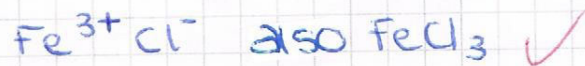


Versuch 1 : Qualitative Analyse

unbekannte Probe Glas Nr. 3:

analysiertes Salz: Eisentrichlorid



Löslichkeit: in Wasser durch Schütteln
→ dabei gelbrötliche Färbung $\checkmark$

Flammenfärbung: violette bis pinke Flamme
→ deutet auf Kalium hin,
jedoch Ungenauigkeiten durch
Oxidationsstufen unseres
Salzes, Reste am Brenner etc.

benötigte Einzelnachweise:

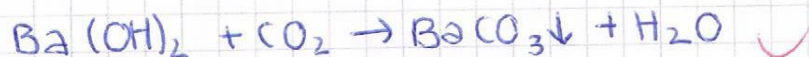
- Anionen: Cl^- - Probe
→ abgesehen vom weißen Niederschlag
ist nach der Auflösung eine
Rotbraunfärbung zu beobachten $\checkmark$
- Kationen: Fe^{3+} - Probe
→ ebenfalls Rotbraunfärbung $\checkmark$

Mögliche Einzelnachweise

Anionen:

- CO_3^{2-} : Zugabe von verd. H_2SO_4 zur Ursubstanz
sorgt für Gasentwicklung, um Nachweis
zu erbringen, dass es sich um Kohlendioxid
handelt, wird dem Reagenzglas ein
Gähröhrchen aufgesetzt, das mit $\text{Ba}(\text{OH})_2$
als Sperrflüssigkeit gefüllt ist
→ trübt sich das $\text{Ba}(\text{OH})_2$ durch Bildung
von BaCO_3 ist das ein Beleg für Karbonat
in der Ursubstanz

→ Reaktionstyp: Fällungsreaktion

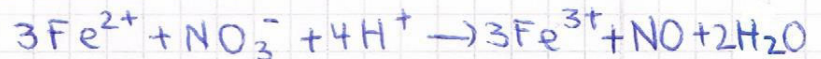
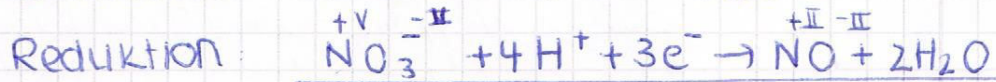
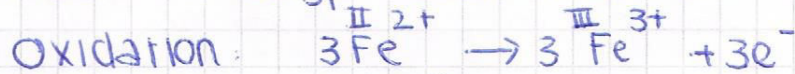


16.08.18



- NO_3^- : Ringprobe
 Proberlösung in Reagenzglas füllen & verd. H_2SO_4 *vergessen*
 Spatelspitze FeSO_4 hinzugeben, verdünnte H_2SO_4 dazu-
 Langsames Hinzulassenlassen von konz. H_2SO_4 *geben*
 H_2SO_4 . An der Phasengrenzfläche bildet sich bei Anwesenheit von Nitrat ein brauner Ring von $[\text{FeNO}(\text{H}_2\text{O})_5]^{2+} \text{SO}_4^{2-}$ *nachtragen*

→ Reaktionstyp: Redoxreaktion



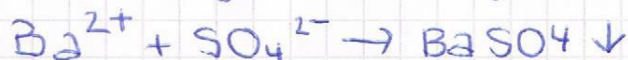
- Cl^- : Ursubstanzlösung wird mit verd. HNO_3 angesäuert. Einige Tropfen AgNO_3 -Lösung dazugeben. Bei Anwesenheit von Chlorid bildet sich ein weißer Niederschlag von AgCl , der in NH_3 löslich ist.

→ Reaktionstyp: Fällungsreaktion



- SO_4^{2-} : Ursubstanzlösung wird mit verd. HCl angesäuert. Einige Tropfen BaCl_2 -Lösung zugeben. Bei Anwesenheit von Sulfat bildet sich ein weißer Niederschlag von BaSO_4 .

→ Reaktionstyp: Fällungsreaktion



- SCN^- : Ursubstanzlösung wird mit verd. HCl angesäuert. Einige Tropfen FeCl_3 -Lösung dazugeben. Bei Anwesenheit von Thiocyanat tritt Rotbraunfärbung durch Bildung von $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ auf.

→ Reaktionstyp: Komplexbildungsreaktion



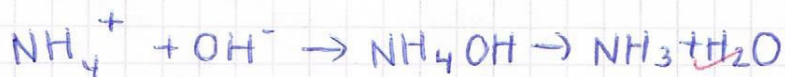
Kationen

• Na^{+} : Reaktionstyp: -
intensive gelbe, lang anhaltende
Flamme beim Nachweis der
Flammenfärbung zu sehen ✓

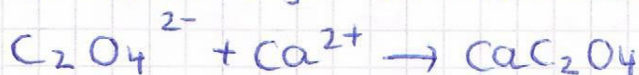
• K^{+} : Reaktionstyp: Fällungsreaktion
Nachweisbar durch:
1) violette Flamme bei Flammenfärbung
2) Ursubstanzlösung mit einigen Tropfen
konz. Perchlorsäure (HClO_4) versetzt.
Bildung eines weißen Niederschlags bei
Anwesenheit von Kalium.



• NH_4^{+} : Reaktionstyp: Säure-Base-Reaktion
Kreuzprobe: Urprobe mit etwas Wasser
und NaOH-Pastille in Porzellanschale
mit Uhrglas. Unter und über Uhrglas
angefeuchteter Streifen Universalindikator-
papier. Blaufärbung weist auf Bildung
von NH_3 hin.



• Ca^{2+} : Reaktionstyp: Fällungsreaktion
Nachweis durch:
1) ziegelrote Flamme durch Flammenfärbung
2) Zugabe von Acetatpuffer zur Lösung
der Ursubstanz im Wasser. Lösung mit
einigen Tropfen $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ -Lösung
versetzen. Auftreten eines kristallinen
Niederschlags bei Anwesenheit von CaC_2O_4 .



