen z. B. beim Auflösen von 1 mol Salz vom AB-Typ in der Lösung 2 mol Teilchen.

## Nernstscher Verteilungssatz

Wegen der unterschiedlichen Wechselwirkungen einer gelösten Substanz mit verschiedenen Lösungsmitteln wird sich eine gelöste Substanz ungleich auf zwei nicht oder nur teilweise mischbare Lösungsmittel verteilen. Im Gleichgewicht gilt der nernstsche Verteilungssatz

$$\frac{c_1}{c_2} = k \quad , \quad (7.3)$$

wobei  $c_1$  und  $c_2$  die Konzentrationen des Gelösten im Lösungsmittel 1 bzw. 2 sind und  $k$  eine Konstante ist, die von der Temperatur abhängt. Voraussetzung für die Gültigkeit von Gl.(7.3) ist, dass der gelöste Stoff in beiden Lösungsmitteln weder assoziiert noch dissoziiert und dass die Konzentrationen  $c_1$  und  $c_2$  klein sind. Eine große praktische Bedeutung hat der nernstsche Verteilungssatz beim Ausschütteln (siehe Versuch 7.9 und auch ??).

## 7.1 Mischbarkeit von Alkoholen mit Wasser und n-Hexan

Versuchen Sie, je 1 mL Methanol, Ethanol, 1-Propanol, 1-Butanol und 1-Pentanol mit je 1 mL H<sub>2</sub>O und 1 mL n-Hexan zu mischen. Benutzen Sie Reagenzgläser für die Versuche.

Notieren Sie Ihre Beobachtungen.

## 7.2 Mischbarkeit von Carbonsäuren mit Wasser

Versetzen Sie in drei Reagenzgläsern Eisessig (wasserfreie Essigsäure), Benzoësäure und Stearinsäure (1 mL bzw. eine Spatelspitze) allmählich mit Wasser (bis zu ca. 5 mL). Überprüfen Sie, ob Erwärmen den Lösevorgang fördert, und beobachten Sie die Lösung beim Abkühlen. Prüfen Sie den pH-Wert der Lösung mit Universalindikatorpapier und notieren Sie Ihre Beobachtungen.

## 7.3 Volumen- und Temperaturänderungen beim Mischen von Flüssigkeiten

**Auszuleihende Geräte:** Zehntelgradthermometer

Mischen Sie gleiche Mengen (je genau 50 mL) der nachfolgenden Substanzen, und ermitteln Sie die Temperaturänderung  $\Delta T$  sowie die Volumenänderung  $\Delta V$  nach Erreichen der ursprünglichen Temperatur:

- a) Aceton / Wasser
- b) Aceton / Cyclohexan
- c) Cyclohexan / Ethanol<sup>1</sup>

---

<sup>1</sup>Hier müssen Sie destilliertes Ethanol verwenden. Mit vergälltem Ethanol funktioniert der Versuch nicht. Das destillierte Ethanol steht in einer kleineren Flasche bei den Lösungsmitteln.

## 7 Flüssigkeiten und flüssige Mischungen

Durchführung:

- Überprüfen Sie zunächst die Kalibrierung der verwendeten 25-mL-Vollpipette und des 100-mL-Messkolbens mit Aceton<sup>2</sup>. Füllen Sie dazu vier mal 25 mL Aceton mit der Vollpipette in den 100-mL-Messkolben (*nicht Messzylinder!*) und vergleichen das abgelesene Volumen mit dem erwarteten. Stimmen die Volumina überein?
- Ermittlung der Volumenänderung: Der Hals des Messkolbens wird mit einem Streifen Millimeterpapier versehen. Zum Umrechnen des beobachteten Höhenunterschiedes auf die Volumenänderung füllen Sie den wieder getrockneten Messkolben mit Wasser und entnehmen eine definierte Menge Wasser bzw. lassen Sie in den mit Wasser gefüllten Messkolben Wasser aus einer Messpipette zutropfen und messen die Höhenänderung der Flüssigkeitsoberfläche im Hals.
- Bestimmen Sie die Temperatur der beiden zu mischenden Komponenten (diese sollten Raumtemperatur haben), und pipettieren Sie je 50 mL in den Messkolben. Messen Sie sofort nach dem Mischen (kurzes Schütteln) die Temperatur.
- Lassen Sie die Mischung auf die Ausgangstemperatur zurückkehren. Ermitteln Sie dann die Volumenänderung.

Das zur Temperaturmessung erforderliche Thermometer mit 1/10 °C-Teilung ist in der Geräteausgabe ausleihbar.

Testiert werden die gemessenen Temperaturänderungen  $\Delta T$  sowie die gemessenen Volumenänderungen  $\Delta V$ .

