

Übungen in physikalischer Chemie für Studierende der Pharmazie	
Versuch Nr.: 16	Version 2022
Kurzbezeichnung: Siedepunkterhöhung	

Ebullioskopische Konstante des Ethanols

Aufgabenstellung

Von reinem Ethanol und ethanolischen Lösungen mehrerer Stoffe bekannter Molmasse sind die Siedetemperaturen unter Luftdruck zu messen und die ebullioskopische Konstante, die molare Verdampfungswärme und molare Verdampfungsentropie des Lösungsmittels zu bestimmen. Die Ergebnisse sind mit den Näherungswerten zu vergleichen, die sich aus der Pictet-Troutonschen Regel ergeben. Welche Schlüsse können aus den Unterschieden gezogen werden?

Grundlagen

Folgende Fragen sind als Vorbereitung zu erarbeiten:

- Warum sollten organische Lösungsmittel bei ebullioskopischen Untersuchungen keine Feuchtigkeit enthalten?
- Welche Voraussetzungen müssen erfüllt sein, um Molmassen ebullioskopisch bestimmen zu können?
- Welcher Zusammenhang besteht zwischen ebullioskopischer Konstante, molarer Verdampfungswärme, Siedetemperatur und Molmasse eines Lösungsmittels?
- Was sind die kolligativen Eigenschaften?

Die Siedepunkterhöhung gehört zu den kolligativen Eigenschaften. Dies bedeutet, dass die reine Stoffmenge eines gelösten Stoffes, aber nicht die Substanz selbst Einfluss auf bestimmte Eigenschaften der Lösung hat.

Nach dem Raoult'schen Gesetz erniedrigt der Molenbruch einer Mischung den partiellen Dampfdruck des Lösungsmittels (in unserem Fall). Dies hat zur Folge, dass es zu einer Erhöhung der Siedetemperatur kommt.

Versuchsaufbau

Temperaturmessgerät Ahlborn Almemo 2290-8 mit Temperaturmessfühler, Stativ, 1 Muffe, 1 Stativklemme, 4 Reagenzgläser, 25 ml Pipette, Analysenwaage, Wägekarten, Thermostat (Ministat) mit Lochdeckel, 4 Justierringe, 3 Gummistopfen, Rückstandsflaschen

Ethanol, Benzoesäure, Harnstoff, Fructose.

Durchführung

Der Thermostat wird eingeschaltet und auf 80 °C gestellt, indem man die „**Set**“- Taste und dann die „**▲**“- oder „**▼**“- Taste drückt bis die Solltemperatur 80 °C angezeigt wird. Erst nach nochmaligem Drücken der „**Set**“- Taste wird diese Temperatur vom Gerät übernommen.

Des Weiteren sollten schon vor Beginn des Versuches alle erforderlichen Programmierungen am Datenlogger Ahlborn Almemo 2290-8 vorgenommen bzw. überprüft werden.

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!

Während der Aufheizzeit werden jeweils ca. 2 g der aufzulösenden Substanzen auf der Feinwaage abgewogen und die genauen Werte notiert.

Die 4 Reagenzgläser werden jeweils mit einer der abgewogenen Substanzen und 25 ml Ethanol (abpipettiert) beschickt. Sie werden anschließend in die vorgesehenen Öffnungen im Deckel auf dem Temperaturbad eingesetzt und je ein Siedesteinchen hinzugegeben.

Der Temperaturmessfühler wird zunächst in das Reagenzglas mit reinem Ethanol mit Hilfe der Stativklemme so positioniert, dass es mittig, ca. 1 bis 1,5 cm über den Reagenzglasboden in die Flüssigkeit eintaucht.

Bei Siedebeginn ist durch einmaliges Drücken der Taste START/STOP bei dem Datenlogger Ahlborn Almemo 2290-8 die Datenspeicherung zu beginnen. Im Display erscheint ▲▲.

Nach ca. 10 Minuten ist durch erneutes Drücken der START/STOP-Taste die Datenspeicherung zu beenden.

Wenn die Messung beim ersten Reagenzglas beendet ist, wird dieses dem Temperaturbad entnommen, das Lösungsmittel in die vorgesehene Rückstandsflasche gegeben, sowie die Öffnung im Deckel mit einem der Stopfen verschlossen. Nun vergewissert man sich, ob sich die Fructose völlig gelöst ist. Wenn dieses erreicht ist, wird das Thermometer in die Fructoselösung wie beschrieben eingesetzt und die Siedetemperatur entsprechend gemessen.

