

Übungen in physikalischer Chemie für B. Sc.-Studierende	
Versuch Nr.: S04	Version 2019 (060319)
Kurzbezeichnung: Victor Meyer	

Bestimmung der Molmasse aus dem vom Dampf einer vorgegebenen Substanzmenge verdrängten Luftvolumen (Verfahren nach Victor Meyer)

Aufgabenstellung

Die Molmasse einer gegebenen flüssigen Substanz ist nach dem Verfahren von Victor Meyer zu bestimmen.

Grundlagen

Unter dem Zustand eines Systems versteht man zunächst die Gesamtheit der messbaren Größen, die dieses System eindeutig charakterisieren, wobei aber durchaus nicht alle diese Größen unabhängig voneinander variiert werden können. Der Zustand eines beliebigen reinen Stoffes wird durch die Angabe von Stoffmenge, Temperatur, Druck und Volumen eindeutig festgelegt, und diese Variablen können durch die sogenannte thermische Zustandsgleichung miteinander verknüpft werden:

$$dv = \left(\frac{\partial v}{\partial T} \right)_{p,n} dT + \left(\frac{\partial v}{\partial p} \right)_{T,n} dp + \left(\frac{\partial v}{\partial n} \right)_{T,p} dn = \gamma v dT - \chi v dp + V dn$$

Für ideale Gase existiert die thermische Zustandsgleichung bekanntlich sogar in geschlossener Form:

$$v = n \frac{RT}{p} \quad \text{bzw.} \quad \boxed{pv = nRT} \quad (1)$$

In dem Temperatur- und Druckbereich, in dem sich die realen Gase in guter Näherung wie ideale Gase verhalten, ist es also möglich, die Stoffmenge über die Messung von Temperatur, Druck und Volumen zu ermitteln. Hat man die eingesetzte Substanz präzise ausgewogen, dann kann die Molmasse als Quotient aus Masse und Stoffmenge errechnet werden.

Bei der Molmassenbestimmung nach Victor Meyer wird eine reine Flüssigkeit, deren Masse vorher präzise bestimmt wurde, bei konstanter Temperatur (Siedetemperatur des reinen Wassers) und atmosphärischem Druck verdampft. Der Dampf verdrängt ein adäquates Luftvolumen, das dann bei Raumtemperatur z.B. mit einer Gasbürette bestimmt wird.

Vorbereitungsfragen

Warum muss das Wasser in Niveaufgefäß und Bürette jeweils gleich hoch stehen?
Welche Bedingungen müssen für Siedetemperatur und Molmasse der Probenflüssigkeit gelten?

LITERATUR:

C. Czeslik, H. Seemann, R. Winter, Basiswissen Physikalische Chemie, 4., aktualisierte Auflage, Vieweg+Teubner, Wiesbaden, 2010, Kap. 1.1.1

P.W. Atkins, J.de Paula, Kurzlehrbuch Physikalische Chemie, 4., vollständig überarbeitete Auflage, Wiley-VCH, Weinheim, 2008

Durchführung

Die bereitgestellte Apparatur besteht aus dem mit Wasser gefüllten Siedegefäß (s. beiliegende Zeichnung), das eine seitliche Öffnung besitzt und in das der Verdampfungskolben hineinragt. Unter der Verschlusskappe kann ein Kölbchen mit der zu untersuchenden Substanz auf den drehbaren Auslöser gestellt werden. An den Ansatz ist eine Gasbürette mit dem Niveaugefäß angeschlossen.

1. **Beide Brenner entzünden, nachdem der gelbe Gashahn geöffnet wurde. (einer wird mit kleinster „Sparflamme“ betrieben, der andere mit größter Flamme unter die Apparatur positioniert)**
2. Nacheinander werden drei Kölbchen auf die Auslösevorrichtung gebracht und die Kapillare 1 Fingerbreit oberhalb des Schliffkerns m. H. eines Tuchs (Handschutz) abgebrochen. **Der überstehende Teil muss so lang sein, dass das Kölbchen noch angefasst werden kann, andererseits aber die Schliffkappe auf den Schliffkern passt**
3. Die drei Kölbchen leer auf der Analysenwaage wiegen (Kölbchen kennzeichnen und Massen notieren!)
4. 100 µl Substanz mit der Mikroliterspritze in ein Kölbchen einbringen
Der Inhalt der Spritze sollte sehr zügig, unter kräftigen Druck entleert werden.
5. In der Kapillare anstehende Flüssigkeit in das Kölbchen „herunterschlagen“
6. Kölbchen erneut auf der Analysenwaage auswiegen.
Wenn ca. 40 bis 80 mg der flüssigen Substanz enthalten sind, wird die Kapillare mit der Sparflamme zugeschmolzen und anschließend durch nochmalige Wägung die exakte Masse der enthaltenen Flüssigkeit ermittelt. Weiter bei Pkt. 8
Wenn die Masse der Flüssigkeit <40mg oder >80 mg ist, kann überschüssige Masse durch vorsichtiges Erhitzen ausgetrieben bzw. unterschüssige Masse mit der Spritze nachgegeben werden. Weiter bei Pkt. 6
7. Pkt. 4-6 wiederholen, bis zunächst 3 Kölbchen vorbereitet sind.