### 7.4 Löslichkeitskurve einer Verbindung (T)

### 7.5 Lösungswärme von Calciumchlorid und Calciumchlorid-hexahydrat

Füllen Sie zwei 25 mL Messzylinder mit je 10 mL Wasser und bestimmen Sie die Wassertemperatur. Lösen Sie in einem Messzylinder 5 g wasserfreies Calciumchlorid ( $\text{CaCl}_2$ ), im anderen die gleiche Stoffmenge (*nicht Masse!*) Calciumchlorid-hexahydrat ( $\text{CaCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ ) Messen Sie die Temperaturänderung, und später, wenn die Lösungen wieder die Ausgangstemperatur haben, die Volumenänderung.

Testiert werden die beobachteten Temperatur- und Volumenänderungen sowie die Masse Calciumchlorid-hexahydrat, die berechnet wurde.

---

<sup>2</sup>Mit Aceton, weil die geringere Oberflächenspannung des Acetons dazu führt, dass etwas mehr Flüssigkeit aus der Pipette läuft als mit Wasser. Das hierzu benutzte Aceton können Sie für die weiteren Versuche wiederverwerten.



## 7.6 Wärmekapazität eines einfachen Kalorimeters

## 7.7 Spezifische Lösungswärme eines unbekanntes Salzes (T)

enfällt.

## 7.8 Molalität von zwei Salzlösungen (T)

**Auszuleihende Geräte:** Zehntelgradthermometer, Magnetrührer mit Rührfisch

Es soll die Molalität von zwei wässrigen Salzlösungen (Typ  $AB \rightarrow A^+ + B^-$ ) bestimmt werden. Sie erhalten diese, wenn Sie zwei kleine Bechergläser in der Analysenausgabe abgeben. Erst wird Wasser und dann die ausgegebenen Lösungen in einem mit einem Rührer und einem Thermometer (1/10 °C-Teilung) versehenen Gefäß in eine Eis-Kochsalz-Mischung getaucht. Notieren Sie regelmäßig in Zeitabständen von 30 s die Temperatur der Lösung. Der Gefrierpunkt zeigt sich durch eine über einige Minuten nahezu konstant bleibende Temperatur und die Ausscheidung feiner Eiskristalle<sup>3</sup> an. Vor der Ausbildung von Eiskristallen kann es zu einer Unterkühlung der Lösung kommen. In diesem Fall müssen Sie noch weiter abkühlen, oft hilft es auch, mit einem Glasstab an der Innenseite des Becherglases zu kratzen.

Bestimmen Sie in Ihrem Protokoll aus der Temperaturdifferenz  $\Delta T$  zwischen dem Gefrierpunkt des reinen Wassers, der mit dem gleichen Verfahren zu bestimmen ist, und dem der Lösung dann nach Gl. (7.2) die Molalität der Lösung für nicht dissoziierende (!) gelöste Stoffe. Die molale Gefrierpunktserniedrigung von Wasser ist  $k_f = 1,86 \text{ K kg mol}^{-1}$ .

Führen Sie *jede* Messung dreimal durch, geben Sie den Mittelwert der Einzelmessungen an. Testiert werden die gemessenen Gefrierpunktserniedrigungen  $\Delta T$ .

---

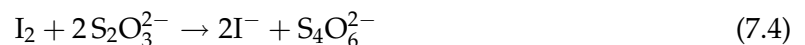
<sup>3</sup>Zu viel auskristallisiertes Eis in der Lösung führt zu falschen (zu tiefen) Messwerten, da bevorzugt reines Wasser auskristallisiert und die Konzentration des Salzes in der flüssigen Phase ansteigt.

## 7.9 Verteilungskoeffizient von Iod in Chloroform und Wasser

**Auszuleihende Geräte:** Scheidetrichter mit Ring, Magnetrührer mit Rührfisch

Bestimmen Sie die Verteilung von Iod auf die beiden Lösungsmittel  $\text{H}_2\text{O}$  und  $\text{CHCl}_3$  bei Raumtemperatur für zwei unterschiedliche Iod-Einwaagen. Berechnen Sie die Konzentrationen in den beiden Phasen und den Verteilungskoeffizienten  $k$  aus Gl. (7.3).

Die Messung besteht bei diesem Experiment in der Ermittlung der Iodkonzentrationen in den beiden flüssigen Phasen. Sie wird nach der Trennung der Phasen im Scheidetrichter durch Titration mit einer Lösung von Natriumthiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) bekannter Konzentration durchgeführt. Dazu wird die wässrige Phase mit etwas Stärkelösung versetzt, die die Iodlösung tiefdunkelblau färbt. Damit ist die Anwesenheit von Iod gut zu erkennen. Die Bindung zwischen Iodmolekül und Stärke stört die Reaktion des Iods mit den Thiosulfationen nicht.



