

Quantitative Bestimmung von Wasserstoff in org. Verbindungen

Versuchsziele

- Zusammensetzung von organischen Verbindungen bestimmen.
- Verfahren der thermischen Analyse kennenlernen.
- Den Anteil von Wasserstoff in einer Verbindung analysieren.
- Ermitteln der Struktur organischer Verbindungen.

Grundlagen

Die organische Chemie ist die Chemie der Kohlenstoffverbindungen. Der Begriff wurde von Berzelius geprägt, da im 19. Jahrhundert davon ausgegangen wurde, dass organische Substanzen nur von lebenden Organismen gebildet werden können. In der heutigen Zeit werden viele organische Verbindungen jedoch synthetisch hergestellt, besonders solche, die nicht in der Natur vorkommen.

Organische Verbindungen enthalten neben Kohlenstoffatomen auch Wasserstoffatome. Verbindungen, die nur aus diesen beiden Atomen bestehen, werden vereinfacht als Kohlenwasserstoffe bezeichnet. Innerhalb der Kohlenwasserstoffe gibt es noch weitere Unterteilungen, welche z.B. aufgrund der enthaltenen Bindungen unterschieden werden. Der Kohlenstoff selber ist dabei immer vierbindig.

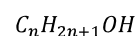
Die einfachste dieser Stoffklassen sind die sogenannten Alkane. Sie werden als gesättigte Kohlenwasserstoffe bezeichnet, da alle vier möglichen Bindungen jeweils einen Bindungspartner haben und somit abgesättigt sind.

Die allgemeine Formel der gesättigten Kohlenwasserstoffe, wenn sie kettenförmig vorliegen, lautet:



Ein drittes Element das in vielen organischen Verbindungen vorkommt ist Sauerstoff. Ein Beispiel dafür sind die Alkohole,

welche angelehnt an die Alkane auch als Alkanole bezeichnet werden, mit der allgemeinen Summenformel:



Kohlenwasserstoffe mit mehr als drei Kohlenstoffatomen können auf verschiedene Weise miteinander verknüpft sein. So können sie als langkettige, verzweigte oder ringförmige Moleküle vorliegen. Zu den kettenförmigen Alkanen gibt es die sogenannten Konstitutionsisomere, welche dieselbe Summenformel besitzen, jedoch verzweigt verknüpft vorliegen und dadurch eine andere Struktur aufweisen.

Die Kohlenwasserstoffe sind heutzutage nicht mehr wegzudenken, da sie im alltäglichen Leben unentbehrliche Produkte darstellen. Hierzu zählen z.B. Erdgas, Heizöl, Benzin und Kerzenwachs. Jedoch sind sie auch als Ausgangsstoff für die Herstellung von Kunststoffen wie Polyethylen sehr bedeutend. Polyethylen ist mit einem Anteil von ca. 29 Prozent der weltweit am meisten produzierte Kunststoff.

Bei der quantitativen Analyse eines Stoffes handelt es sich um ein Verfahren, mit dessen Hilfe der genaue Anteil eines Stoffes in einer Probe bestimmt wird. Für organische Verbindungen hat Justus Liebig das Verfahren der Elementaranalyse entwickelt. Anhand dieser Analyse kann der genaue Anteil von Kohlenstoff, Wasserstoff und Sauerstoff bestimmt werden. Daraus kann anschließend auf die Summenformel und teilw. auf die Struktur der Probe geschlossen werden.

In diesem Versuch soll der genaue Anteil an Wasserstoff



Abb. 1: Versuchsaufbau.








Alkan (Butan C_4H_{10}) und einem Alkohol (1-Propanol C_3H_7OH) bestimmt werden. Dazu wird das H_2O , welches bei der Verbrennung der Probe in einem sauerstofffreien Reaktionsrohr entsteht, durch Calciumchlorid aufgefangen und über die Massenzunahme der Wasserstoffanteil berechnet.



