

Versuch 1: Qualitative Analyse

geg.: Probe 7:

1. Vorproben

Löslichkeitsprobe:

Die Ursubstanz wurde zunächst mit Wasser versetzt und auf ihre Löslichkeit untersucht. Da sie sich darin nicht vollständig löste, wurde die Lösung erwärmt. Dies veränderte die Löslichkeit jedoch auch nicht. Daraufhin wurde der Ursubstanz Salzsäure (HCl) zugegeben, in welcher sie sich vollständig löste.

→ HCl wurde als geeignetes Lösungsmittel für die weiteren Untersuchungen verwendet.

Flammenfärbung:

Bei der Flammenfärbung der Ursubstanz wurde ein Magnesiastäbchen zunächst in einer Bunsenbrennerflamme gereinigt, abgekühlt, in HCl gegeben und dann in die Ursubstanz gegeben.

Das Magnesiastäbchen wurde dann in die Flamme gehalten und es lies sich dabei eine intensiv gelbe, langanhaltende und zusätzlich grüne Flammenfärbung beobachten.

→ intensiv gelbe und langanhaltende Flamme: Nachweis für Na^+ (Kation)

→ grüne Flamme: Hinweis auf Ba^{2+} oder Cu^{2+}

2. Positive Einzelnachweise

Kupfer(II)-Ionen: Cu^{2+} (Kation)

Die Probenlösung wurde mit konzentrierter Ammoniaklösung (NH_3) versetzt. Dabei entstand eine charakteristische tiefblaue Färbung, wodurch Cu^{2+} -Ionen nachgewiesen wurden.

Die tiefblaue Färbung zeigt die Bildung des Tetraamminkupfer(II)-Komplex ($[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$) an.

→ Reaktionsgleichung: $\text{Cu}^{2+} + 4\text{NH}_3 \rightarrow [\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$

→ Reaktionstyp: Komplexbildungsreaktion

Sulfat-Ionen: SO_4^{2-} (Anion)

Die Probenlösung wurde mit verdünnter Salzsäure angesäuert und anschließend mit Bariumchlorid-Lösung (BaCl_2) versetzt. Dabei entstand ein weißer Niederschlag aus Bariumsulfat (BaSO_4), wodurch SO_4^{2-} -Ionen nachgewiesen wurden.

→ Reaktionsgleichung: $\text{Ba}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} \rightarrow \text{BaSO}_4 \downarrow$

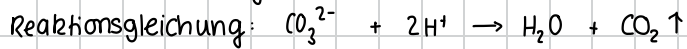
→ Reaktionstyp: Fällungsreaktion

↖ Feststoff fällt aus

Carbonat - Ionen: CO_3^{2-} (Anion)

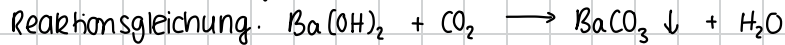
Die Ursubstanz wurde mit Säure versetzt, wobei eine Gasentwicklung beobachtet wurde. Das entstandene Gas wurde in Bariumhydroxid-Lösung $[\text{Ba}(\text{OH})_2]$ geleitet, wobei eine weiße Trübung/Niederschlag entstand. Damit wurde das entstandene Gas als CO_2 bestätigt und somit CO_3^{2-} nachgewiesen.

→ Reaktion 1: Bildung von CO_2



Reaktionstyp: Säure-Base-Reaktion

→ Reaktion 2: Bestätigung des CO_2



Reaktionstyp: Fällungsreaktion

3. Negative Einzelnachweise

Einzelnachweise für NO_3^- , Cl^- , SCN^- , K^+ , NH_4^+ , Ca^{2+} , Ba^{2+} , Mg^{2+} , Fe^{3+}

4. Ergebnis

Durch die qualitative Analyse konnten die beiden Kationen Na^+ und Cu^{2+} , sowie die beiden Anionen SO_4^{2-} und CO_3^{2-} erfolgreich in der Ursubstanz nachgewiesen werden.

Damit konnte die Zusammensetzung der unbekannten Probe hinsichtlich der untersuchten Ionen bestimmt werden.

Versuch 2: Säure - Base - Puffer

1. Äquivalenzpunkte

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

→ Äquivalenzpunkt: $\text{pH} = 6,95$

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

→ Äquivalenzpunkt: $\text{pH} = 8,9$

→ Der verwendete Indikator Phenolphthalein ist grundsätzlich für die Titration von Essigsäure mit Natronlauge geeignet, da der Äquivalenzpunkt im basischen Bereich liegt. Der experimentell beobachtete Umschlagspunkt bei 48 ml lag nur geringfügig über dem theoretisch bestimmten Äquivalenzvolumen von 47 ml. Die Abweichung der pH-Werte von 11,02 und 8,9 deuten darauf hin, dass der Farbumschlag experimentell erst nach Überschreiten des Äquivalenzpunktes erkannt wurde.