Der Iod-Stärkekomplex ist blau, alle anderen Verbindungen sind farblos. Die Rückreaktion erfolgt praktisch nicht, da das Gleichgewicht nahezu vollständig auf der rechten Seite liegt. Entsprechend Gl. (7.4) ist bei der Titration zum Zeitpunkt der Entfärbung gerade die doppelte Stoffmenge an  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  aus der Bürette zugelaufen, wie Iod in der vorgelegten Lösung vorhanden war. Bezieht man die ermittelte Stoffmenge auf das Volumen der vorgelegten Lösung, erhält man die Konzentration. Bei der Bestimmung der  $\text{I}_2$ -Konzentration in der Chloroformphase verfährt man ähnlich, wobei aber vor der Titration Wasser zugegeben wird. Dabei stellt sich wieder ein Verteilungsgleichgewicht zwischen Wasser- und Chloroformphase ein, das beim Titrieren ständig gestört wird. Das Iod in der wässrigen Phase wird durch Zugabe der Thiosulfat-Lösung verbraucht und aus der Chloroformphase nachgeliefert, solange der Vorrat reicht. Daher stellt sich der Umschlagspunkt zeitlich verzöger ein. Also langsam titrieren.

Im Einzelnen gehen Sie so vor:

1. In einen Scheidetrichter 250 mL demineralisiertes Wasser füllen.
2. Das Iod (0,1 g bzw. 0,25 g) wird zunächst in 50 mL Chloroform gelöst (evtl. erwärmen). Wenn sich das gesamte Iod gelöst hat, die Lösung ebenfalls in den Scheidetrichter geben.
3. Den Inhalt des Trichters kräftig schütteln. (Belüften nicht vergessen!). Anschließend warten, bis sich die beiden flüssigen Phasen Iod-Wasser-Lösung und Iod-Chloroform-Lösung vollständig getrennt haben.
4. Die  $\text{CHCl}_3$ -Phase in einen großen Erlenmeyerkolben ablaufen lassen.
5. Von der wässrigen Phase 200 mL und von der Chloroformphase 5 mL in je einen großen Erlenmeyerkolben pipettieren. Zu der Chloroformlösung 100 mL demineralisiertes Wasser geben und schütteln. Wenige mL Stärkelösung zugeben.
6. Die so erhaltenen Lösungen werden am einfachsten auf dem Magnetrührer wie oben beschrieben mit 0,01 M  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Lösung titriert. Farbveränderungen lassen sich leichter gegen einen weißen Hintergrund erkennen. (weißes Blatt Papier unterlegen)

Testiert werden die titrierten Volumina.

## 8 Transportvorgänge

Chemische Reaktionen laufen mit sehr unterschiedlichen Geschwindigkeiten ab. Dies liegt unter anderem daran, dass die Reaktionspartner erst zueinander gelangen müssen, um zu reagieren, und dass dieser Transport unter Umständen deutlich langsamer abläuft als die Reaktion selbst. Es ist somit für Chemiker von großem Interesse, Transportvorgänge von Atomen, Molekülen oder Ionen genauer zu studieren. Neben diesen Prozessen, bei denen Stoffmengen (geladene wie ungeladene Teilchen) transportiert werden, spielt der Transport von Wärme und Impuls in der Natur eine wichtige Rolle. Bei allen genannten Vorgängen beobachtet man den Fluss  $J$  einer bestimmten physikalischen Größe  $Q$  pro Zeit- und Flächeneinheit, der durch den Gradienten (treibende Kraft) einer anderen physikalischen Größe  $A$  hervorgerufen wird. Es zeigt sich, dass der Fluss  $J$  häufig proportional zum Gradienten der Größe  $A$  ist und versucht, diesen auszugleichen. Wenn wir den eindimensionalen Fall des Flusses in  $z$ -Richtung betrachten, gilt allgemein die Beziehung

$$J = \frac{1}{F} \frac{\partial Q}{\partial t} = -L \frac{\partial A}{\partial z} \quad , \quad (8.1)$$

wobei  $L$  eine für das betrachtete System und den Prozess spezifische Konstante ist und  $F$  die Fläche darstellt, durch die der Fluss vonstattengeht. Im Einzelnen bestehen folgende Zusammenhänge, die in Tab. 8.1 dargestellt sind.