Gefährdungsbeurteilung

n-Butan und 1-Propanol sind beide extrem entzündliche Substanzen. Sie müssen unbedingt von externen Zündquellen ferngehalten und vor elektrostatischer Aufladung geschützt werden.

Die Apparatur sollte hinter einer Schutzwand oder in einem Abzug aufgebaut werden, um im Falle eines Brandes oder einer Explosion vor umherfliegenden Glasteilen zu schützen.

Brände erst löschen, wenn die Undichtigkeit gefahrlos beseitigt werden kann, da ansonsten weiterhin entflammbares Gas ausströmt.

Kupfer(II)-oxid	
  Signalwort: Achtung	Gefahrenhinweise H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken. H410 Sehr giftig für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung. Sicherheitshinweise P260 Staub nicht einatmen. P273 Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
n-Butan	
  Signalwort: Gefahr	Gefahrenhinweise H220 Extrem entzündbares Gas. H280 Enthält Gas unter Druck; kann bei Erwärmung explodieren. Sicherheitshinweise P210 Von Hitze / Funken / offener Flamme / heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen. P377 Brand von ausströmendem Gas: Nicht löschen, bis Undichtigkeit gefahrlos beseitigt werden kann. P381 Alle Zündquellen entfernen, wenn gefahrlos möglich. P403 An einem gut belüfteten Ort aufbewahren.
1-Propanol	
  	Gefahrenhinweise H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar. H318 Verursacht schwere Augenschäden. H336 Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen. Sicherheitshinweise P210 Von Hitze / Funken / offener Flamme / heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen.

Signalwort: Gefahr	P233 Behälter dicht verschlossen halten. P280 Schutzhandschuhe / Schutzkleidung / Augenschutz / Gesichtsschutz tragen. P305+P351+P338 Bei Kontakt mit den Augen: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. P313 Ärztlichen Rat einholen / ärztliche Hilfe hinzuziehen.
Calciumchlorid	
 Signalwort: Achtung	Gefahrenhinweise H319 Verursacht schwere Augenreizung. Sicherheitshinweise P305+P351+P338 Bei Kontakt mit den Augen: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
Stickstoff	
 Signalwort: Achtung	Gefahrenhinweise H280 Enthält Gas unter Druck; kann bei Erwärmung explodieren. Sicherheitshinweise P403 An einem gut belüfteten Ort aufbewahren.

Geräte und Chemikalien

1	Reaktionsrohr Quarzglas, 220 x 25 mm Ø.....	664 069
2	Trockenrohr, 1xGL 25 + 1xGL 18	665 374
2	Kolbenprober 100 ml, mit Dreiwegehahn.....	665 914
1	Kolbenproberhalter	665 918
1	Teclubrenner, Allgas.....	656 017
1	Brenneraufsatz breit	666 724
1	Sicherheitsgasschlauch, 1 m	666 729
1	Leistenfuß 95 cm	666 603
2	Stativrohr 450 mm, 10 mm Ø, Satz 2.....	666 609ET2
4	Universalmuffe.....	666 615
5	Doppelmuffe S.....	301 094
3	Universalklemme 0...80 mm	666 555
1	Universalklemme 0...120 mm	301 72
1	Doppelspatel Edelstahl, 150 mm	666 962
1	Messpipette 1 ml.....	665 994
1	Pipettierball (Peleusball).....	666 003
1	Gummischlauch 7 mm Ø, 1 m	667 180
1	Gummischlauch 1 m x 4 mm Ø, DIN 12865 ..	604 481
1	Schlauchverbinder, PP, gerade, 4/15 mm Ø .	604 510
1	Trichter Boro 3.3, 80 mm Ø	665 004
1	Analysenwaage ABS 220-4N, 220g;0,0001g.	667 7990
1	Minican-Druckgasdose Stickstoff.....	661 000
1	Minican-Druckgasdose n-Butan.	660 989
1	Feinregulierungsventil zu Minicandosen.....	660 980
1	Pinzette, stumpf, 200 mm.....	667 034
1	Kupferoxid, Drahtform, 250 g.....	672 9410
1	Calciumchlorid, gek., 250 g	671 2410
1	1-Propanol, 250 ml	674 4310
1	Glaswolle, 100 g	672 1010