2. Berechnung des pK_s von Essigsäure

a.) CH_3COOH schwache Säure:

$$\rightarrow \text{pH} = -\log[(K_s \cdot c(\text{CH}_3\text{COOH}))^{1/2}] = 1/2 [\text{pK}_s - \log(c(\text{CH}_3\text{COOH}))]$$

$$\begin{aligned} \text{pK}_s &= 2 \cdot \text{pH} + \log(c(\text{CH}_3\text{COOH})) \\ &= 2 \cdot 2,60 + \log(0,1) = 4,20 \end{aligned}$$

b.) Halbe Natronlauge menge bis zur Erreichung des Äquivalenzpunktes: 24 ml

$$\begin{aligned} \rightarrow \text{Im Pufferbereich: } \text{pH} &= \text{pK}_s + \log \frac{[A^-]}{[HA]} \\ \text{pK}_s &= \text{pH} - \log \frac{[c(\text{NaOH})]}{[c(\text{CH}_3\text{COOH})]} = 4,4 - \log \frac{[c(\text{NaOH})]}{[c(\text{CH}_3\text{COOH})]} \end{aligned}$$

$A^- = c(\text{NaOH})$
 $HA = c(\text{CH}_3\text{COOH})$

$$\begin{aligned} \rightarrow \text{Im Pufferbereich gilt: } c(A^-) &= c(HA) \rightarrow c(\text{NaOH}) = c(\text{CH}_3\text{COOH}) \\ \text{pK}_s &= 4,4 - \log(1) = 4,4 \end{aligned}$$

c.) pK_s -Wert im Äquivalenzpunkt $\text{pH} = 8,9$

$$\begin{aligned} \rightarrow \text{pH} + \text{pOH} &= 14 \\ \text{pOH} &= 14 - 8,9 = 5,1 \end{aligned}$$

$$\rightarrow \text{Es gilt: } \text{pK}_B + \text{pK}_S = 14$$

pK_B -Wert: CH_3COOH schwache Säure:

$$\text{pOH} = 1/2 (\text{pK}_B - \log(c(\text{CH}_3\text{COO}^-)))$$

$$-\text{pK}_B = -2 \text{pOH} - \log(c(\text{CH}_3\text{COO}^-))$$

$$\text{pK}_S = -2 \text{pOH} + 14 - \log(c(\text{CH}_3\text{COO}^-)) \quad \text{mit } n_0(\text{CH}_3\text{COOH}) = n_{\text{ÄP}}(\text{CH}_3\text{COO}^-)$$

$$\text{pK}_S = -2 \cdot 5,1 + 14 - \log\left(\frac{n_{\text{ÄP}}(\text{CH}_3\text{COO}^-)}{V_{\text{ges}}}\right)$$

$$= -10,2 + 14 - \log\left(\frac{0,1 \text{ M} \cdot 50 \text{ ml}}{50 \text{ ml} + 47 \text{ ml}}\right) = 3,8 - \log\left(\frac{5 \text{ ml}}{97 \text{ ml}}\right) = 5,09$$

3 Berechnung des pH-Werts am Äquivalenzpunkt

→ pK_S aus 2b.) $pK_S = 4,4$

$$pK_B + pK_S = 14$$

$$pK_B = 14 - 4,4 = 9,6$$

→ Es gilt: $pOH = \frac{1}{2} \cdot [pK_B - \log(c \cdot (CH_3COO^-))]$
 $= \frac{1}{2} \cdot [9,6 - \log(\frac{5}{87})] = 5,44$

→ $pH + pOH = 14$

$$pH = 14 - 5,44 = 8,56$$

→ pH am Äquivalenzpunkt graphisch ermittelt: $pH = 8,9$

Die Abweichung des graphischen vom rechnerischen pH-Wert beträgt ca. 4%.

Die geringe Abweichung kann durch Messungenauigkeiten des pH-Meters, Ungenauigkeiten bei der Zugabe der Natronlauge, sowie durch die graphische Bestimmung des Äquivalenzpunktes verursacht worden sein.