Transportprozess	transportierte Größe	treibende Kraft
Diffusion	Stoffmenge ( $\dot{n}$ )	Konzentrationsgradient
Elektrischer Strom	Elektrische Ladung ( $\dot{q}$ )	Elektrisches Feld
Viskosität	Impuls ( $m\vec{v}$ )	Geschwindigkeitsgradient

**Tab. 8.1:** Transportprozesse

Aus Tabelle 8.1 und Gl.(8.1) ergeben sich mit der Abkürzung

$$\frac{\partial Q}{\partial t} = \dot{Q}$$

das 1. Ficksche Gesetz für die Diffusion

$$\frac{\dot{n}}{F} = -D \frac{\partial c}{\partial x} \quad , \quad (8.2)$$

das Ohmsche Gesetz für den elektrischen Strom

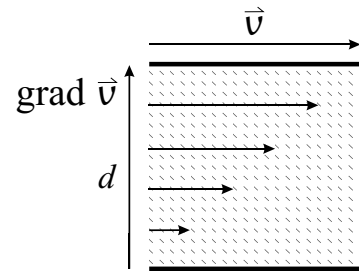
$$\frac{\dot{q}}{F} = -\kappa \frac{\partial \Phi}{\partial x} \quad , \quad (8.3)$$

## 8 Transportvorgänge

sowie die Definitionsgleichung für den Viskositätskoeffizienten  $\eta$

$$\frac{K}{F} = -\eta \frac{\partial v}{\partial x} \quad (8.4)$$

Dass es sich bei der Viskosität um ein Transportphänomen im definierten Sinne handelt, ist wie folgt einzusehen: Ein Gas oder eine Flüssigkeit wird zwischen zwei Platten mit dem Abstand  $d$  geschert. Dabei tritt ein Geschwindigkeitsgradient  $\text{grad } \vec{v}$  senkrecht zur Strömungsrichtung auf. Schneller fließende Schichten werden durch langsamere auf Grund der zwischen ihnen wirkenden Reibungskraft gebremst, umgekehrt werden langsamere Schichten durch Schnellere beschleunigt. Dies bedeutet, dass Impuls senkrecht zur Fließrichtung übertragen wird, wobei die treibende Kraft der Geschwindigkeitsgradient ist. Gl. (8.4) ergibt sich aus dieser Überlegung, wenn man beachtet, dass die Impulsänderung pro Zeit einer Kraft entspricht. Sie ist die Definitionsgleichung für die Viskosität und die Ausgangsgleichung für die Herleitung des Gesetzes von Hagen und Poiseuille.



**Abb. 8.1:** Scherung zwischen zwei Platten

### 8.1 Diffusion von Ammoniak und Chlorwasserstoff in Luft

Sie sollen die Diffusion von  $\text{NH}_3$  und  $\text{HCl}$  bei Raumtemperatur in Luft qualitativ untersuchen. Dazu bringen Sie einen Tropfen konzentrierte Salzsäure (ohne die Wandung des Reagenzglases damit zu verunreinigen) auf den Boden eines Reagenzglases; in einem zweiten Reagenzglas verfahren Sie genauso mit konzentrierter  $\text{NH}_3$ -Lösung<sup>1</sup>. Dann bringen Sie die Längsachsen der Reagenzgläser in die Horizontale und halten die Öffnungen der beiden Reagenzgläser genau aufeinander. Umwickeln Sie die Verbindungsstelle mit Tesafilm und legen die Reagenzgläser vorsichtig auf den Labortisch.

Interpretieren Sie Ihre Beobachtungen. Für die Konstante  $D$  der Gl. (8.2) gilt

$$D \propto \frac{1}{\sqrt{M}} \quad (8.5)$$

wobei  $M$  die molare Masse ist.

<sup>1</sup>Am Besten verwenden Sie dazu eine Tropfpipette. (s. Abb. 1.2, S. 33)

## 9 Elektrochemie

Taucht man ein Stück Metall in eine Lösung, die dieses Metall als Ionen enthält, so stellt sich ein Gleichgewicht ein, das durch zwei gegenläufige Prozesse bestimmt wird: Die Auflösungstendenz des Metalls, das positive Ionen (Kationen) in die Lösung entlässt (Gl. (9.1))

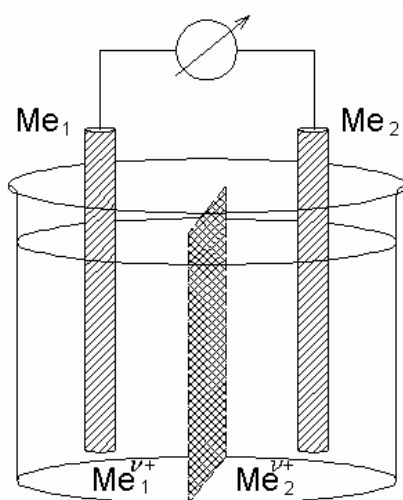


und die Abscheidungstendenz der Kationen der Lösung zum Metall (Gl. (9.2))



Dabei ist  $e^-$  das Symbol für ein Elektron und  $\nu$  bezeichnet die Anzahl der abgegebenen bzw. aufgenommenen Elektronen. Die Auflösungstendenz hängt nicht von der Konzentration der Lösung, sondern nur von der Temperatur ab. Die Abscheidungstendenz dagegen steigt mit zunehmender Konzentration in der Lösung. Dies führt dazu, dass sich an der Elektrode solange Metall abscheidet oder in Lösung geht, bis eine Spannung zwischen der Lösung und dem Metall entsteht, die eine weitere Abscheidung oder Auflösung verhindert.