Das Wasser in der Apparatur sollte inzwischen sieden.

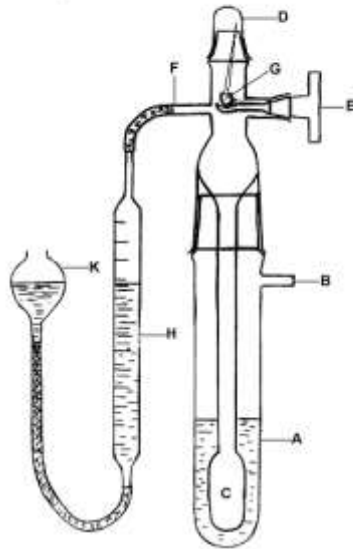
8. Über jedes Kölbchen eine Kupferspirale schieben und ein Kölbchen auf die Auslösevorrichtung stellen.

9. Wassermeniskus in der Gasbürette durch Anheben des Niveaugefäßes auf einen Anfangswert von 1-3 ml einstellen, Schliffkappe fest und dicht auf den Schliffkern aufsetzen
10. Ausgleichgefäß absenken und Dichtigkeit der Apparatur überprüfen, bei Undichtigkeit Niveaugefäß ablegen, Schliffkappe abnehmen und alle Schliffverbindungen nachfetten.
11. Anfangspunkt für die Volumenmessung wird an der Bürette abgelesen und notiert.
12. Durch Drehen des Auslösers das Kölbchen nach unten fallen lassen, wobei es zerbricht und die Substanz verdampft.
13. Niveaugefäß (geduldig!) so mitführen, dass die Menisken in der Gasbürette und im Niveaugefäß auf gleicher Höhe bleiben.
Ändert sich das Volumen in der Gasbürette (minutenlang!) nicht mehr, Endwert ablesen und dessen maximale Messunsicherheit abschätzen, dann Niveaugefäß ablegen und die Schliffkappe abnehmen!
14. Raumtemperatur am Thermometer ablesen und notieren
(liegt auf der oberen Ablage auf Höhe der Gasbürette)
16. Dampf aus der Siedeapparatur mit der Absaugvorrichtung absaugen. Dazu das Keramikrohr vorsichtig in die Apparatur möglichst tief einführen und ca. 1 min die Pumpe eingeschaltet lassen
17. Weiter bei Pkt. 8, bis 3 Kölbchen erfolgreich eingesetzt wurden. Misslingt ein Versuch, ist ein weiteres Kölbchen nach Pkt. 4-7 vorzubereiten.

Nach Verbrauch von höchstens 3 Kölbchen *und* am Ende des Versuchs sind die Reste der Kölbchen aus dem Verdampfer zu entfernen!

Abschließend ist der Luftdruck durch Ablesung am Barometer zu ermitteln.
Die dazu erforderliche Vorschrift liegt beim Barometer.

Abbildung



- | | |
|-----------------------------|-----------------|
| A - Siedegefaß | F - Ansatz |
| B - seitliche Öffnung darin | G - Kölbchen |
| C - Verdampfungskolben | H - Gasbürette |
| D - Verschlusskappe | K - Niveaugefaß |
| E - drehbarer Auslöser | |

Hinweise zur Versuchsauswertung

Aus den ermittelten Daten, der Beziehung für die Molmasse

$$M = \frac{m}{n}$$

und der nach n umgestellten Gleichung (1)

$$n = \frac{pV}{RT}$$

ergibt sich für die Berechnung der Molmasse:

$$M = m \frac{RT_R}{pV_L} \quad (2)$$

Aus den Daten der drei Einzelversuche ist der Mittelwert und dessen maximale Messunsicherheit zu berechnen:

$$\bar{M} = \frac{M_1 + M_2 + M_3}{3} = \frac{1}{3} \left(m_1 \frac{RT_R}{pV_{L1}} + m_2 \frac{RT_R}{pV_{L2}} + m_3 \frac{RT_R}{pV_{L3}} \right) \quad (2a)$$

Dabei darf man (bei Vermeidung grober Ablesefehler) davon ausgehen, dass die Messunsicherheiten der Masse, der Temperatur und des Drucks vernachlässigbar gering gegenüber der Messunsicherheit der Volumenmessung sind.