Am Ende der Messung mit Fructose, wird die Thermostatterperatur auf 81 °C eingestellt. Das Reagenzglas mit der Fructoselösung wird aus dem Temperaturbad

genommen und die entsprechende Öffnung im Deckel wieder mit einem Stopfen verschlossen. Das Thermometer wird nun in die Benzoessäurelösung eingesetzt, wenn auch hier sich der Feststoff völlig aufgelöst hat, wird entsprechend die Siedetemperatur gemessen.

Nach dieser Messung wird die Temperatur des Thermostaten auf 82 °C eingestellt, die Harnstofflösung zum Sieden gebracht und die Siedetemperatur bestimmt. Wichtig ist auch hier, sich vor dem Einsetzen des Thermometers zu vergewissern, dass der Harnstoff vollständig gelöst ist.

Zum Schluss wird die Temperatur des Thermostaten wieder auf 80 °C zurückgestellt.

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\Siedetemperatur“.

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: „Siedetemperatur“) 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 die eigene Mailadresse zu versenden (der tatsächliche Erhalt der Daten ist sicherzustellen)!

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 einzelnen Messwerte für die Siedetemperatur T_i werden nach den Substanzen geordnet zu einer Tabelle zusammengestellt und für jede Messreihe der Mittelwert \bar{T}_i mit seiner Standardabweichung bestimmt. Mit den mittleren Siedetemperaturen der Lösungen (i) und des Lösungsmittels Ethanol (E) und der Molalität b_i , des jeweils gelösten Stoffes i, erhält man die ebullioskopische Konstante k_e (molare Siedetemperaturerhöhung):

$$k_e = \frac{\bar{T}_i - \bar{T}_E}{b_i} \quad (1)$$

Die Molalität ist jeweils aus der Einwaage m_i und der jeweiligen Molmasse M_i und dem Volumen des vorgelegten Lösungsmittels V_E zu berechnen.

Die zur Auswertung noch erforderliche Dichte des Ethanols beträgt $789,45 \text{ kg/m}^3$ bei $20 \text{ }^\circ\text{C}$ mit einer Temperaturabhängigkeit, die im Bereich der Raumtemperatur durch die Gleichung:

$$\rho_{\vartheta} = \rho_{20 \text{ }^\circ\text{C}} \cdot (1 - 0,00107 \text{ K}^{-1} \cdot (\vartheta - 20 \text{ }^\circ\text{C})) \quad (2)$$

wiedergegeben wird. Unter Berücksichtigung der Messunsicherheiten (Wichtung der Einzelergebnisse!) wird aus den Einzelbestimmungen der wahrscheinlichste Wert für k_e bestimmt und dieser zur Berechnung der molaren Verdampfungsenthalpie $\Delta_v H^*$ und der molaren Verdampfungsentropie $\Delta_v S^*$ auf der Basis der thermodynamischen Gesetze für das untersuchte Phasengleichgewicht verwendet. Es gilt:

$$k_e = \frac{R \cdot T_{VE}^2 \cdot M_E}{\Delta_v H_E^*} \quad (3)$$

und

$$\Delta_v S_E^* = \frac{\Delta_v H_E^*}{T_{VE}} \quad (4),$$

wobei R die Gaskonstante ($8,314 \text{ J/K} \cdot \text{mol}$) und T_{VE} die absolute Siedetemperatur des Ethanols (in K) ist.

Die molare Verdampfungsentropie ist mit $85\text{-}90 \text{ J/K} \cdot \text{mol}$ nach der Pictet-Troutonschen Regel zu vergleichen.

Literatur

Physikalische Chemie, P.W. Atkins, 4. Aufl., Wiley-VCH, Weinheim 2006

Datenblatt: Siedetemperaturerhöhung**Gruppe:.....****Datum:.....****Temperatur des Ethanols** beim Befüllen (**ϑ** aus Gleichung 2):

..... °C

Reihe 1: 25 ml Ethanol

Siedetemperatur am Ende der Messung:

..... °C

Reihe 2: 25 ml Ethanol + Fructose $m_{\text{Fructose}} = \dots\dots\dots \text{ mg}$

Siedetemperatur am Ende der Messung:

..... °C

Reihe 3: 25 ml Ethanol + Benzoesäure $m_{\text{Benzoesäure}} = \dots\dots\dots \text{ mg}$

Siedetemperatur am Ende der Messung:

..... °C

Reihe 4: 25 ml Ethanol + Harnstoff $m_{\text{Harnstoff}} = \dots\dots\dots \text{ mg}$

Siedetemperatur am Ende der Messung:

..... °C

Der Versuch wurde ordnungsgemäß durchgeführt, die Daten per E-Mail an die eigene E-Mail-Adresse gesendet und der Arbeitsplatz übergeben.

Unterschrift:.....