Da die in Gl. (9.1) und (9.2) angedeuteten Elektronen in Wirklichkeit nicht frei auftreten und auch die Spannung zwischen Lösung und Metall nicht messbar ist, ist eine Untersuchung der hier beschriebenen Vorgänge nur durch einen Vergleich unterschiedlicher Metalle möglich. Dazu wird der in Abb. 9.1 schematisch dargestellte Aufbau eingesetzt.



**Abb. 9.1:** Schematische Darstellung einer elektrochemischen Zelle

Zwei Stäbe aus den Metallen Me<sub>1</sub> und Me<sub>2</sub> (Elektroden) tauchen in die entsprechenden Ionenlösungen. Das zwischen den Elektrolytlösungen befindliche Diaphragma<sup>1</sup> verhindert eine mechanische Durchmischung der Elektrolyte, lässt aber eine Ionenwanderung und damit einen Ladungstransport zu. Die beiden Elektroden werden an ein Spannungsmessgerät angeschlossen. Sind die Metalle Me<sub>1</sub> und Me<sub>2</sub> sowie die Konzentrationen der entsprechenden Ionenlösungen gleich, so ist keine Spannung zu beobachten. Sobald unterschiedliche Metalle oder, bei Verwendung gleicher Metalle, unterschiedliche Konzentrationen vorliegen, lässt sich

<sup>1</sup>halbdurchlässige Trennwand, die nur einige Ionensorten durchlässt. Im Praktikum werden Salzbrücken eingesetzt, die die gleiche Funktion haben, aber anders aufgebaut sind.

eine Spannung messen. Die Spannung hängt von der Art der Metalle, vom Konzentrationsverhältnis der Ionenlösungen und von der Temperatur, jedoch nicht von der Art der Gegenionen ab.

Die Erklärung für diese Beobachtungen: Zwischen jeder der Elektroden und der umgebenden Lösung bildet sich eine Spannung aus, die von der Auflösungs- und Abscheidungs-tendenz der jeweiligen Elektroden/Elektrolyt-Kombination abhängt. Die Elektrode mit der positiveren Spannung bezüglich des Elektrolyten ist gegenüber der anderen Elektrode positiv geladen. Im Falle gleicher Metalle in Lösungen unterschiedlicher Konzentration ist die Auflösungstendenz an beiden Elektroden gleich, die Abscheidungstendenz ist aber in der Lösung höherer Konzentration stärker ausgeprägt. Die entsprechende Elektrode wird somit wegen der erhöhten Zufuhr an positiver Ladung gegenüber der anderen Elektrode positiv geladen.

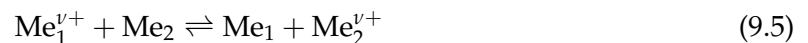
Sind die beiden Elektroden leitend miteinander verbunden, so werden die auf der einen Seite frei werdenden Elektronen



auf der anderen Seite wieder aufgenommen:

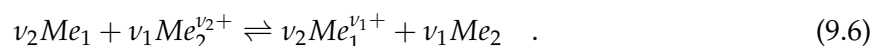


Die Vorgänge lassen sich dann durch die folgende Bruttoformel beschreiben:



Bei einem Formelumsatz fließen  $z = v$  mol Elektronen von der einen Elektrode zur anderen. Natürlich muss - solange keine quantitativen Angaben über die Konzentrationen gemacht werden - auch die Möglichkeit der Reaktion in der entgegengesetzten Richtung und damit eines Elektronenstroms in umgekehrter Richtung offen gelassen werden. Dies kommt durch den Doppelpfeil in Gl. (9.5) zum Ausdruck. Bei geeignet gewählten Konzentrationen an  $\text{Me}_1^{v+}$  und  $\text{Me}_2^{v+}$  fließt kein Strom: Das untersuchte System befindet sich im chemischen Gleichgewicht.

Bis jetzt wurde stillschweigend angenommen, dass die Metalle  $\text{Me}_1$  und  $\text{Me}_2$  beim Übergang in den in wässrigen Lösungen vorliegenden ionischen Zustand die gleiche Anzahl  $v$  Elektronen pro Molekül abgeben. Wird z.B. in Abb. 9.1 für  $\text{Me}_1 = \text{Ag}$  und für  $\text{Me}_2 = \text{Cu}$  gesetzt, so entstehen einfach geladene  $\text{Ag}^+$ -Ionen und zweifach geladene  $\text{Cu}^{2+}$ -Ionen. Dies muss in der Reaktionsgleichung durch entsprechende stöchiometrische Koeffizienten berücksichtigt werden. Aus Gründen der Elektroneutralität - die Elektronen, die an der einen Elektrode abgegeben werden, müssen an der anderen aufgenommen werden - hängen die stöchiometrischen Koeffizienten mit den Ladungen der Ionen wie folgt zusammen:



Bei einem Formelumsatz fließen somit  $z = v_1 \cdot v_2$  mol Elektronen von einer Elektrode zur anderen.