Nach dem Fehlerfortpflanzungsgesetz für maximale Messunsicherheiten -

wenn $y = y(y_1, y_2, y_3)$,

$$\text{dann } \Delta y = \left| \frac{\partial y}{\partial y_1} \Delta y_1 \right| + \left| \frac{\partial y}{\partial y_2} \Delta y_2 \right| + \left| \frac{\partial y}{\partial y_3} \Delta y_3 \right| \quad -$$

ergibt sich aus (2a) zunächst

$$\overline{\Delta M} = \left| \frac{-m_1 \frac{RT_R}{pV_{L1}^2}}{3} \Delta v_{L1} \right| + \left| \frac{-m_2 \frac{RT_R}{pV_{L2}^2}}{3} \Delta v_{L2} \right| + \left| \frac{-m_3 \frac{RT_R}{pV_{L3}^2}}{3} \Delta v_{L3} \right|$$

und unter Berücksichtigung dessen, dass die maximale Messunsicherheit der Volumenmessung für alle drei Messungen gleich groß sein sollte:

$$\overline{\Delta M} = \frac{RT_R \Delta v_{LMax}}{p} \frac{\left(\frac{m_1}{V_{L1}^2} + \frac{m_2}{V_{L2}^2} + \frac{m_3}{V_{L3}^2} \right)}{3} \quad (3)$$

Ein Vergleich mit Literaturdaten ist bei diesem Versuch nicht erforderlich.

Nachbereitungsfragen

Leiten Sie aus (2a) eine Beziehung für $\overline{\Delta M}$ her, in der außer dem Volumen auch die Temperatur mit einer Messunsicherheit behaftet ist.

Symbole

Symbol	Bezeichnung	ggf. Wert
v	Volumen	
p	Druck	
T	abs. Temperatur	
R	Gaskonstante	8,314 J/(molK)
T_R	Raumtemp. (K)	
ϑ_R	Raumtemp. (°C)	
v_L	Volumen der verdrängten Luft	
m	Masse der Probe	
M	Molmasse	
Δv_L	Max. Messunsicherheit des <i>jeweiligen</i> Luftvolumens	Dieser Wert ist <i>während der Messung</i> aus der „Unruhe“ des Flüssigkeitsmeniskus und der Teilung der Gasbürettenskale <i>abzuschätzen</i>
Δv_{LMax}	Max. Messunsicherheit des Luftvolumens	<i>Größte</i> maximale Messunsicherheit bei der Messung der drei Luftvolumina
ρ	Dichte	

Übungen in physikalischer Chemie für B. Sc. - Studierende

Datenblatt: Victor Meyer

Gruppe:.....

Datum:.....

Anmeldung nicht vergessen!

Ermittlung der Dampfvolamina an der Victor-Meyer-Apparatur:

	Kölbchen 1	Kölbchen 2	Kölbchen 3
$m_{\text{leer in}}$			
$m_{\text{voll in}}$			
$m \text{ (Flüssigkeit)} = m_{\text{voll in}} - m_{\text{leer in}}$			
$\vartheta_{\text{R in}}$			
$v_{\text{L in}}$			
$\Delta v_{\text{L in}}$ (Schätzung)			

Δv_{LMax} (größtes Δv_{L} der drei Einzelmessungen) = (Einheit!)

Ermittlung des Luftdrucks am Barometer

Dichte des Quecksilbers bei der mittleren Raumtemperatur (aus der am Barometer liegenden Tabelle entnehmen):

$$\rho_{\text{Hg}} = \dots\dots\dots \text{ g/cm}^3$$

Höhe der Quecksilbersäule h_{Hg} : mm

$$p = \rho_{\text{Hg}} * g * h_{\text{Hg}}$$

$$g = 9,81 \text{ m/s}^2$$

Der Luftdruck ist in kPa zu berechnen (Einheiten entspr. umwandeln!)

$$p = \dots\dots\dots \text{ kPa}$$

Berechnung des Ergebnisses für *ein* Kölbchen nach Gleichung (2):

$$M = \dots\dots\dots$$

Der Versuch wurde ordnungsgemäß durchgeführt, die Daten in das Excel-Formular eingetragen und der Arbeitsplatz übergeben.

Unterschrift:.....

Abmeldung nicht vergessen!