Versuchsaufbau und –vorbereitung**Aufbau der Apparatur**

1. Der Versuch wird wie in Abb.1 dargestellt aufgebaut.

Vorbereitung des Versuches

1. Die beiden Trockenrohre müssen vor dem Versuch gefüllt werden. Dazu wird ein wenig Glaswolle in ein Ende gegeben und anschließend mit Calciumchlorid gefüllt. Das andere Ende wird ebenfalls mit Glaswolle verschlossen.

Hinweis: Die Trockenrohre lassen sich mit einem Trichter leichter mit Calciumchlorid füllen.

2. Die beiden Trockenrohre vor dem Versuch wiegen und das Gewicht notieren.

3. In das Reaktionsrohr Quarzglas wird das Kupferoxid in Drahtform mit Hilfe der Pinzette gegeben; gerade so viel, dass im waagerechten Zustand die gesamte untere Fläche bedeckt ist.

4. Dann die Apparatur aufbauen, indem die Stativrohre mit Hilfe der Universalmuffen am Leistenfuß befestigt werden. Mit Hilfe der Doppelmuffen S werden die Universalklemmen an den Stativrohren befestigt. Nun können der Reihe nach die Kolbenprober, die befüllten Trockenrohre und das Reaktionsrohr am Stativsystem befestigt und mit einander verbunden werden.

5. An einen der Kolbenprober mit Dreiwegehahn die Stickstoffflasche anschließen, indem das Feinregulierungsventil auf die Minican-Druckgasdose geschraubt und dieses mit einem Gummischlauch, 4mm, mit dem Dreiwegehahn verbunden wird.

6. Die gesamte Apparatur wird nun mit Stickstoff gespült, damit sie luftfrei ist. Dafür das Gas durch den Dreiwegehahn des zweiten Kolbenprobers nach draußen leiten. Anschließend die Apparatur leeren, indem die Kolben der Kolbenprober komplett eingeschoben werden.

Hinweis: Es ist wichtig, dass die Apparatur luftfrei ist, da sonst die Reaktion nicht optimal abläuft, da der Sauerstoff aus der Luft stören würde.

7. Anschließend die Minican Druckgasdose abnehmen und gut verschließen und auf gleiche Weise 25 ml n-Butan Gas in die Apparatur einfüllen.

Hinweis: Während des Füllvorganges darf keine Luft in die Apparatur gelangen. Die Gasflasche danach vom Experimentierplatz entfernen.

8. Für den Versuch mit 1-Propanol werden 1,15 ml 1-Propanol mit einer Pipette abgemessen und zu den Kupferoxidröhren in das Reaktionsrohr gegeben. Es wird anschließend mit Stickstoff gespült.

Durchführung

1. Die Dreiwegehähne der Kolbenprober so einstellen, dass diese nur mit dem Reaktionsrohr verbunden sind.

2. Unter dem Reaktionsrohr den Bunsenbrenner positionieren. Gegebenenfalls den Brenner dazu auf ein Laborhebestativ stellen.

3. Den Brenner entzünden und das Kupferoxid auf Rotglut erhitzen.

Versuch mit n-Butan

4. Das n-Butan mehrfach über das glühende Kupferoxid leiten. Solange bis keine Volumenzunahme mehr zu beobachten ist.

Versuch mit 1-Propanol

5. Den Brenner so lange unter dem Reaktionsrohr belassen, bis keine Volumenzunahme mehr zu beobachten ist.

6. Den Brenner löschen und die Apparatur abkühlen lassen.

7. Nach dem jeweiligen Versuch beide Trockenrohre erneut wiegen und die Gewichte notieren.

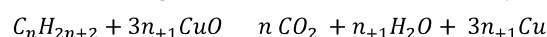
Beobachtung

Während des hin- und herschieben der beiden Kolben kann beobachtet werden, wie das Volumen an Gas, bei beiden Versuchen, in der Apparatur größer wird. Dieser Vorgang setzt sich fort, bis sich ein konstantes Gasvolumen eingestellt hat. Aus 25 ml eingesetztem n-Butan entstehen knapp 100 ml bzw. aus 1,15 ml flüssigem 1-Propanol 30 ml Gas. Im Reaktionsrohr ist zu sehen, dass während des Versuches elementares Kupfer entsteht (Rotfärbung). Auch die beiden Trockenrohre haben an Masse zugenommen.