Besteht kein leitender Kontakt zwischen den beiden Elektroden, so besteht keine Möglichkeit des Ladungsausgleichs, und wir können mit dem Messgerät die oben diskutierte Spannung, die man als elektromotorische Kraft - abgekürzt EMK - bezeichnet, messen. Das Vorzeichen der EMK gibt an, ob sich das System „links oder rechts vom Gleichgewichtszustand“ befindet (Gl. (9.5) oder (9.6)); ihr Zahlenwert ist ein Maß dafür, „wie weit das System vom Gleichgewichtszustand entfernt“ ist.

Den quantitativen Zusammenhang zwischen der elektromotorischen Kraft  $E$ , den Konzentrationen  $c_1$  und  $c_2$  der Elektrolytlösungen, der Temperatur  $T$  sowie einer noch zu erläuternden systemspezifischen Größe  $\Delta E_0$  liefert die nernstsche Gleichung

$$E = \Delta E_0 - \frac{RT}{zF} \ln \frac{c_1^{v_1}}{c_2^{v_2}} \quad (9.7)$$

Dabei ist  $R$  die allgemeine Gaskonstante<sup>2</sup>,  $F$  die faradaysche Konstante<sup>3</sup>,  $z$  die pro Formelumsatz ausgetauschte Anzahl an Elektronen und  $c_1$  sowie  $c_2$  die Konzentrationen der Kationen  $\text{Me}_1^{v_1^+}$  bzw.  $\text{Me}_2^{v_2^+}$ .  $\Delta E_0$  ist nach Gl. (9.7) diejenige Spannung, die man für den Fall  $c_1 = c_2 = 1 \text{ mol L}^{-1}$  erhält. Wenn das Experiment bei diesen Konzentrationen durchgeführt wird, stimmt  $E$  mit der Differenz der sogenannten Normalpotentiale oder Standardpotentiale der betrachteten Metalle überein. Dabei handelt es sich um tabellierte, in der sogenannten Spannungsreihe zusammengefasste Spannungswerte, die unter den nachfolgend erläuterten Normalbedingungen gemessen wurden:

- Temperatur: 25°C
- Messelektrode: Die zu untersuchende Elektrode des Metalls  $\text{Me}$  taucht in eine  $\text{Me}^{v^+}$ -Lösung der Konzentration 1 M
- Bezugselektrode: Eine Platinelektrode taucht in eine 1 M  $\text{H}^+$ -Ionenlösung, durch die bei Normaldruck<sup>4</sup> Wasserstoffgas perlt. Man bezeichnet diese Elektrode als Normalwasserstoffelektrode. Da Wasserstoff gasförmig ist, muss er zur Gewährleistung der elektrischen Leitfähigkeit der Elektrode an einem Metall, z. B. Pt, adsorbiert werden.

Die Normalpotentiale einiger Elemente sind in Tabelle 9.1 aufgelistet. Die Tabelle kann erweitert werden durch Paare mit unterschiedlichen Oxidationsstufen ein und desselben Elementes, z. B.  $\text{Cr}^{3+}/\text{Cr}^{6+}$ . Neben den hier behandelten Metallen sind alle Elemente, für die eine geeignete Elektrode aufgebaut werden kann, z. B.  $\text{Cl}^-/\text{Cl}_2$ , von Interesse.

Wenn die stöchiometrischen Koeffizienten in der nernstschen Gleichung nicht übereinstimmen, entsteht die Schwierigkeit, dass das Argument des Logarithmus mit einer Dimension

Element	$E_0/\text{V}$
Li/Li <sup>+</sup>	-3,04
K/K <sup>+</sup>	-2,92
Ba/Ba <sup>2+</sup>	-2,90
Sr/Sr <sup>2+</sup>	-2,89
Ca/Ca <sup>2+</sup>	-2,87
Na/Na <sup>+</sup>	-2,71
Zn/Zn <sup>2+</sup>	-0,76
Fe/Fe <sup>2+</sup>	-0,44
OH <sup>-</sup> /O <sub>2</sub>	-0,4
Ni/Ni <sup>2+</sup>	-0,257
Sn/Sn <sup>2+</sup>	-0,14
Pb/Pb <sup>2+</sup>	-0,13
H <sub>2</sub> /H <sup>+</sup>	0,00
Cu/Cu <sup>2+</sup>	+0,35
Ag/Ag <sup>+</sup>	+0,80
Cl <sup>-</sup> /Cl <sub>2</sub>	+1,36
Au/Au <sup>3+</sup>	+1,4

