

Übungen in physikalischer Chemie für Studierende der Pharmazie	
Versuch Nr.: 8	Version 2016
Kurzbezeichnung: <b>Gefrierpunkterniedrigung</b>	

# Molmassenbestimmung aus der Gefrierpunkterniedrigung

---

## Aufgabenstellung

Die Molmasse einer wasserlöslichen Substanz soll aus der Gefrierpunkterniedrigung von Wasser mit Hilfe eines Temperaturmessfühlers und einem Temperaturmessgerät (Datenlogger) bestimmt werden.

## Grundlagen:

Folgende Fragen sind zusätzlich zu beantworten:

- In welchem Zusammenhang steht die gemessene Gefrierpunkterniedrigung zur Molmasse?
- Wie kann man die kryoskopische Konstante aus der molaren Schmelzenthalpie berechnen?
- Aus welchem Grund wird bei der kryoskopischen Bestimmung der Molmasse von Elektrolyten in wässriger Lösung stets ein zu kleiner Wert für  $\Delta T_f$  gefunden?
- Weshalb sind kryoskopische Messungen mit Campher genauer als mit Wasser?

## Versuchsaufbau

Kryostat, Kryoskopieapparatur (Doppelwandiges Rührgefäß), Rührwerk mit Rührstein, Temperaturmessgerät AHLBORN ALMEMO 2290-8 mit Temperaturmessfühler, destilliertes Wasser, zu untersuchende Substanz.

## Durchführung

Zur Vorbereitung des Kryostaten sind beide Einschaltknöpfe zu betätigen. Mit den Tasten **1** und **Enter** am rechten Tastenfeld wird das Gerät eingeschaltet. Im Display erscheint die gewählte Solltemperatur. Hier sollte "**T--Soll -5 °C**" erscheinen, bzw. mit den Tasten **÷** und **5** und **Enter** eingestellt werden.

Des Weiteren sollten schon vor Beginn des Versuches alle erforderlichen Programmierungen am Datenlogger AHLBORN ALMEMO 2290-8 vorgenommen bzw. überprüft werden, so dass eine Temperaturerfassung und -speicherung alle 30 s realisiert ist.

Folgende Einstellungen müssen im Display erscheinen:

Drehschalter auf MESSWERT: „1: aktuelle Temp. /°C“

Drehschalter auf MESSBEREICH: „1: Ntc °C“

Drehschalter auf MESSZYKLUS: „00:00:30 s“

Nach Abschluss der Überprüfung ist der Drehschalter wieder auf MESSWERT zu stellen!

Zunächst wird der Gefrierpunkt des reinen Lösungsmittels ermittelt. Dazu werden 20 ml destilliertes Wasser in das Probengefäß einpipettiert. (Aus der genauen Menge wird später die Masse  $m_L$  berechnet). Unter dauerndem Rühren wird das Absinken der Temperatur bis zum Eispunkt  $T_0$  verfolgt.

Der Abkühlungsvorgang ist im Display zu beobachten und beim Erreichen von +5 °C ist durch einmaliges Drücken der START/STOP-Taste (im Display des Datenloggers erscheinen ▲▲▲) die Messwerterfassung und -speicherung zu beginnen.

Häufig tritt eine merkliche „örtliche Unterkühlung“ auf, d.h. die Temperatur sinkt mehrere Grad °C unter die exakte Gefriertemperatur und steigt dann sprunghaft beim Einsetzen der Kristallisation auf die Gefriertemperatur an.

Nach Erreichen der Gefriertemperatur (Eisbildung im Gefäß ist deutlich sichtbar!) hat die Messwerterfassung noch weitere 6 Minuten zu erfolgen, bevor durch einmaliges Drücken der START/STOP-Taste die Messung zu beenden ist.

Anschließend ist die Soll-Temperatur am Kryostaten wieder auf +5 °C einzustellen. In der Zwischenzeit ist eine Substanzmenge von ca. 300 mg auf einer Wägekarte 0,1 mg genau (Analysenwaage benutzen!) auszuwägen und vollständig (anhaltende Reste mittels Pinsel von der Wägekarte) in das auf +5 °C erwärmte Lösungsmittel zu bringen und unter Rühren aufzulösen.

Nun erfolgte die Einstellung der Soll-Temperatur -7 °C am Kryostaten mit den Tasten  $\div$  und 7 und Enter am rechten Tastenfeld. Bei Erreichen von +5 °C ist am THERM- Gerät durch Drücken der START/STOP- Taste die Datenerfassung der 2. Messreihe zu beginnen. Die Messung ist, wie bereits oben beschrieben erst 6 min nach Erreichen der Gefriertemperatur zu beenden.

In beschriebener Weise erfolgt dann noch die Aufnahme einer 3. Messreihe mit einer weiteren Zugabe einer genau ausgewogenen Substanzmenge von ca. 200 mg (also einer Erhöhung der Konzentration in der Lösung) und einer Neueinstellung der Kryostattemperat auf -8 °C.

### **Auslesen der gespeicherten Messwerte**

Zum Auslesen der gespeicherten Messwerte wird das ALMEMO-Gerät mit dem notwendigen Kabel über die Ausgangsbuchse A1 mit dem Computer verbunden.

Das Programm „**AMR-Control V5**“ zum Auslesen der Messdaten wird durch Doppelklick auf das entsprechende Icon auf dem Desktop gestartet und anschließend **Hauptmenü** angeklickt.