• Ba^{2+} : Reaktionstyp: Fällungsreaktion
Nachweis durch:
1) grüne Flamme bei Flammenfärbung
2) Ansäuern der Ursubstanzlösung mit HCl.
Zutropfen von verd. H_2SO_4 . Bei Auftreten
eines kristallinen Niederschlags handelt es
sich um BaSO_4 . ✓



• Mg^{2+} : Reaktionstyp: (Komplexreaktion) **Komplexreaktion**
Spatelspitze der Ursubstanz auf weißer
Porzellantüpfelplatte mit 3 Tropfen Titan-
gelblösung versetzen. NaOH-Pastille in Mitte
platzieren. Auftreten eines roten
Farbpflecks deutet auf Magnesium hin.

- Fe^{3+} : Reaktionstyp: Komplexbildung
Lösung der Ursubstanz mit HCl angesäuert.
ansäuern. Anschließend mit einigen Tropfen
 NH_4SCN -Lösung versetzen. Rotbraunfärbung
zeigt Bildung von $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ an.



- Cu^{2+} : Reaktionstyp: Komplexbildung
zur Lösung der Ursubstanz wird ca 1ml
konz. NH_3 zugetropft. Das Auftreten
tiefblauer Farbe zeigt die Bildung des
 Cu -Tetraamminkomplexes $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ an.



Versuch 2: Säure / Base / Puffer

1 Äquivalenzpunkt: $\text{pH} = 7,6$

2 Äquivalenzpunkt: $\text{pH} = 8,6$

Phenolphthalein ist als Indikator geeignet, da der Umschlagspunkt kurz vor dem Äquivalenzpunkt liegt und somit den Wechsel von sauer zu alkalisch visualisiert

3a Es gilt: $\text{pH} = -\log (K_s \cdot c(\text{CH}_3\text{COOH})^{1/2}) = \frac{1}{2}(pK_s - \log c(\text{CH}_3\text{COOH}))$
 $\Leftrightarrow pK_s = 2 \cdot \text{pH} + \log c(\text{CH}_3\text{COOH})$

Start-pH-Wert: $\text{pH} = 2,88$

$\hookrightarrow pK_s = 2 \cdot 2,88 + \log(0,1) = 5,76 - 1 = 4,76 \quad \checkmark$

3b Halbe Menge von NaOH, die bis zum Erreichen des Äquivalenzpunktes nötig ist $V_{\text{eq}} = 25,9 \text{ mL} = 25,9 \cdot 10^{-3} \text{ L}$

Bei dieser Mengen an NaOH liegt der pH-Wert im Pufferpunkt

$\rightarrow$ Anwendung der Henderson-Hasselbalch-Gleichung

$$\text{pH} = pK_s + \log \frac{[A^-]}{[HA]} \quad \text{mit } A^- \hat{=} \text{NaOH} \text{ \& } HA \hat{=} \text{CH}_3\text{COOH}$$

Da am Pufferpunkt $c(A^-) = c(HA)$ gilt, folgt daraus $\text{pH} = pK_s$

$\Rightarrow pK_s = 3,5 \quad \checkmark$

3c pH-Wert am Äquivalenzpunkt: $\text{pH} = 8,6$

$$\text{pH} + \text{pOH} = 14 \rightarrow \text{pOH} = 14 - 8,6 = 5,4$$

Darüber hinaus gilt: $\text{pOH} = \frac{1}{2}(pK_b - \log c(\text{CH}_3\text{COO}^-))$ mit $pK_b = 14 - pK_s$
 $= \frac{1}{2}(14 - pK_s - \log c(\text{CH}_3\text{COO}^-))$

$$\rightarrow pK_s = -2\text{pOH} + 14 - \log c(\text{CH}_3\text{COO}^-)$$

$$= -2 \cdot 5,4 + 14 - \log(0,1) = 14 - 10,8 + 1 = 4,2 \quad \checkmark$$

16.09.18

4 Berechnung des pH-Werts am Äquivalenzpunkt mit $pK_s = 3,5$
mit $pK_B + pK_s = 14$ erhält man
 $pK_B = 10,5$

Weiterhin gilt $pOH = \frac{1}{2} (pK_B - \log c(CH_3COO^-))$
 $= \frac{1}{2} (10,5 - \log(0,1)) = \frac{1}{2} \cdot 11,5 = 5,75$

pH erhält man aus $pOH + pH = 14 \Rightarrow pH = 8,25$ ✓

Graphisch ermittelt: 8,6

→ Der graphisch ermittelte Wert weicht um 4,2 % vom berechneten Wert ab ✓

5 Berechnung des pH-Wertes einer 0,1 molaren Natriumacetatlösung mit $pK_s = 3,5$

Es gilt: $c(CH_3COO^-) = 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}}$