**Tab. 9.1:** Elektrochemische Spannungsreihe.

<sup>2</sup>allgemeine Gaskonstante  $R = 8,3143 \text{ J}/(\text{mol K})$

<sup>3</sup>faradaysche Konstante  $F = 96487 \text{ C}/\text{mol}$

<sup>4</sup>Normaldruck 1 atm = 101325 Pa

behaftet ist. Diese Schwierigkeit wird vermieden, indem in der nernstschen Gleichung jede Konzentration durch den Standardwert (1 mol/L) geteilt wird. Bei einer korrekten Herleitung entsteht die nernstsche Gleichung auch in dieser Form.

Zum Vorzeichen der EMK ist zu bemerken, dass es dem Vorzeichen der Spannung der rechten Elektrode (in Abb.9.1 mit „2“ bezeichnet) bezogen auf die Linke entspricht. In vielen Lehrbüchern steht in der nernstschen Gleichung anstelle des Minus- ein Plus-Zeichen. Die Gleichung ist dann trotzdem richtig, wenn zusätzlich der Zähler und der Nenner im Argument des Logarithmus vertauscht worden sind<sup>5</sup>.

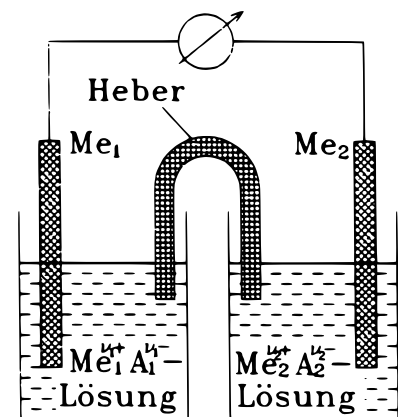
Verwenden wir in der Zelle entsprechend Abb. 9.1 auf beiden Seiten das gleiche, einwertige Metall und lassen nur die Konzentrationen der entsprechenden Metallsalzlösungen unterschiedliche Werte  $c_1$  und  $c_2$  annehmen, so liegt eine sogenannte Konzentrationskette vor. Da für diesen Fall  $\Delta E = 0$  und  $\nu_1 = \nu_2 = 1$  gilt, erhalten wir Gl. (9.7) in einer vereinfachten Form

$$E = \frac{RT}{F} \ln \frac{c_1}{c_2} \quad (9.8)$$

Die Gl. (9.7) und (9.8) gelten nur für Ionenkonzentrationen  $< 10^{-3}$  mol/L. Bei höheren Konzentrationen gilt die nernstsche Gleichung wegen der interionischen Wechselwirkungen nur noch näherungsweise. Man müsste, um die Gültigkeit der genannten Beziehungen zu erhalten, anstelle der Konzentrationen  $c$  die Aktivitäten  $a$  einführen. So beträgt beispielsweise für eine 1 M HCl-Lösung die Aktivität nur noch 0,8 mol/L. Nur für hohe Verdünnung sind  $a$  und  $c$  praktisch identisch.

Bei der Bestimmung der EMK mit dem in Abb. 9.1 angegebenen Aufbau begeht man einen Fehler. Zwischen den Elektrolytlösungen, d. h., über das Diaphragma hinweg, tritt ein Spannungssprung auf, das Diffusionspotential. Die Entstehung dieses Diffusionspotentials soll am Beispiel einer elektrochemischen Zelle mit zwei verschiedenen konzentrierten Silbernitratlösungen erläutert werden. Durch das Diaphragma wird das Silbersalz bevorzugt von der konzentrierten Seite her hinüberdiffundieren. Da Anion und Kation nicht mit der gleichen Geschwindigkeit diffundieren - das Nitration ist schneller -, wird die verdünnte Silbernitratlösung durch die bevorzugt hineinwandernden Nitrationen negativ geladen: Es bildet sich ein Diffusionspotential aus. Diese Überlegung zeigt auch, wie dieses Diffusionspotential vermieden werden kann: Man muss zwischen die Elektrolytlösungen eine konzentrierte Lösung bringen, bei der Anion und Kation gleich schnell wandern. Dies ist beispielsweise für eine  $\text{KNO}_3$ -Lösung näherungsweise erfüllt.

Eine Möglichkeit für den Aufbau einer Zelle ohne Diffusionspotential - so wird auch im Praktikum gemessen - ist in Abb. 9.2 dargestellt. Die Heber sind gebogene Glasrohre, die

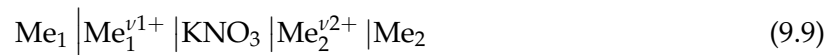


**Abb. 9.2:** Schematische Darstellung einer elektrochemischen Zelle mit Salzbrücke

<sup>5</sup> $\ln a/b = -\ln b/a$



eine durch Agar-Agar-Zusatz gelatinisierte  $\text{KNO}_3$ -Lösung enthalten. In Anlehnung an Abb. 9.2 verwenden wir folgende Kurzschreibweise zur Beschreibung einer elektrochemischen Zelle:



in der für jede Phasengrenze ein senkrechter Strich steht.