4. Berechnung des pH-Werts für 0,1 molare Natriumacetatlösung

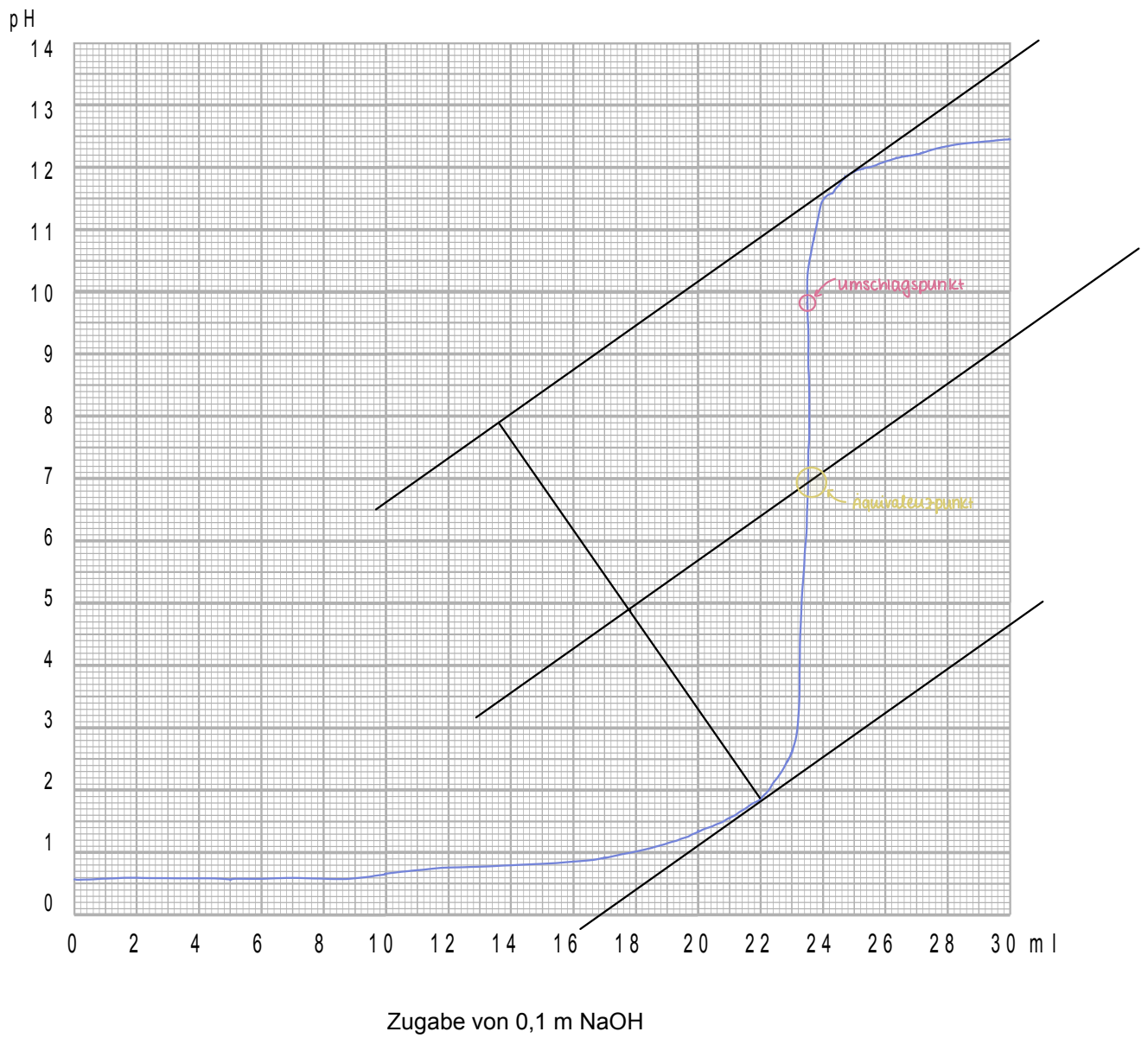
→ Natriumacetat = $C_2H_3NaO_2$ → $c(C_2H_3NaO_2) = 0,1 \text{ mol/l}$
 $pK_S = 4,4$

→ $pK_B = 14 - pK_S = 14 - 4,4 = 9,6$

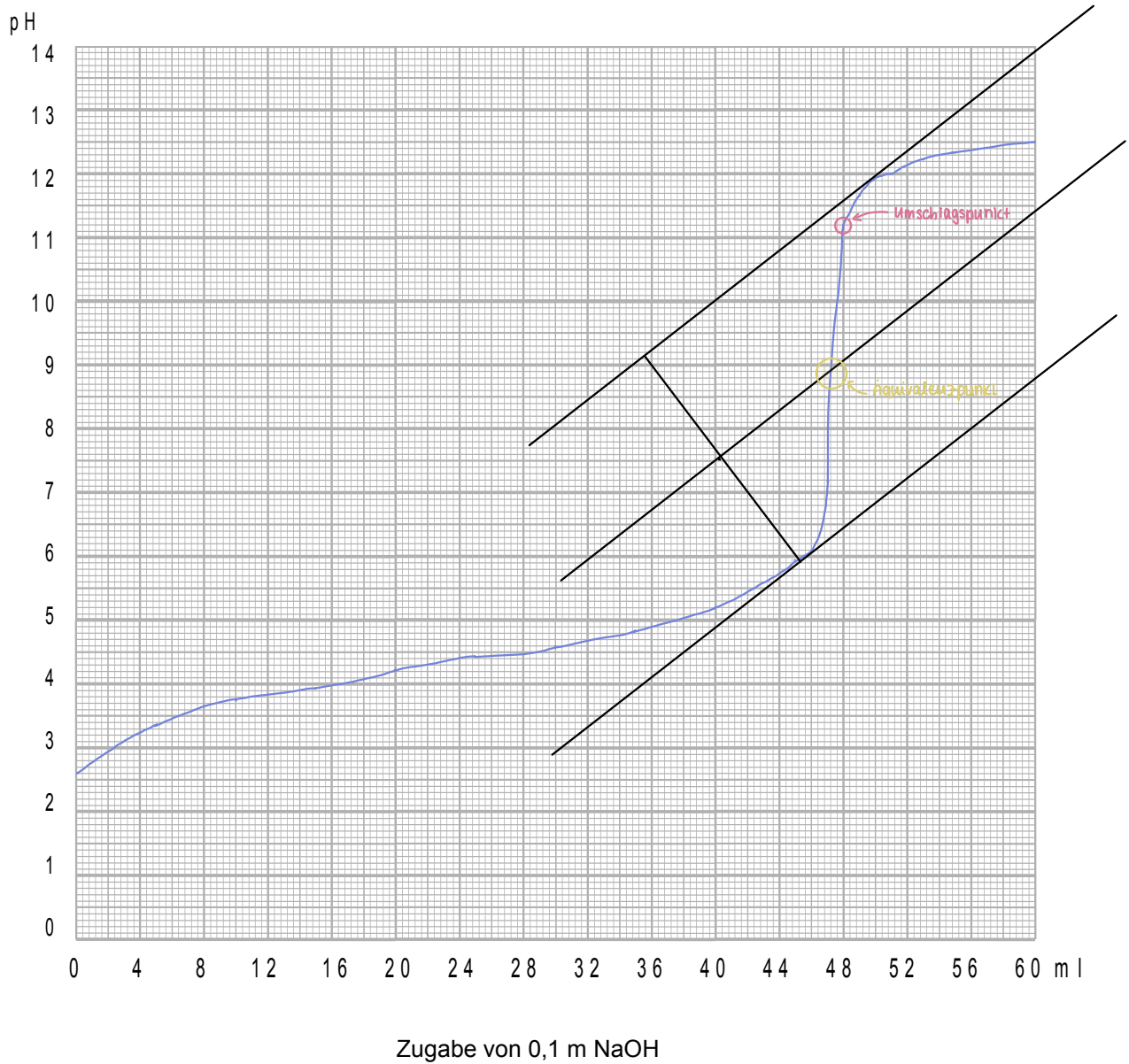
$$pOH = \frac{1}{2} (pK_B - \log(c(C_2H_3NaO_2))) = \frac{1}{2} (9,6 - \log(0,1)) = 5,3$$