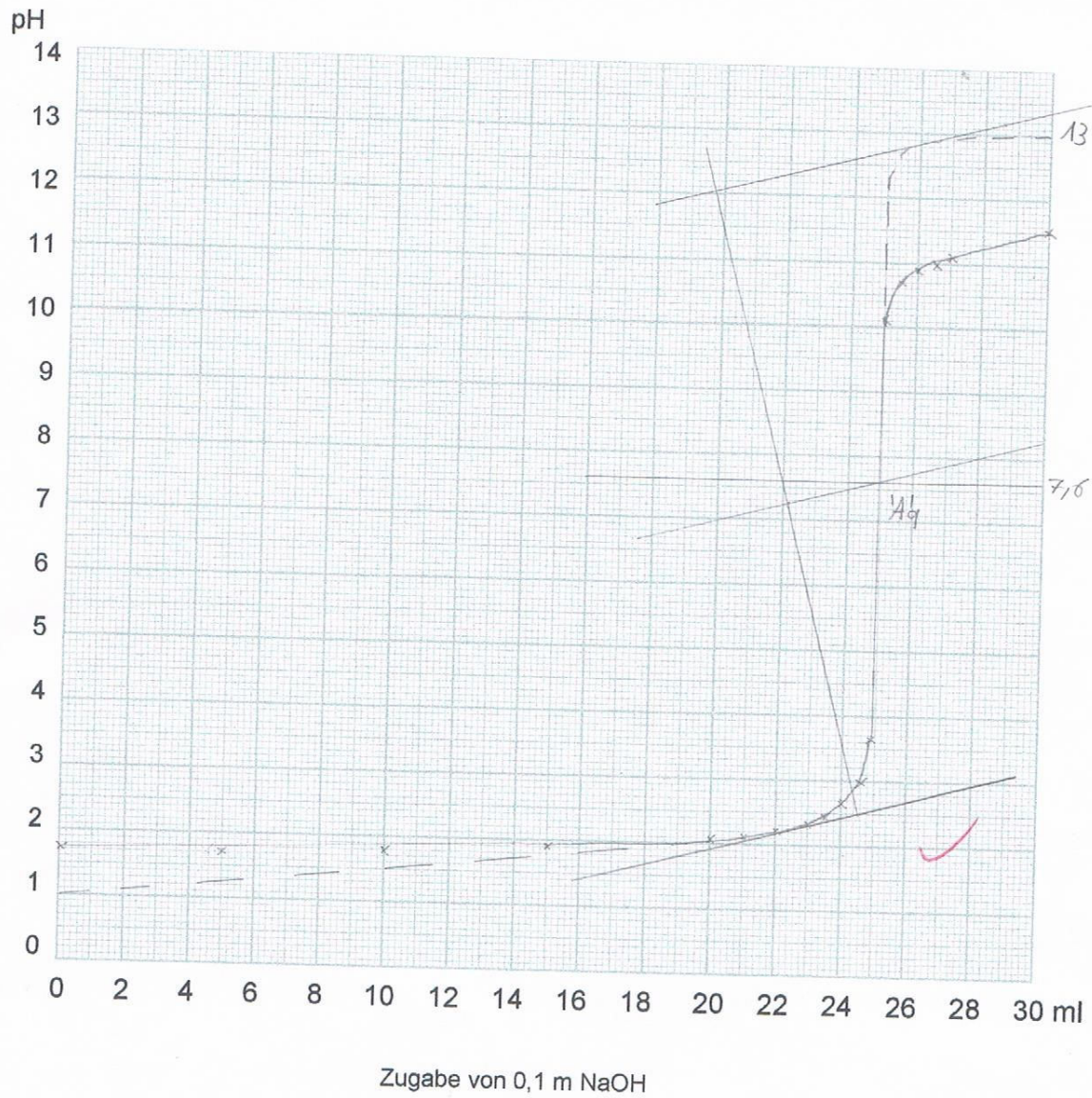
$pK_B = 14 - pK_s = 10,5$

$pOH = \frac{1}{2} (pK_B - \log(0,1)) = \frac{1}{2} (10,5 - (-1)) = 5,75$

$\Rightarrow pH + pOH = 14 \Rightarrow pH = 8,25$ ✓

Aufgrund von schlechten Messwerten werden die Messwerte von Gruppe 21 übernommen.

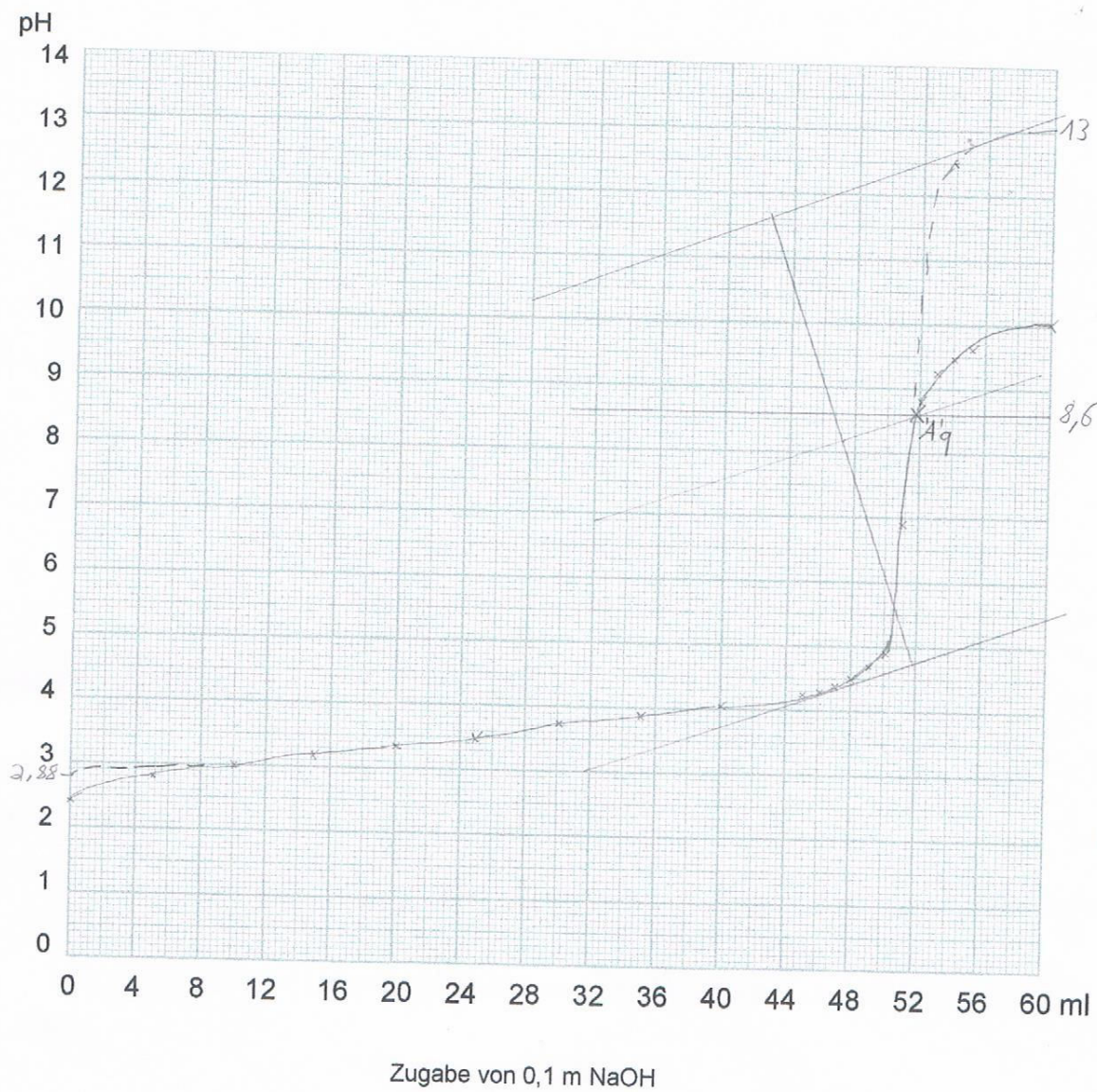
Titration von 0,1 m HCl mit 0,1 m NaOH



--- Soll-Kurve mit Startpunkt pH=1
 Endpunkt pH=13
 Äquivalenzpunkt pH=7,6

Umschlagbereich des Indikators: Bei 25 mL NaOH $\hat{=}$ pH=8,3

Titration von 0,1 m CH_3COOH mit 0,1 m NaOH



--- Soll-Kurve mit Startpunkt: pH=2,88
 Endpunkt: pH=13
 Äquivalenzpunkt pH=8,6

Umschlagsbereich des Indikators: Bei 51 mL $\text{NaOH} \hat{=} \text{pH} = 8,6$



Versuch 2: Säure/Base/Puffer

Versuchsergebnisse (zur Auswertung im Protokollheft erforderliche Daten)