In der oberen Menüleiste werden **Geräte** und **Liste** ausgewählt. Im neu geöffneten Fenster „Geräteliste“ erscheint in der 1. Zeile das angeschlossene Gerät. Dieses Fenster kann nun geschlossen werden. Durch erneutes Klicken auf **Geräte**, ist **Messwertspeicher...** und danach **Speicher komplett auslesen** auszuwählen. Unter Format muss **Spalten** erscheinen - wenn nicht auswählen - und der Button **Ausführen** zu betätigen. Anschließend erscheint im Fenster **Messwerte speichern unter** das Verzeichnis „Z:\STUDENT\Gefrierpunkt“.

Falls dies nicht zu lesen ist, so ist dieses auszuwählen: Es ist „pcprakt (\\jobstore.[...]) (Z:)“, dann ist das Verzeichnis „STUDENT“ und der entsprechend des durchgeführten Versuches richtige Ordner (hier: „Gefrierpunkt“) auszuwählen.

Der Dateiname bestehend aus maximal 8 Zeichen (Datum ohne Punkte v1 (v für vormittags 1. Messreihe: z.B. 220415v1) einzugeben und zu speichern.

Am Ende des Versuches sind die gespeicherten Messdaten mit Hilfe des Emailprogramms „**Outlook**“ an den Praktikumsassistenten (zastrow@uni-greifswald.de) und an die eigene Mailadresse (unter CC...eintragen!) zu versenden!

Das **Löschen des Speicherinhaltes** vom Messgerät, was sicherheitshalber erst am Ende des Versuches erfolgen sollte, geschieht durch Anklicken im Menüpunkt **Geräte** und dann **Messwertspeicher** im Modus **Speicher löschen**.

### Auswertung:

Die kryoskopische Konstante von Wasser ist  $k_{k,H_2O} = 1,858 \text{ K} \cdot \text{kg/mol}$ .

Aus der Gefrierpunktniedrigung  $\Delta T_f = T_0 - T_f$  errechnet sich die gesuchte Molmasse  $M_s$  nach

$$\Delta T_f = n_i \cdot k_{k,H_2O} \cdot \frac{m_s}{M_s} \cdot \frac{1}{m_L} \quad (1).$$

Dabei ist zu beachten, dass ein Mol eines Salzes in der Lösung in mehrere Mol Ionen ( $n_i = 2$ ) aufspaltet. Die Molzahl (Stoffmenge) der gelösten Ionen ist um den entsprechenden Faktor  $n_i$  größer, als durch das Verhältnis von Einwaage zu Formelmass des verwendeten Salzes gegeben ist. *Z.B. sind 58,5 mg NaCl  $10^{-3}$  mol des Salzes (Formelmass 58,5 g), ergeben aber  $2 \cdot 10^{-3}$  mol Ionen in Lösung. Die Gefrierpunktniedrigung ergibt sich aus der Molzahl der **gelösten** Teilchen, ist also bei NaCl doppelt so hoch wie bei einem nicht dissoziierenden Stoff derselben Molmasse. Dies muss durch den Faktor  $n_i$  berücksichtigt werden.*

Zur Zuordnung der Probe berechnet man während des Versuchs die zu erwartenden Gefrierpunktniedrigungen für die Salze NaCl, NaBr, NaI, KCl, KBr und KI bei der verwendeten Einwaage mit dem Taschenrechner. (Rechengang nachvollziehbar zu Papier bringen und ins Protokoll einheften). Während des Versuchs wird die Temperaturdifferenz  $\Delta T_f$  aus den Messdaten abgeschätzt. Lässt sich der gemessene Wert nicht eindeutig einer dieser fünf Substanzen zuordnen, wird die Messung wiederholt.

Im Protokoll sind die gemessenen Temperaturen jeweils über der Zeit im selben Diagramm graphisch darzustellen. Die Gefrierpunktniedrigung  $\Delta T_f$  ist aus der Zeichnung möglichst genau zu entnehmen, damit wird die Molmasse  $M_s$  berechnet.

### **Literatur:**

Kurzlehrbuch Physikalische Chemie, P.W. Atkins & J. de Paula, 4. Aufl., Wiley-VCH 2008, Kap 7.2.2.

Lehrbuch der Physikalischen Chemie, G. Wedler, Verlag Chemie 1982, 2,5  
Phasengleichgewichte

**Datenblatt: Gefrierpunkterniedrigung**

Gruppe:.....

Datum:.....

**Reihe 1 (Wasser)**

$$T_0 \approx \dots\dots\dots \text{ }^\circ\text{C}$$

**Reihe 2**

Einwaage:  $m_{\text{Substanz}} = \dots\dots\dots \text{ mg}$

$m_{\text{H}_2\text{O}} = \dots\dots\dots \text{ mg}$

Substanz	NaCl	NaBr	NaI	KCl	KBr	KI
Molmasse in g/mol						
$\Delta T_{\text{f ber.}}$						

$$T_{\text{f gem.}} \approx \dots\dots\dots \text{ }^\circ\text{C}$$

$$\Delta T_{\text{f}} \approx \dots\dots\dots \text{ }^\circ\text{C}$$

**Lässt sich  $\Delta T_{\text{f}}$  nicht einer Verbindung aus der Tabelle zuordnen, ist der Versuch zu wiederholen!****Reihe 3**

Einwaage:  $m_{\text{Substanz}} = \dots\dots\dots \text{ mg}$

$m_{\text{H}_2\text{O}} = \dots\dots\dots \text{ mg}$

Substanz	NaCl	NaBr	NaI	KCl	KBr	KI
$\Delta T_{\text{f ber.}}$						

$$T_{\text{f gem.}} \approx \dots\dots\dots \text{ }^\circ\text{C}$$

$$\Delta T_{\text{f}} \approx \dots\dots\dots \text{ }^\circ\text{C}$$

Der Versuch wurde ordnungsgemäß durchgeführt, die Daten an Sie und zastrow@uni-greifswald.de per E-Mail gesendet und der Arbeitsplatz übergeben.

Unterschrift:.....