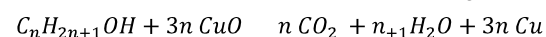
Auswertung**Versuch mit n-Butan**

Durch das Überleiten des n-Butans über das glühende Kupferoxid bzw. durch die Anwesenheit von 1-Propanol, kommt es zu einer Volumenzunahme des in der Apparatur vorhandenen Gases. Das entstehende Gas ist CO₂. Zudem entsteht aus dem schwarzen Kupferoxid teilweise elementares Kupfer (Rotfärbung) und Wasser, welches durch das Calciumchlorid gebunden wird. Die Reaktion die beobachtet wird ist eine Redoxreaktion.

Die allgemeine Reaktionsgleichung dieser Reaktion lautet für n-Alkane mit der allgemeinen Summenformel C_nH_{2n+2}:



Für Alkohole wie 1-Propanol lautet die Reaktionsgleichung:



Für die Auswertung wird für beide Versuche die Massenzunahme der Trockenrohre benötigt, dadurch auf die Menge des entstandenen H₂O geschlossen werden kann. Die im

Versuch mit n-Butan ermittelten Messwerte sind in Tab.1 zusammengefasst.

Tab. 1: Im Versuch mit n-Butan ermittelte Messwerte.

	Masse / Volumen
m (Trockenrohr 1 _{vorher})	110,013 g
m (Trockenrohr 2 _{vorher})	107,000 g
m (Trockenrohr 1 _{nachher})	110,034 g
m (Trockenrohr 2 _{nachher})	107,090 g
V (n-Butan)	25 ml

Berechnung von m (n-Butan)

Zunächst muss die eingesetzte Masse m an n-Butan berechnet werden. Dazu wird die Dichte ρ benötigt, welche aus der Literatur entnommen werden kann ($\rho = 2,67$ g/L).

Die Masse wird gemäß folgender Formel berechnet:

$$m(\text{n-Butan}) = \rho(\text{n-Butan}) \cdot V(\text{n-Butan})$$

$$m(\text{n-Butan}) = 2,67 \text{ g/L} \cdot 0,025 \text{ L}$$

$$m(\text{n-Butan}) = 0,0668 \text{ g}$$

Berechnung der entstandenen m (H₂O)

Da das entstandene H₂O im Calciumchlorid gebunden wird, kann über die Massenzunahme der Trockenrohre m (H₂O) berechnet werden.

$$m(\text{H}_2\text{O}) = (m(\text{Trockenrohr } 1_{\text{nachher}}) - m(\text{Trockenrohr } 1_{\text{vorher}})) + (m(\text{Trockenrohr } 2_{\text{nachher}}) - m(\text{Trockenrohr } 2_{\text{vorher}}))$$

$$m(\text{H}_2\text{O}) = (110,034 \text{ g} - 110,013 \text{ g}) + (107,090 \text{ g} - 107,000 \text{ g})$$

$$m(\text{H}_2\text{O}) = 0,021 \text{ g} + 0,090 \text{ g}$$

$$m(\text{H}_2\text{O}) = 0,111 \text{ g}$$

Berechnung der m (H)

Über die nun bekannte Masse an H₂O kann unter Berücksichtigung der molaren Massen M von Wasserstoff und Sauerstoff die Masse an während des Versuches frei gesetzten Wasserstoff berechnet werden. Dafür werden die molaren Massen der Literatur entnommen.