Salzsäure

Essigsäure

HCl-Titration

AcOH-Titration

ml	pH
0,00	2,10
5,00	2,1
10,00	2,17
15,00	2,25
20,00	2,41
21,00	2,42
22,00	2,48
23,00	2,62
23,25	2,55
23,50	2,62
23,75	2,71
24,00	2,79
24,25	2,9
24,50	3,47
24,75	5,1
25,00	8,3
25,25	6,5
25,50	6,53
25,75	6,55
26,00	6,55
26,25	6,5
26,50	6,55
26,75	6,58
27,00	6,61
30,00	7

ml	pH
0,00	2,41
5,00	2,81
10,00	3,04
15,00	3,2
20,00	3,35
25,00	3,5
30,00	3,77
35,00	3,91
40,00	4,06
45,00	4,26
46,00	4,32
47,00	4,38
48,00	4,52
49,00	4,7
50,00	4,9
51,00	6,9
52,00	8,8
53,00	9,25
54,00	9,44
55,00	9,66
60,00	10,06

Umschlagspunkte/-bereiche:

Versuch 1 mit Salzsäure
ca bei 25 ml
Versuch 2 mit Essigsäure
ca bei 51 ml

Versuch 3: Redoxchemie

Disproportionierung: Element tritt bei Redox-Reaktion gleichzeitig als Reduktions- und Oxidationsmittel auf, Am Anfang liegt eine mittlere Oxidationsstufe vor, später tritt teils positive und teils negative Oxidationsstufen auf. ✓

Komproportionierung: Durch gleichzeitige Oxidation und Reduktion wird aus einer höheren und einer niedrigeren Oxidationsstufe zweier Atome des gleichen Elements eine mittlere Oxidationsstufe gebildet. ✓

Reduktionsmittel: Stoff, der Elektronen abgibt und dadurch selbst oxidiert wird und andere Stoffe reduziert
→ Elektronendonator ✓

Oxidationsmittel: Stoff, der Elektronen aufnimmt und dadurch selbst reduziert wird, aber andere Stoffe oxidiert.
→ Elektronenakzeptor ✓

Spannungsreihe

3.1.1a: Zinkgranulen und verdünnte Salzsäure



Oxidation (Ox): $\text{Zn} \rightarrow \overset{+2}{\text{Zn}} + 2\text{e}^-$

Reduktion (Red): $2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{H}_2$



Beobachtung: Gasblasenentwicklung und Wärmeentwicklung ✓

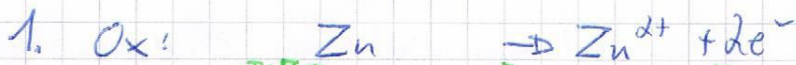
16.08.18



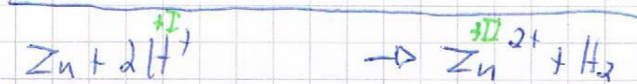
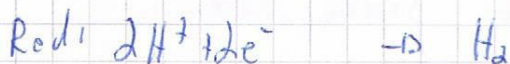
b Kupferspähe und verdünnte Salzsäure

→ ~~ver~~ reagiert nicht; Cu löst sich nicht; kein Elektronenabgabe

3.1.2 c: Zinkgranalien und verdünnte Salpetersäure



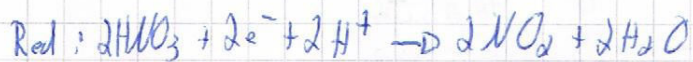
✓



✓

→ Beobachtung: Gasbildung da NO_2 entsteht. Es wird braun und sehr heiß

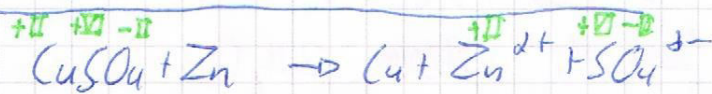
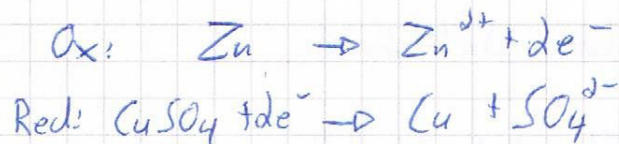
b Kupferspähe mit verdünnter Salpetersäure



Beobachtung: Lösung verfärbt sich türkis-blau

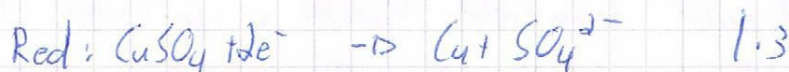
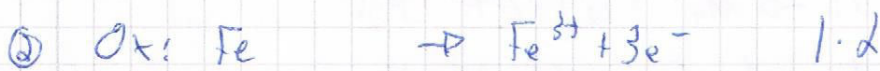
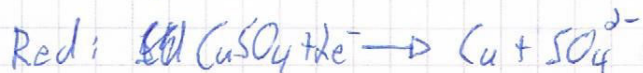
✓

3.2 Zink in Kupfer-Sulfatlösung



Beobachtung: Es entsteht Kupfer; Zink wird zunächst schwarz und im Folgenden rötlich ✓

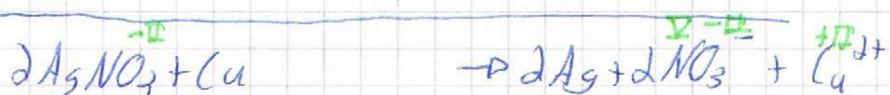
3.3 Eisen in Kupfer-Sulfat-Lösung



Beobachtung: Blaufärbung geht in Gelbfärbung über.