→ $pH = 14 - pOH = 14 - 5,3 = 8,7$

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



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



Versuch 3: Redoxchemie

1. Begrifflichkeiten

Disproportionierung: Eine Disproportionierung ist eine Redoxreaktion, bei der ein Element in einer mittleren Oxidationsstufe gleichzeitig oxidiert und reduziert wird. Nach der Reaktion liegt das Element daher in einer höheren und einer niedrigeren Oxidationsstufe vor.

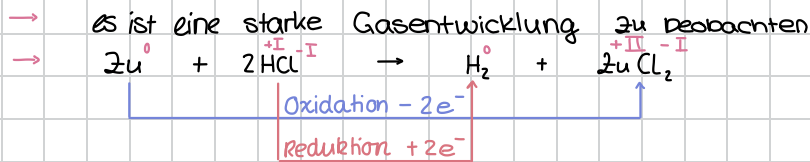
Komproportionierung: Eine Komproportionierung ist das Gegenteil der Disproportionierung. Ein Element liegt zunächst in zwei unterschiedlichen Oxidationsstufen vor und reagiert durch gleichzeitige Oxidation und Reduktion zu einer mittleren Oxidationsstufe.

Reduktionsmittel: Ein Reduktionsmittel ist ein Stoff, der Elektronen abgibt. Dabei wird das Reduktionsmittel selbst oxidiert und reduziert seinen Reaktionspartner. Es wirkt als Elektronendonator.

Oxidationsmittel: Ein Oxidationsmittel ist ein Stoff, der Elektronen aufnimmt. Dabei wird das Oxidationsmittel selbst reduziert und oxidiert seinen Reaktionspartner. Es wirkt als Elektronenakzeptor.

2. Spannungsreihe

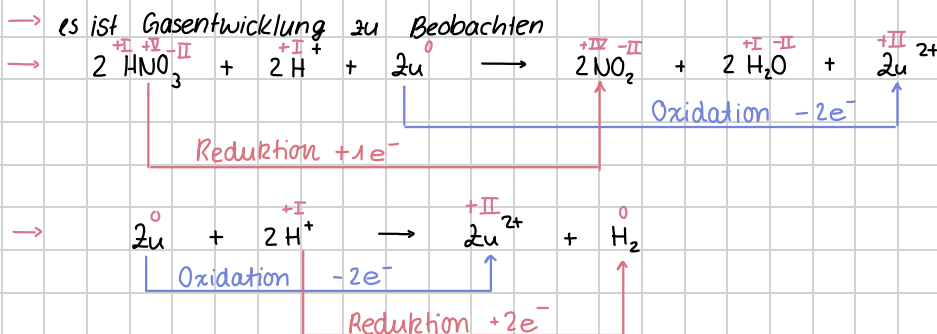
1.a) Wir übergießen Zinkgranalien mit verdünnter Salzsäure (HCl)



b.) Wir übergießen Kupferspäne mit verdünnter Salzsäure (HCl)