$$\text{Es gilt: } M(\text{H}_2) = 2,0156 \text{ g/mol} \quad M(\text{H}_2\text{O}) = 18,015 \text{ g/mol}$$

$$m(\text{Wasserstoff}) = m(\text{H}_2\text{O}) \cdot M(\text{H}_2) / M(\text{H}_2\text{O})$$

$$m(\text{Wasserstoff}) = 0,111 \text{ g} \cdot 2,0156 \text{ g/mol} / 18,015 \text{ g/mol}$$

$$m(\text{Wasserstoff}) = 0,0124 \text{ g}$$

Berechnung des prozentualen Anteils von Wasserstoff an n-Butan

Um den prozentualen Anteil zu errechnen wird folgende Formel verwendet:

$$\text{Anteil H (\%)} = \frac{m(\text{H})}{m(\text{n-Butan})}$$

$$0,0124 \text{ g} / 0,0668 \text{ g} = 18 \text{ \% H sind in n-Butan enthalten.}$$

Berechnung des theoretischen prozentualen Anteils von Wasserstoff an n-Butan

Für eine Einordnung der Messergebnisse wird der praktisch ermittelte Anteil Wasserstoffs mit den theoretischen Werten verglichen. Dafür muss zunächst die molare Masse M von n-Butan berechnet werden:

$$M(\text{C}_4\text{H}_{10}) = 4 \cdot M(\text{C}) + 10 \cdot M(\text{H})$$

$$= 4 \cdot 12,011 \text{ g/mol} + 10 \cdot 1,008 \text{ g/mol}$$

$$= 58,124 \text{ g/mol}$$

$$\frac{\text{Anzahl H-Atome} \cdot M(\text{H})}{M(\text{n-Butan})} = \frac{10 \cdot 1,008 \text{ g/mol}}{58,124 \text{ g/mol}} = 17 \text{ \%}$$

Berechnung der Anzahl an Wasserstoffatomen in n-Butan

$$\text{Anzahl H-Atome} = \frac{\% \text{ Anteil} \cdot M(\text{n-Butan})}{100} = \frac{18 \cdot 58,124 \text{ g/mol}}{100}$$

$$\text{Anzahl H-Atome} = 10,4 \approx 10$$

Versuch mit 1-Propanol

In Tabelle 2 sind alle benötigten Daten für den Versuch mit 1-Propanol zusammengefasst.

Tab. 2: Im Versuch mit 1-Propanol ermittelte Messwerte.

Benötigte Daten	Werte
m (Trockenrohr 1 vorher)	110,034 g
m (Trockenrohr 2 vorher)	107,090 g
m (Trockenrohr 1 nachher)	110,074 g
m (Trockenrohr 2 nachher)	107,147 g
V (1-Propanol)	0,115 ml

Berechnung von m (1-Propanol)

Zunächst muss wieder die eingesetzte Masse m an 1-Propanol berechnet werden, dazu wird die Dichte benötigt. Diese kann der Literatur entnommen werden ($\rho = 0,83$ g/ml).

$$m(\text{1-Propanol}) = \rho(\text{1-Propanol}) \cdot V(\text{1-Propanol})$$

$$m(\text{1-Propanol}) = 0,83 \text{ g/ml} \cdot 0,115 \text{ ml}$$

$$m(\text{1-Propanol}) = 0,096 \text{ g}$$

Berechnung der entstandenen m (H₂O)

Dann wird wieder die entstandene Masse Wasser berechnet.

$$m(\text{H}_2\text{O}) = (m(\text{Trockenrohr } 1_{\text{nachher}}) - m(\text{Trockenrohr } 1_{\text{vorher}})) + (m(\text{Trockenrohr } 2_{\text{nachher}}) - m(\text{Trockenrohr } 2_{\text{vorher}}))$$

$$m(\text{H}_2\text{O}) = (110,074 \text{ g} - 110,034 \text{ g}) + (107,147 \text{ g} - 107,090 \text{ g})$$

$$m(\text{H}_2\text{O}) = 0,040 \text{ g} + 0,057 \text{ g}$$

$$m(\text{H}_2\text{O}) = 0,097 \text{ g}$$

Berechnung der m (H)