Eisenwolle wird kupferfarben. Zum Schluss rötliche Färbung der Lösung ✓

3.4. Kupfer in Silbernitrat-Lösung



Beobachtung: Es entstehen Silberablagerungen ✓

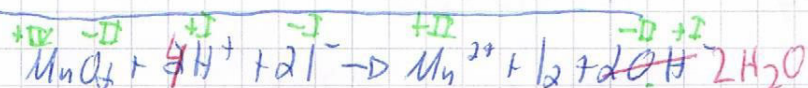
Halogene

3.5.1 Mangan(IV)oxid in konz. Salzsäure



Beobachtung: Chlorgas entweicht; Es kommt zu einer schwarzen Verfärbung

3.5.2 Kalium-Iodid + Schwefelsäure + Mangan(IV)oxid + Toluol

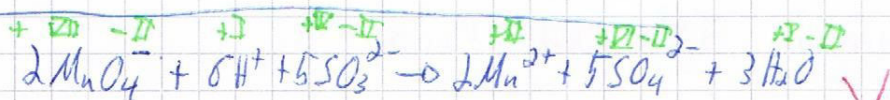
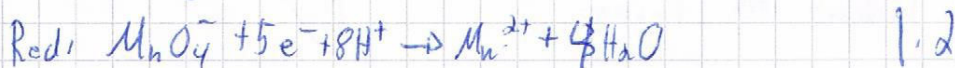
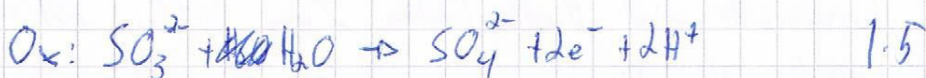


Beobachtung: Iod wird freigesetzt; Violette Verfärbung; Es entstehen zwei verschiedene Phasen

ist zwar richtig, aber so ist besser

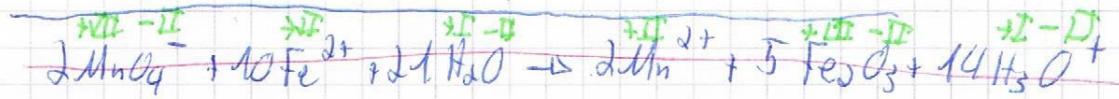
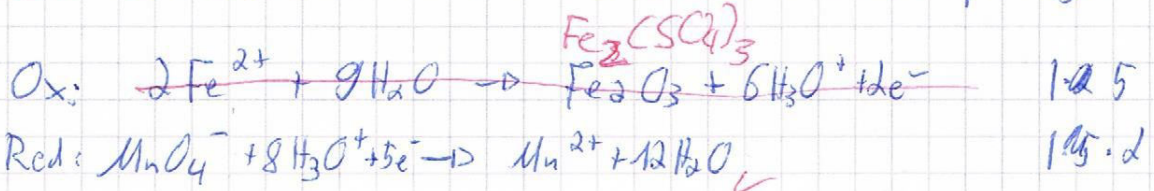
Mangan

3.6.1 Kaliumpermanganat in verd. Schwefelsäure & schwefliger Säure



Beobachtung: Lösung verfärbt sich zuerst in Pink und entfärbt sich dann

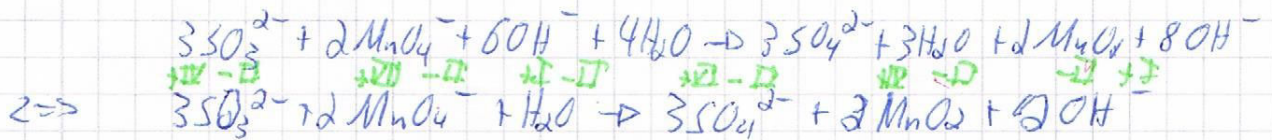
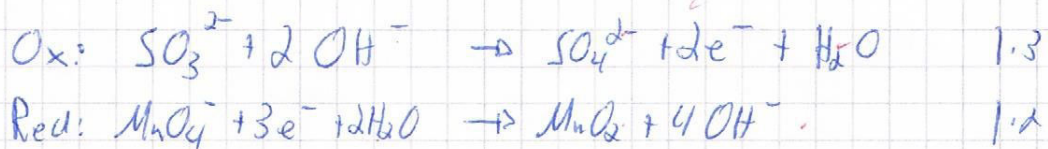
3.6.2 Eisen(II) sulfat in verd. Schwefelsäure & Kaliumpermanganat-Lsg



Beobachtung: Violette Farbe des Permanganat-Ions verschwindet

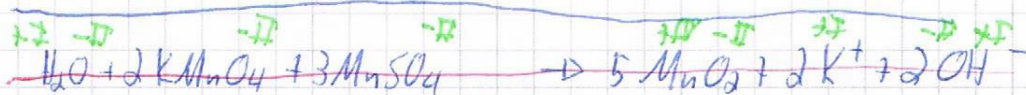
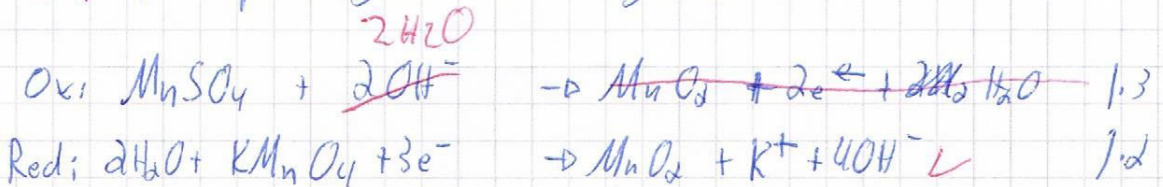
~~Ox~~ es reicht zu Fe^{3+} + Gesamtgleichung nochmal

3.6.3 Kaliumpermanganat-Lsg. mit Natronlauge und Natriumsulfid



Beobachtung: MnO_2 fällt aus; Es bildet sich ein Niederschlag

3.6.4 Kaliumpermanganat mit Mangan(II) sulfat

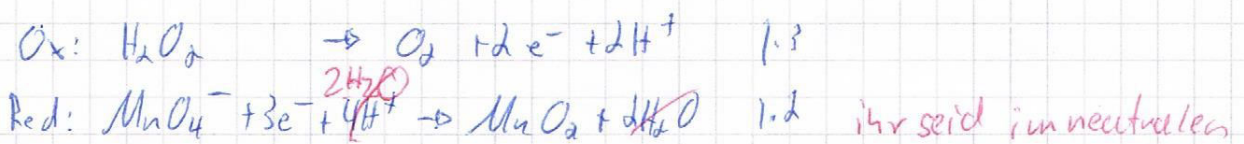


Beobachtung: Es handelt sich um Komproportionierung; Bildung von

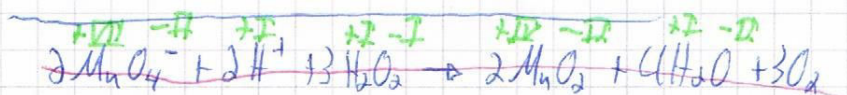
Braunstein ~~& Gasentwicklung~~

~~Ox~~ und Gesamtgleichung nochmal

3.6.5 Kaliumpermanganatlösung mit Wasserstoffperoxid



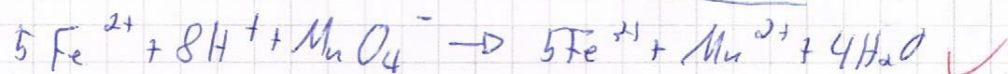
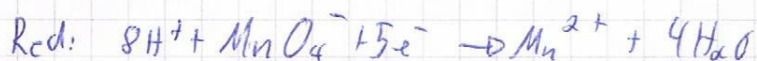
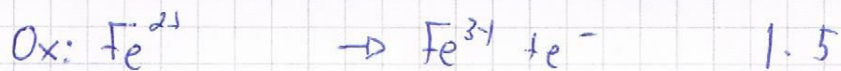
ihx seid im neutralen



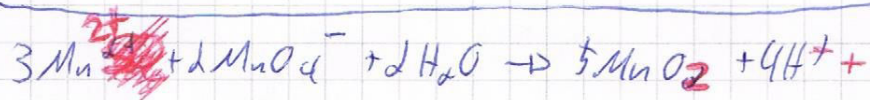
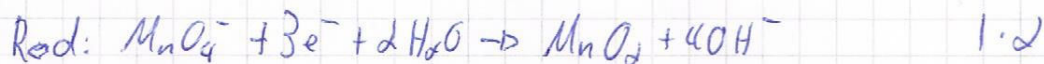
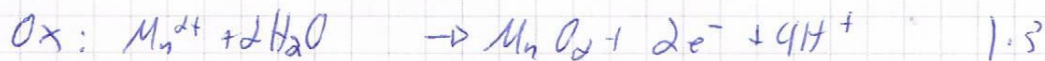
Beobachtung: Sauerstoffentwicklung; violette Lösung wird entfärbt

Ox und Gesamtgleichung nochmal

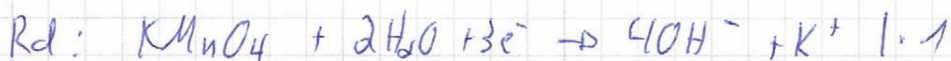
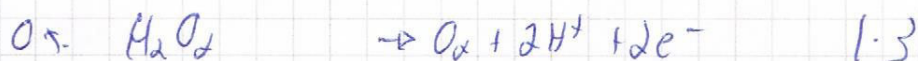
3.6.2



3.6.3

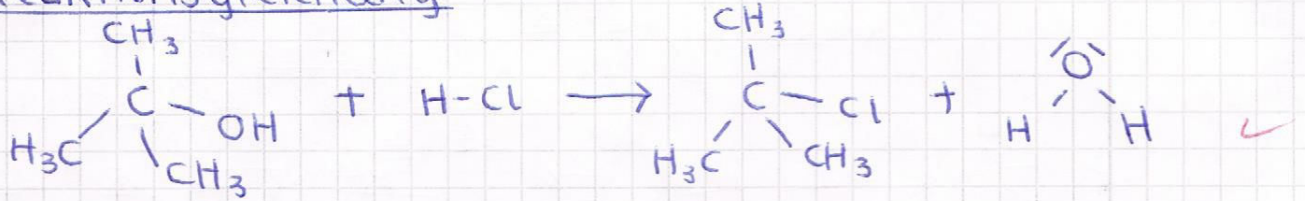


3.6.5



Versuch 4: Nucleophile Substitution

Reaktionsgleichung



tert-Butanol
74,12 g/mol

Salzsäure (37%)
36,4 g/mol

tert-Butyl-
chlorid
92,57 g/mol

Wasser
18,015 g/mol

Ansatz

tert-Butanol: 37 mL, $\rho = 0,78 \text{ g/mL}$, 28,86 g, 0,39 mol ✓

Salzsäure: 94 mL, $\rho = 1,20 \text{ g/mL}$, 41,74 g, 1,15 mol

Durchführung:

37 mL tert-Butanol ^(0,39 mol) wurden mit 94 mL konzentrierter Salzsäure (37%) gemischt und anschließend 15 min im ~~Abzug~~ gemischt. Dabei entstanden zwei Phasen, von denen wir die wässrige verworfen haben und die organische zunächst mit Natriumhydrogencarbonat-Lösung neutralisiert und dann mit Natriumchlorid-Lösung gewaschen haben.

(→ Beobachtung: Trennung der Phasen erschwert durch Spiegelung am Kolben, Phasen wurden mit Hilfe von Wasser erkenntlicher gemacht) gerührt
hier nicht
mit
Feinleuchten

Anschließend wurde die organische Phase ~~mit~~ ^{aber} Calciumchlorid getrocknet, bis das Calciumchlorid am Boden festgetrocknet ist. ^{zu viel}

(→ Beobachtung: kein pH-Papier vorhanden, Neutralisation durch "Zischen" überprüfen)

Abschließend wurde die Lösung destilliert, woraus sich nach dem Vorlauf das tert-

Butylchlorid ~~ergab~~. Das klingt als wäre es da entstanden. Die Destillation dient jedoch "nur" der Aufreinigung des Produktes.