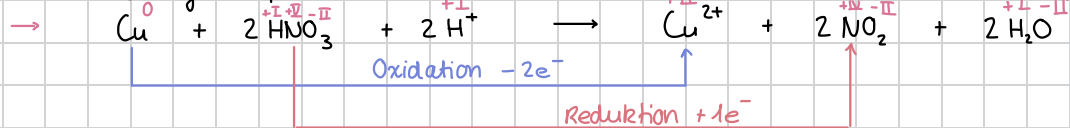
→ es ist nichts zu beobachten, da keine Reaktion stattfindet
Cu löst sich nicht/es findet kein Elektronentransfer statt

2a.) Wir übergießen Zinkgranalien mit verdünnter Salpetersäure (HNO₃)



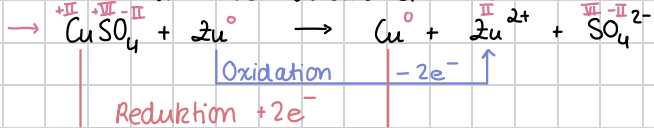
b.) Wir übergießen Kupferspäne mit verdünnter Salpetersäure (HNO_3)

→ Die Lösung verfärbt sich türkis-blau.



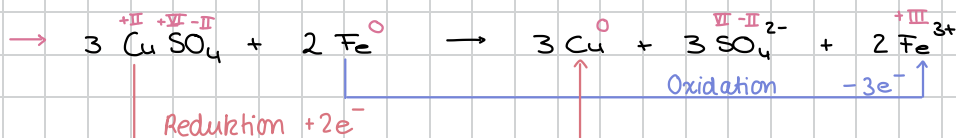
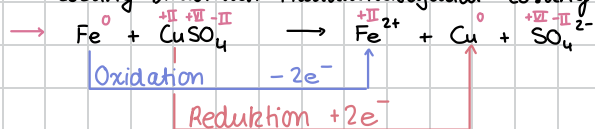
3. Zink in Kupfer-Sulfatlösung

→ Das Zink wird zunächst schwarz und dann rötlich. Es entsteht Kupfer



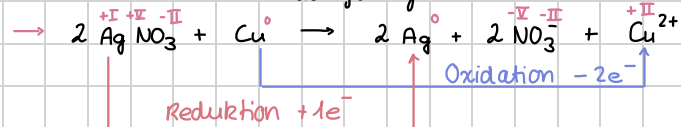
4. Eisen in Kupfer-Sulfat-Lösung

→ Die Lösung wird klar und die Eisenwolle nimmt eine rotbräunliche Färbung an. Die delaktierte Lösung bildet mit Kaliumthiocyanat-Lösung (KSCN) einen rotbraunen Schleier.



5. Kupfer mit Silbernitrat-Lösung

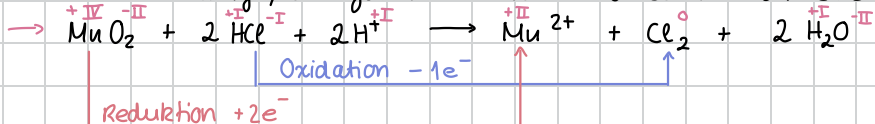
→ Es entstehen Silberablagerungen



3. Halogene

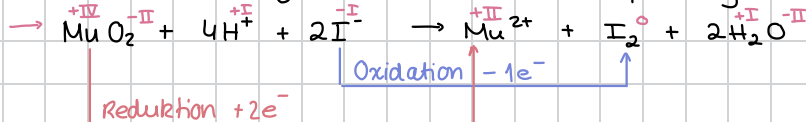
1. Mangan (IV) oxid in konzentrierter Salzsäure

→ Gaseentwicklung, Chlorgas leicht riechbar. Es kommt zu einer schwarzen Verfärbung



2. Kalium - Iodid + Schwefelsäure + Mangan(IV)oxid + Toluol

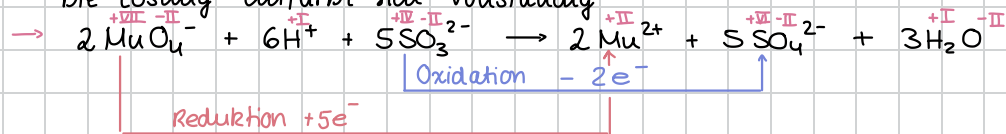
→ Iod wird freigesetzt Grau-braune Verfärbung mit pinkem Ring oberhalb und Absatz



4. Mangan

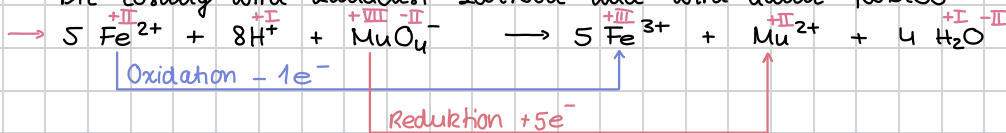
1. Kaliumpermanganat-Lösung in verd. Schwefelsäure zu schwefeliger Säure