Im nächsten Schritt wird die Menge an Wasserstoff berechnet.

$$m(\text{Wasserstoff}) = m(\text{H}_2\text{O}) \cdot M(\text{H}_2) / M(\text{H}_2\text{O})$$

$$m(\text{Wasserstoff}) = 0,097 \text{ g} \cdot 2,0156 \text{ g/mol} / 18,015 \text{ g/mol}$$

$$m(\text{Wasserstoff}) = 0,0109 \text{ g}$$

Berechnung des %-Anteils von H an 1-Propanol

Um den prozentualen Anteil zu errechnen wird folgende Formel verwendet:

$$\text{Anteil H (\%)} = \frac{m(\text{H})}{m(\text{1-Propanol})}$$

$$0,0109 \text{ g} / 0,096 \text{ g} = 11 \text{ \% H sind in n-Butan enthalten.}$$

Berechnung des theoretischen prozentualen Anteils von H an 1-Propanol

Für eine Einordnung der Messergebnisse wird wieder der praktisch ermittelte Anteil Wasserstoffs mit den theoretischen Werten verglichen. Dafür muss zunächst die molare Masse M von 1-Propanol berechnet werden:

$$M(\text{C}_3\text{H}_8\text{O}) = 3 \cdot M(\text{C}) + 8 \cdot M(\text{H}) + 1 \cdot M(\text{O})$$

$$= 3 * 12,011 \text{ g/mol} + 8 * 1,008 \text{ g/mol} + 1 * 16 \text{ g/mol}$$
$$= 60,097 \text{ g/mol}$$

$$\frac{\text{Anzahl (H)} * M(\text{H})}{M(1\text{-Propanol})}$$

$$\frac{8 * 1,008 \text{ g/mol}}{60,097 \text{ g/mol}} = 13 \%$$

Berechnung des Anteils von H an 1-Propanol

$$\text{Anzahl H-Atome} = \frac{\% \text{ Anteil} * M(1\text{-Propanol})}{100}$$

$$= \frac{13 * 60,097 \text{ g/mol}}{100} = 7,8 \approx 8$$

Ergebnis

Bei diesem Versuch entstehen in einer Redoxreaktion Kohlenstoffdioxid, Wasser und elementares Kupfer. Mit Hilfe der Massenzunahme der Trockenrohre kann dabei auf die entstandene Masse von Wasser während des Versuches geschlossen werden. Aus dieser kann wiederum die Anzahl an Wasserstoffatomen in der Ausgangsverbindung berechnet werden.

Es wurde für n-Butan eine Anzahl von 10 Wasserstoffatomen in der Ausgangsverbindung bestimmt. Dies stimmt auch genau mit der Summenformel von n-Butan, C_4H_{10} , überein.

Für 1-Propanol wurde eine Anzahl von 8 Wasserstoffatomen berechnet. Dies stimmt ebenfalls genau mit der Summenformel von 1-Propanol, $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$, überein.

Der Versuch kann natürlich auch mit anderen Verbindungen, wie Methan oder Ethan durchgeführt werden.

Reinigung und Entsorgung

Die Glaswolle und das Calciumchlorid können getrocknet werden und in dafür gekennzeichneten Gefäßen aufbewahrt und für ähnliche Versuche wiederverwendet werden. Die reduzierten Kupfer(II)-oxid-Stäbchen können durch Oxidation wieder zu Kupfer(II)-oxid aufgearbeitet werden. Anschließend in einem dafür gekennzeichneten Gefäß aufbewahren und für ähnliche Versuche wiederverwenden. Ansonsten müssen sie im Schwermetallabfall entsorgt werden. Der Kupferspiegel kann durch Ätzen mit Salpetersäure entfernt werden.

Hinweis: Achtung hierbei entstehen Nitrosegase. Die Reinigung darf nur unter dem Abzug passieren.