Eine wichtige praktische Anwendung der EMK-Bestimmung liegt im Bereich der quantitativen Analyse: Sowohl Gl. (9.7) als auch Gl. (9.8) gestatten, eine unbekannte Konzentration  $c_2$  zu ermitteln, wenn für ein bestimmtes System  $c_1$  vorgegeben und  $E$  gemessen worden ist. Man nennt diese Methode der Konzentrationsbestimmung Potentiometrie, eingesetzt wird sie in Versuch 9.2. Der Vorteil gegenüber anderen Methoden besteht darin, dass sie wegen der logarithmischen Abhängigkeit der gemessenen Spannung von der Konzentration besonders zur Bestimmung kleiner Konzentrationen geeignet ist.

Bei allen Versuchen wird der in Abb. 9.2 gezeigte Aufbau verwandt, anstatt einer Salzbrücke werden jedoch zwei und zwischen diesen ein weiteres Becherglas mit  $\text{KNO}_3$ -Lösung eingesetzt. Die Salzbrücken sind dadurch länger verwendbar. Zuerst werden die Silbernitratlösungen unter Verwendung der ausgegebenen 0,1 M Lösung angesetzt<sup>6</sup>. Bei der Entnahme von Lösungen müssen trockene Pipetten verwendet werden! Die anderen Lösungen werden durch Verdünnung gewonnen. Sie verfahren dabei wie bei Versuch 4.3, nehmen aber statt der Bürette eine Vollpipette. Sie können sich auch weitere Vollpipetten in anderen Größen (hilfreich ist z. B. eine 1-mL-Vollpipette) ausleihen.

Wegen der geringen Konzentrationen müssen Sie dabei sehr sauber und genau arbeiten. Beginnen Sie die Messungen mit den niedrigsten Konzentrationen<sup>7</sup>. Bechergläser, Heber und Elektroden sind jeweils mit der Lösung vorzuspülen.

<sup>6</sup>Silbernitrat wirkt ätzend und hinterlässt schwarze Flecken auf der Haut!

<sup>7</sup>Eine Verunreinigung durch einen Tropfen zu hoch konzentrierte Lösung stört erheblich. Ein Tropfen mit zu geringer Konzentration stört fast nicht.

## 9.1 Elektromotorische Kraft einer Konzentrationskette

**Auszuleihende Geräte:** Digitalmultimeter mit zwei Silberelektroden, Salzbrücken, 3 kleine Bechergläser

Vermessen Sie das System



mit folgenden Konzentrationen:

$c_1(\text{mol L}^{-1})$	0,1	0,1	0,1	0,01	0,01	0,001
$c_2(\text{mol L}^{-1})$	0,01	0,001	0,0001	0,001	0,0001	0,0001

Vergleichen Sie die gemessenen Werte mit den aus der Theorie berechneten und diskutieren Sie im Protokoll eventuelle festgestellte Abweichungen.

## 9.2 Löslichkeitsprodukt von AgCl

**Auszuleihende Geräte:** Digitalmultimeter mit zwei Silberelektroden, Salzbrücken, 3 kleine Bechergläser

Das Löslichkeitsprodukt wird mit der Zellanordnung



gemessen. Sie füllen in das eine Becherglas die 0,01 M AgNO<sub>3</sub>-Lösung und in das Andere die ausstehende 0,01 M KCl-Lösung. In diesem Zustand wird die Spannung gemessen, dann wird zur Erzeugung eines AgCl-Niederschlages ein Tropfen der 0,01 M AgNO<sub>3</sub>-Lösung in das entsprechende Becherglas eingebracht und wieder gemessen. Sie kennen die Chloridionenkonzentration; die Silberionenkonzentration können Sie gemäß Gl. (9.8) aus der gemessenen Spannung berechnen. Dazu stellen Sie die Nernstsche Gleichung nach  $c_2$  um.  $c_1$  und die anderen Werte kennen Sie.

Führen Sie den Versuch zuerst durch, ohne einen AgCl-Niederschlag zu erzeugen; dabei vermessen Sie formal die 0,01 M AgNO<sub>3</sub>-Lösung gegen die 0,01 M KCl-Lösung. Diskutieren Sie im Protokoll den Unterschied zwischen den beiden Spannungen und berechnen Sie das Löslichkeitsprodukt von Silberchlorid.

Testiert werden die beiden gemessenen Spannungen.