→ Die Lösung entfärbt sich vollständig



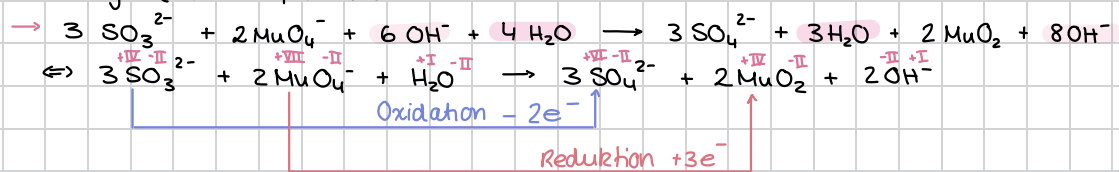
2. Eisen (II) sulfat in verd. Schwefelsäure zu Kaliumpermanganat-Lösung

→ Die Lösung wird zunächst zartrosa und wird dann farblos



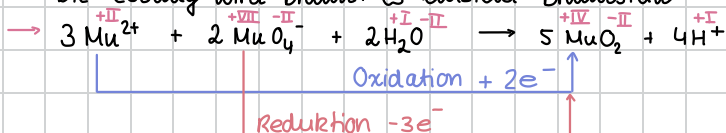
3. Kaliumpermanganat-Lösung mit Natronlauge und Natriumsulfit-Lösung

→ Die Lösung wechselt ihre Farbe von blau zu grün, zu gelbgrün, zu braun. Mangan(IV)oxid fällt aus.



4. Kaliumpermanganat-Lösung mit Mangan(II)sulfat

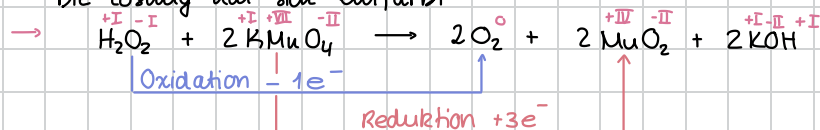
→ Die Lösung wird braun. Es entsteht Braunstein



5. Kaliumpermanganat-Lösung mit Wasserstoffperoxid

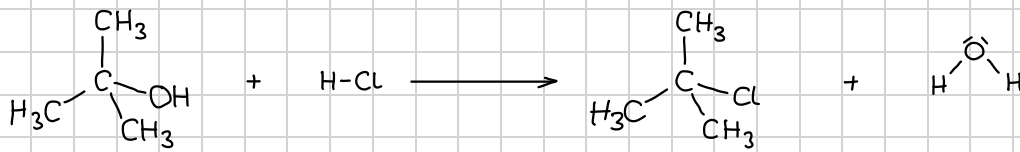
→ Starke Gasentwicklung; es bildet sich ein brauner Feststoff, der sich am Glasrand absetzt.

Die Lösung hat sich entfärbt



Versuch 4: Nucleophile Substitution

1. Reaktionsgleichung



tert-Butanol

Salzsäure (37%)

tert-Butylchlorid

Wasser

$$\begin{array}{ccccccc} \text{C}_4\text{H}_9\text{OH} & + & \text{HCl} & \longrightarrow & \text{C}_4\text{H}_9\text{Cl} & + & \text{H}_2\text{O} \\ M = (4 \cdot 12,011 + 10 \cdot 1,008 + 16) \frac{\text{g}}{\text{mol}} & & M = (1,008 + 35,453) \frac{\text{g}}{\text{mol}} & & M = (4 \cdot 12,011 + 9 \cdot 1,008 + 35,453) \frac{\text{g}}{\text{mol}} & & M = (2 \cdot 1,008 + 16) \frac{\text{g}}{\text{mol}} \\ = 74,124 \frac{\text{g}}{\text{mol}} & & = 36,461 \frac{\text{g}}{\text{mol}} & & = 92,569 \frac{\text{g}}{\text{mol}} & & = 18,016 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \end{array}$$

2. Ansatz der Reaktanden

tert-Butanol (37 ml):		Salzsäure (37%, 94 ml):	
ρ	0,79 g/ml	ρ	1,19 g/ml
V	37 ml	V	94 ml
m	$(37 \text{ ml} \cdot 0,79 \frac{\text{g}}{\text{ml}}) = 29,23 \text{ g}$	m	$(94 \text{ ml} \cdot 1,19 \frac{\text{g}}{\text{ml}}) = 111,86 \text{ g} \rightarrow 111,86 \text{ g} \cdot 0,37 (\text{Konz.}) = 41,39 \text{ g}$
n	$(29,23 \text{ g} / 74,124 \frac{\text{g}}{\text{mol}}) = 0,394 \text{ mol}$	n	$(41,39 \text{ g} / 36,461 \frac{\text{g}}{\text{mol}}) = 1,135 \text{ mol}$

3. Durchführung

Zunächst geben wir tert-Butanol (37 ml) und Salzsäure (37%, 94 ml) bei Raumtemperatur in einen Erlenmeyer-Kolben und rühren diese für 30 Minuten.

Anschließend wird die Mischung in einen Scheidetrichter gegeben, in welchem die entstandene organische Phase von der wässrigen Phase getrennt wird und drei mal mit gesättigter Natriumhydrogencarbonat-Lösung (NaHCO_3) bis zur vollständigen Neutralisation, sowie danach mit gesättigter Natriumchlorid-Lösung (NaCl) gewaschen wird.

Die organische Phase wird über wasserfreies Calciumchlorid (CaCl_2) getrocknet und das Trockenmittel anschließend abfiltriert.