Ausbeuteberechnung

• Ausbeute in g :

$$m(\text{tertBuCl}) = 10,75 \text{ g}$$

• Ausbeute in mol :

$$n(\text{tertBuCl}) = \frac{m(\text{tertBuCl})}{M(\text{tertBuCl})} = 0,12 \text{ mol}$$

• Ausbeute in % :

$$\frac{n(\text{tertBuCl})}{n_{\text{theor}}(\text{tertBuCl})} \cdot 100\% = 30,77\% \quad \checkmark$$

Gemessene Werte

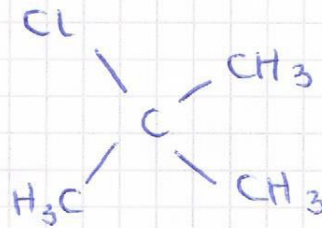
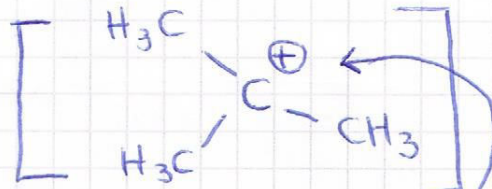
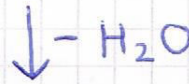
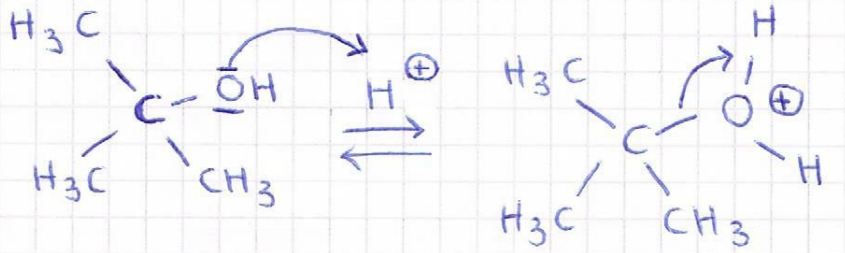
• Siedepunkt: 40°C
• Brechungsindex: 1,386

→ Literaturwerte: Siedepkt: 51°C
Brechungsindex: $n_{D20} = 1,3848$

Fehleranalyse

- Spiegelung am Kolben
→ erschwert Ermittlung der Phasen
- (versehentlich mehrfach mit Natriumchlorid gewaschen) Das macht nichts
- (→ ein Teil der organischen Lösung wurde zu Beginn in der wässrigen Lösung vergessen und musste nachträglich gewaschen werden Das macht auch nichts, wenn man den Teil nicht wegwirft!))
- kein pH-Papier vorhanden
- beim Vorlauf sind zu viele Tropfen rausgetropft
- kleiner Rest ist nach Destillation im Glas übrig geblieben

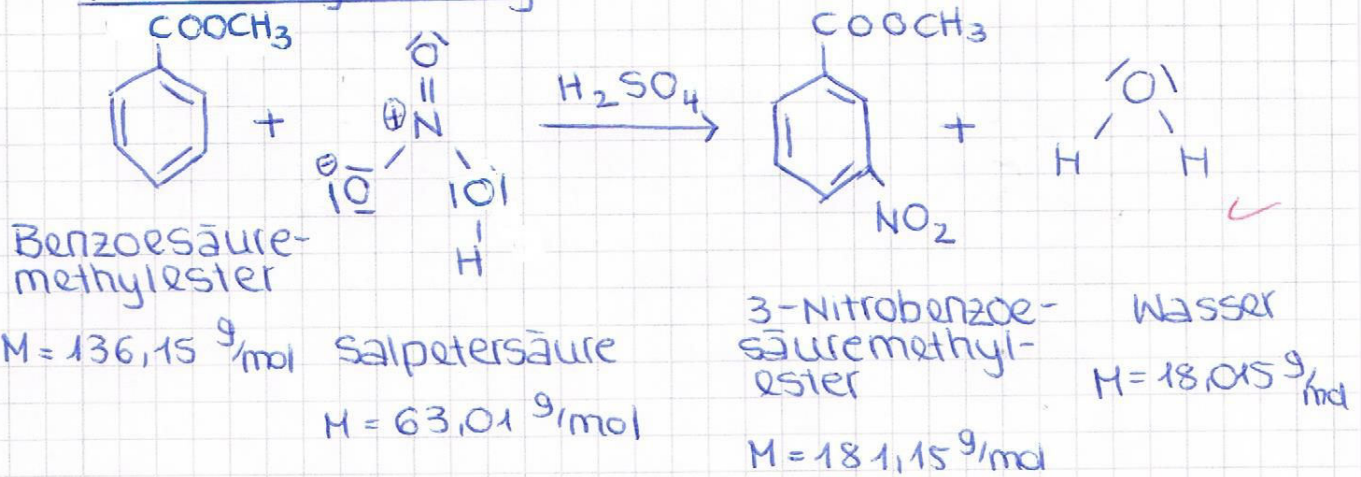
Reaktionsmechanismus



Protouell ou:)

Versuch 5: Nitrierung von Benzoesäuremethylester

Reaktionsgleichung



Ansatz mit $H = \frac{m}{n}$ und $\rho = \frac{m}{V}$

Benzoessäuremethylester:

- $V = 6,2 \text{ ml}$
- $\rho = 1,09 \text{ g/ml}$
- $m = 6,76 \text{ g}$
- $n = 0,05 \text{ mol}$

Salpetersäure

- $V = 4,5 \text{ ml}$
- $\rho = 1,51 \text{ g/ml}$
- $m = 4,42 \text{ g}$
- $n = 0,07 \text{ mol}$

Schwefelsäure

- $V = 4,5 \text{ ml}$
- $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$
- $m = 7,95 \text{ g}$
- $n = 0,08 \text{ mol}$

Durchführung

„... m bzw V vor den Stoff, Stoffmenge dazunehmen“
Nachdem die konzentrierte Schwefelsäure auf 0° runtergekühlt wurde, wird (50 mmol) Benzoesäuremethylester unter Rühren zugegeben. Anschließend wird bei unter 15° eine Nitriersäuremischung aus konz. Salpetersäure und konz. Schwefelsäure zugegeben.
zum Schluss 20 Min. bei Raumtemperatur rühren.

↓ ? warum ein Absatz
(Nachdem das Reaktionsgemisch auf Eis gegossen wurde und anschließend durch den Büchner-Trichter, wird es abwechselnd mit Wasser, Natriumhydrogencarbonat, Wasser und Methanol gewaschen.)

* Der entstandene Feststoff wird über einen Büchner-Trichter gesaugt und angetrocknet...

aw 15.11. Zum Schluss wird die Umkristallisation in Methanol vorgenommen. Das Gemisch wird unter Rühren bis zur Siedetemperatur des Methanols (80°C) erhitzt. Im Anschluss an die Umkristallisation wird die Lösung im Eisbad auskristallisiert und der entstandene Feststoff über einen Büchner-Trichter abgesaugt. Der Schmelzpunkt wurde bestimmt zu viel

Ausbeuteberechnung

• Ausbeute in g: $m = 5,48\text{ g}$

• Ausbeute in mol:

$$n = \frac{m}{M} = 0,03\text{ mol}$$

• Ausbeute in %:

$$\frac{n}{n_{\text{theor}}} \cdot 100\% = 60,5\%$$

Gemessene Werte

• Schmelzpunkt: $70,5^{\circ}\text{C}$

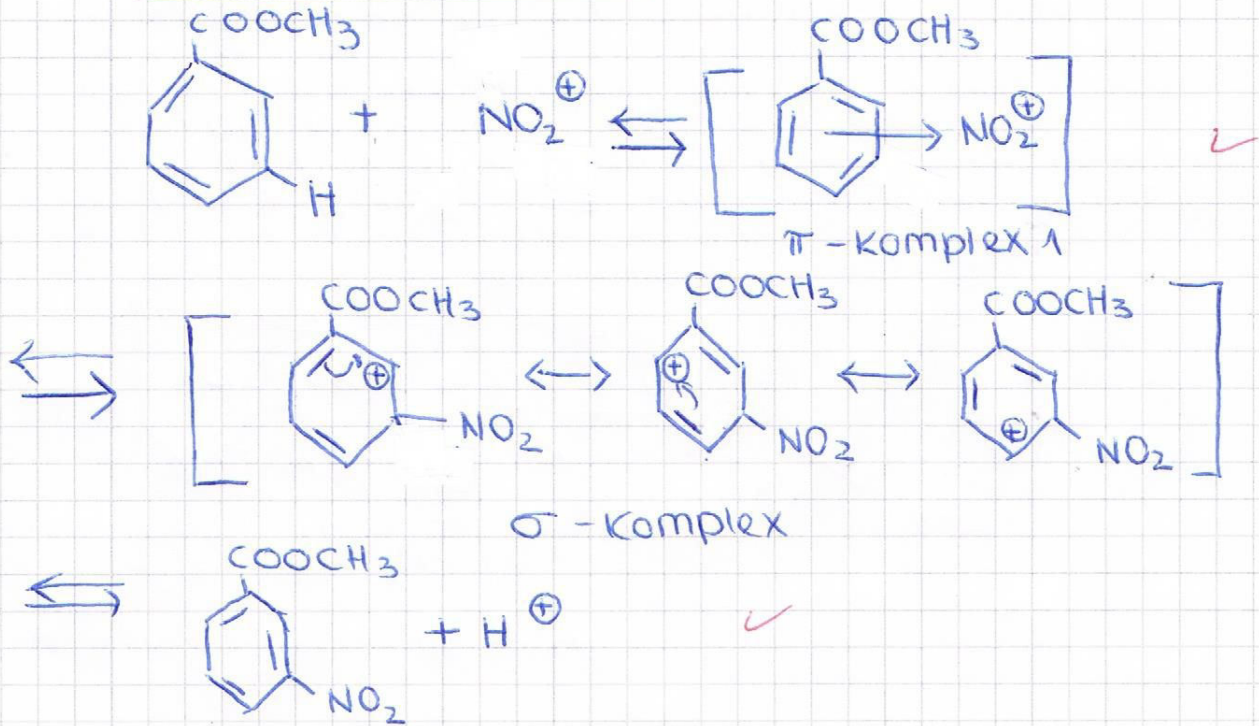
→ Literaturwert: 78°C

Mögliche Fehlerquellen

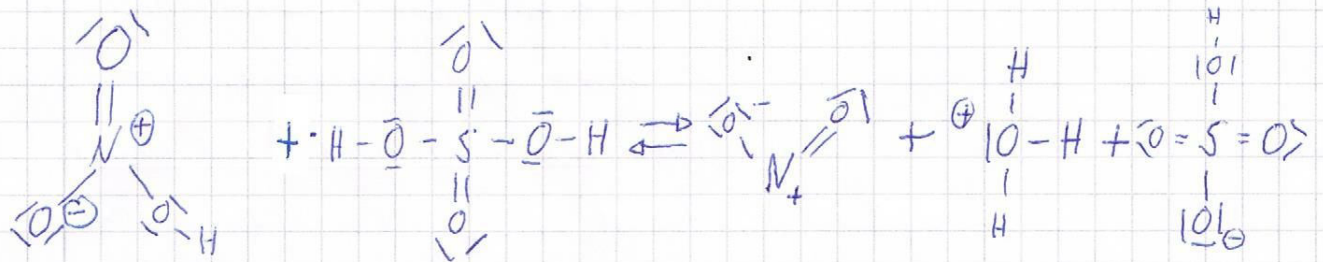
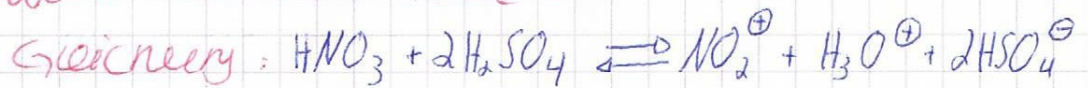
- Wenn man bei zu niedriger Temperatur das Gemisch rührt ($t_{\text{so}} < RT$) nope
- Messungenauigkeiten beim abfüllen der Flüssigkeiten
→ Rückstände bleiben in den Gefäßen ✓
- Wenn man Lösungen zu schnell zusammen kippt, statt zu tropfen wenn gefordert ✓
- zu (wenig) Abwägen, Produkt nicht vollständig auskristallisiert.

Durchführung bitte nochmal schreiben

Reaktionsmechanismus



Wohin kommt NO_2^+ ?



Korrigierte Durchführung:

13,5 ml konzentrierte Schwefelsäure (0,24 mol) werden vorgelegt und auf 0°C gekühlt. In die gekühlte Schwefelsäure wird unter Rühren 6,2 ml Benzoesäuremethylester (50 mmol) zugegeben. Anschließend wird bei unter 15°C eine Nitriersäuremischung aus 4,5 ml konzentrierter Salpetersäure und 4,5 ml konzentrierter Schwefelsäure zugetropft. Zum Schluss 20 min bei Raumtemperatur rühren.

Der entstandene Feststoff wird über einen Büchner-Trichter getrocknet. Anschließend wird die Umkristallisation aus 15 ml Methanol vorgenommen. Im Anschluss an die Umkristallisation wird die Lösung im Eisbad auskristallisiert und der entstandene Feststoff über einen Büchner-Trichter abgesaugt. Zum Schluss wird der Schmelzpunkt bestimmt.

passt :)