Folgend wurde das Filtrat fraktioniert destilliert bzgl. des Siedepunkts, sowie der Brechungsindex des tert-Butylchlorids bestimmt.

4. Ausbeuteberechnung:

$$\text{Ausbeute in g: } m(\text{tert BuCl}) = 25,12 \text{ g}$$

$$\text{Ausbeute in mol: } n(\text{tert BuCl}) = \frac{m(\text{tert BuCl})}{M(\text{tert BuCl})} = \frac{25,12 \text{ g}}{92,569 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 0,2713 \text{ mol}$$

$$\text{Ausbeute in \% : } \frac{n(\text{tert BuCl})}{n_{\text{theor}}(\text{tert BuCl})} \cdot 100 \% = \frac{0,2713 \text{ mol}}{0,394 \text{ mol}} \cdot 100 \% = 69,74 \% \approx 70 \%$$

Vgl. Literaturausbeute: 77%

→ Mögliche Fehlerquellen könnten Produktverluste während der Phasentrennung, dem Waschen und Trocknen sein, sowie Verluste bei der Destillation.

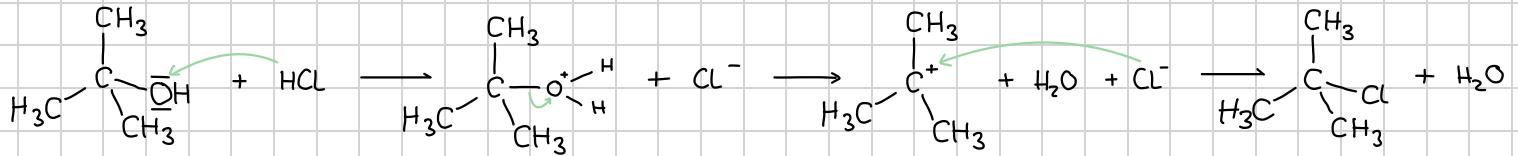
5. Siedepunkt und Brechungsindex

unser Siedepunkt: 51°C $\hat{=}$ Literaturwert Siedepunkt: 51°C

Brechungsindex n_D^{20} : 1,383 $\hat{=}$ Literaturwert n_D^{20} : 1,3848

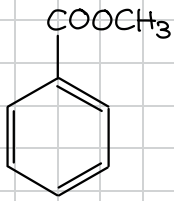
Mögliche Fehlerquellen können sich durch eventuelle Ungenauigkeiten beim Messen, eventuelle Reste nach der Destillation im Glas oder beispielsweise ungenaue Trennung der Phasen ergeben.

6. Reaktionsmechanismus

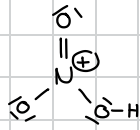


Versuch 5 · Elektrophile Aromatensubstitution

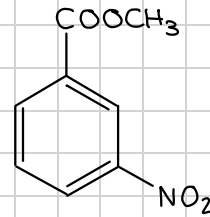
1. Reaktionsgleichung



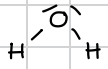
+



$\xrightarrow{\text{H}_2\text{SO}_4}$



+



Benzoessäuremethylester

Salpetersäure

(Schwefelsäure)

3-Nitrobenzoessäuremethylester

Wasser

$\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_2$

+

HNO_3

$\xrightarrow{\text{H}_2\text{SO}_4}$

$\text{C}_8\text{H}_7\text{NO}_4$

H_2O

$$M = 136,15 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$M = (1,008 + 14,006 + 3 \cdot 16) \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 63,014 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$M = (2 \cdot 1,008 + 32,046 + 4 \cdot 16) \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 98,046 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$M = 181,15 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$M = (2 \cdot 1,008 + 16) \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 18,016 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

2. Ansatz der Reaktanden

Benzoessäuremethylester:

ρ	1,09 g/ml
V	6,2 ml
m	$(1,09 \text{ g/ml} \cdot 6,2 \text{ ml}) = 6,758 \text{ g}$
n	50 mmol

Salpetersäure (65%):

ρ	1,39 g/ml
V	4,5 ml
m	$(1,39 \text{ g/ml} \cdot 4,5 \text{ ml}) = 6,255 \text{ g} \rightarrow 6,255 \text{ g} \cdot 0,65 (\text{Konz.}) = 4,066 \text{ g}$
n	$4,066 \text{ g} / 63 \text{ g/mol} = 0,065 \text{ mol} = 65 \text{ mmol}$

Schwefelsäure (96%):

ρ	1,836 g/ml
V	$13,5 \text{ ml} + 4,5 \text{ ml} = 18 \text{ ml}$
m	$(1,836 \text{ g/ml} \cdot 18 \text{ ml}) = 33,048 \text{ g} \rightarrow 33,048 \text{ g} \cdot 0,96 (\text{Konz.}) = 31,726 \text{ g}$
n	$31,726 \text{ g} / 98 \text{ g/mol} = 0,324 \text{ mol} = 324 \text{ mmol}$

3. Durchführung

Zunächst wurde konzentrierte Schwefelsäure (13,5 ml) in einen Dreihalskolben gegeben und auf 0°C gekühlt und unter Rühren mit 50 mmol Benzoessäuremethylester (6,2 ml) versetzt. Anschließend wurde eine unter Eiskühlung hergestellte Nitriersäure aus konzentrierter Salpetersäure (4,5 ml) und Schwefelsäure (4,5 ml) langsam zuge tropft, wobei die Reaktionstemperatur 15°C nicht überschritt.

Danach wurde 20 min bei Raumtemperatur gerührt.

Das Reaktionsgemisch wurde auf Eis gegeben, das ausgefallene Reaktionsprodukt abgesaugt und nacheinander mit Wasser (H_2O), Natriumhydrogencarbonat-Lösung (NaHCO_3), Wasser (H_2O) und eiskaltem Methanol (CH_3OH) umkristallisiert, über Calciumchlorid (CaCl_2) im Exsikkator für 1,5 Stunden getrocknet und zum Schluss der Schmelzpunkt sowie Ausbeute bestimmt.

4. Ausbeuteberechnung:

Ausbeute in g: $m(\text{Produkt}) = 5,10 \text{ g}$

Ausbeute in mol: $n(\text{Produkt}) = \frac{m(\text{Produkt})}{M(\text{Produkt})} = \frac{5,10 \text{ g}}{181,15 \text{ g/mol}} = 0,028 \text{ mol} = 28 \text{ mmol}$

Ausbeute in %: $\frac{n(\text{Produkt})}{n_{\text{theor}}(\text{Produkt})} \cdot 100 \% = \frac{28 \text{ mmol}}{50 \text{ mmol}} \cdot 100 \% = 56 \%$

Vgl. Literaturausbeute: 80% d. Th.

→ Mögliche Fehlerquellen für die geringe Ausbeute wären Produktverluste beim Umrühren, Absaugen und Waschen sowie bei der Umkristallisation.

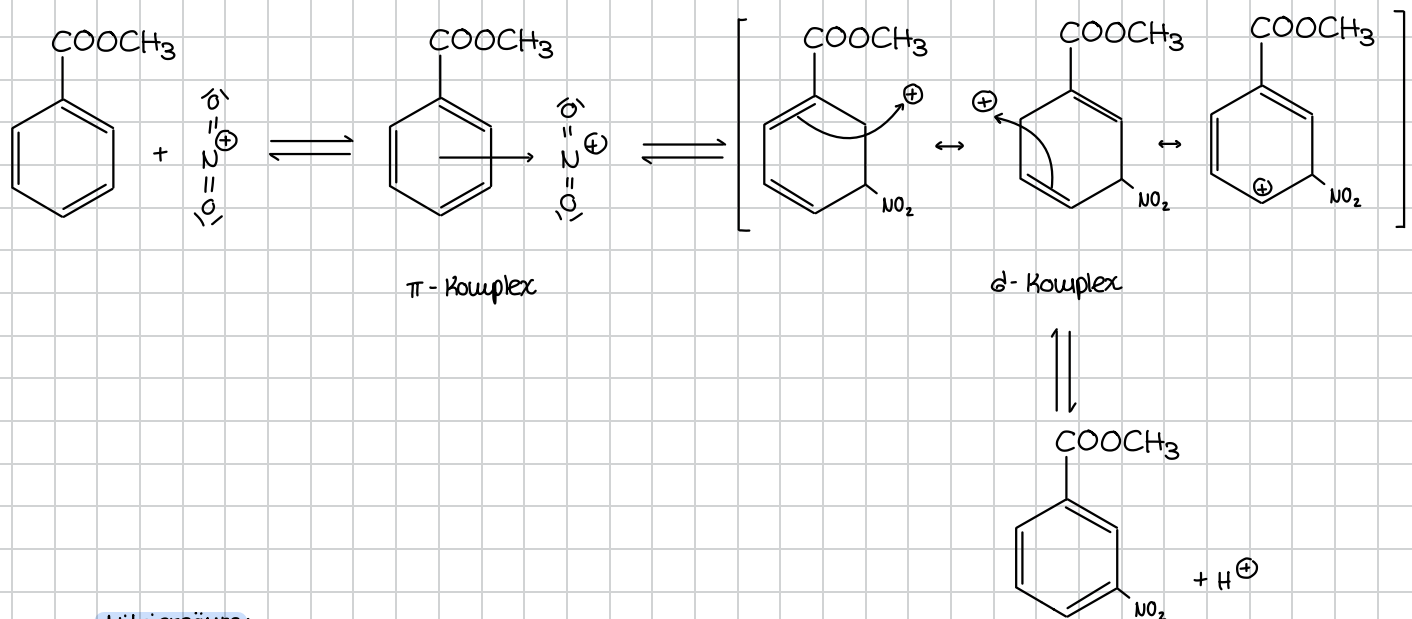
5. Schmelzpunkt

unser Schmelzpunkt: 77°C

Vgl. Literaturschmelzpunkt: 78°C

→ Die geringe Abweichung könnte durch geringe Verunreinigungen, Restlösungsmittel oder allgemeine Messungenauigkeiten erklärt werden.

6. Reaktionsmechanismus



Nitriersäure:

