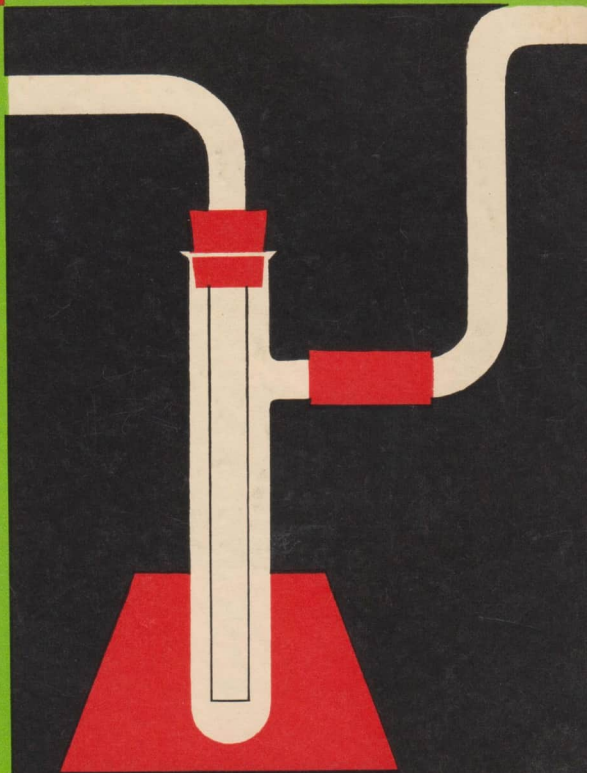
KEUNE/KUHNERT

TEIL 4

CHEMISCHE SCHULVERSUCHE

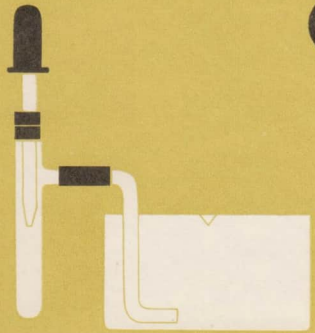




1 Halbmikrogasentwickler

2 Halbmikrogasentwickler mit nach oben gerichtetem Ausgleichrohr





3 Halbmikrogasentwickler mit nach unten gerichtetem Ausgleichrohr und pneumatischer Wanne

4 Halbmikrogasentwickler mit nach oben gerichtetem Gasableitungsrohr





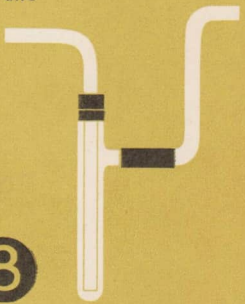
5 Halbmikrogasentwickler mit nach unten gerichtetem Gasableitungsrohr und pneumatischer Wanne



6 Halbmikrogaswäscher



7 Halbmikrogaswäscher mit nach unten gerichtetem Ausgleichrohr am seitlichen Ansatzrohr und pneumatischer Wanne



8 Halbmikrogaswäscher mit nach oben gerichtetem Ausgleichrohr am seitlichen Ansatzrohr

Chemische Schulversuche

Eine Anleitung für den Lehrer

Teil 4 · Halbmikrotechnik

Von Prof. Dr. Dr. habil. Hans Keune und Dozent Dr. Rudi Kuhnert unter Mitarbeit von Prof. Dr. habil. Helmut Boeck und Dozent Dr. habil. Helmut Herbig

Herausgegeben von Prof. Dr. Dr. habil. Hans Keune, Direktor der Sektion Chemie/Biologie der Pädagogischen Hochschule „Dr. Theodor Neubauer" Erfurt/Mühlhausen

Volk und Wissen Volkseigener Verlag Berlin 1972

Dritte, unveränderte Auflage
Ausgabe 1967
Lizenz Nr. 203 · 1000/71 (UN) · ES 10 C
Redaktionelle Bearbeitung: Edward Gutmacher · Klaus Sommer · Wolfgang Eisenhuth
Einband: Günther Klaus
Typografie: Günter Runschke
Zeichnungen: Heinrich Linkwitz
Gesamtherstellung: Leipziger Druckhaus · Grafischer Großbetrieb · III/18/203
Gesetzt aus der Extended-Antiqua
Redaktionsschluß: 20. September 1971
Bestell-Nr. 03 21 05-3
Preis 6,–

Inhalt

Vorwort 7

Allgemeiner Teil

1. *Einsatz der Halbmikrotechnik im Chemieunterricht* 11
1.1. Charakteristik der Halbmikrotechnik für den Bereich des Chemieunterrichts 11
1.2. Einteilung der Schulexperimente nach der Halbmikrotechnik 13
1.3. Pädagogisch-methodische Bedeutung der Halbmikrotechnik für den Chemieunterricht 14
1.4. Einsatzarten der Halbmikrotechnik innerhalb des Chemieunterrichts . . 16
1.5. Anforderungen an Chemieräume 19
1.6. Unfallverhütung und Unfallschutz 22

Experimenteller Teil

2. *Technische Grundlagen der Halbmikrotechnik* 27
2.1. Instrumentarium 27
2.1.1. Instrumente 27
2.1.2. Geräte 31
2.1.3. Apparate 43
2.1.3.1. Halbmikro-Gasentwickler 43
2.1.3.2. Halbmikro-Gaswäscher 46
2.1.3.3. Halbmikro-Kondensationsvorlage (Apparat 11) 48
2.1.3.4. Verbrennungsrohr mit Halbmikro-Gaswäscher (Apparat 12) 49
2.1.3.5. Destillierkolben und Reaktionskolben 49
2.2. Arbeitsoperationen 51
2.2.1. Trennen 51
2.2.2. Vereinigen 53
2.2.3. Aufbewahren 54
2.2.4 Stofftransportieren 55
2.2.5. Wärmeübertragen 55

3. *Chemische Experimente aus dem Bereich der anorganischen Chemie* . . . 57
3.1. Einführende Experimente 57
3.1.1. Chemischer Vorgang 57
3.1.2. Verbrennungsvorgang – Luft – Oxydation 57
3.1.3. Reduktion 62
3.1.4. Wasser – Wasserstoff 64

3.2. Experimente zu den Elementengruppen 66
3.2.1. Alkalimetalle 66
3.2.2. Erdalkalimetalle 66
3.2.3. Erdmetalle 75
3.2.4. Kohlenstoffgruppe 77
3.2.5. Stickstoffgruppe 82
3.2.6. Chalkogene 94
3.2.7. Halogene 107
3.3. Elektrolyse 109
3.4. Reaktionen in wäßriger Lösung 120
3.5. Qualitative Analyse anorganischer Substanzen 129

4. *Chemische Experimente aus dem Bereich der organischen Chemie* 133

4.1. Qualitative Analyse organischer Substanzen 133
4.2 Experimente zu den Verbindungsgruppen 135
4.2.1. Alkane 135
4.2.2. Alkene 136
4.2.3 Alkine 141
4.2.4. Ringförmige Kohlenwasserstoffe 143
4.2.5. Alkanole und Phenole 149
4.2.6. Alkanale und aromatische Aldehyde 156
4.2.7. Alkanone (Ketone) 161
4.2.8. Alkoxyalkane (Äther) 164
4.2.9. Alkansäuren (aliphatische Karbonsäuren) und aromatische Karbonsäuren 164
4.2.10. Ester und Fette 168
4.2.11. Seifen und Neutralwaschmittel 176
4.2.12. Stickstoffhaltige organische Verbindungen 181
4.2.13. Kohlenhydrate 182
4.2.14. Farbstoffe 188
4.2.15. Makromolekulare Stoffe 190

Chemikalienverzeichnis 195
Literatur 198
Sachregister 199

Chemische Experimente werden im Chemieunterricht in immer stärkerem Maße nach der Halbmikrotechnik ausgeführt, um jedem Schüler Gelegenheit zum selbständigen Experimentieren zu geben. Vor allem aus diesem Grund sind die Chemielehrer an einer Zusammenstellung chemischer Experimente nach dieser Technik interessiert. Verfasser und Herausgeber legen mit diesem Buch eine Auswahl solcher Experimente vor und glauben damit, daß den Bedürfnissen der Schulpraxis soweit wie möglich entsprochen worden ist. In dem vom Herausgeber geleiteten Institut werden seit über zehn Jahren entsprechende Untersuchungen geführt. Die in diesem Buch zusammengestellten Experimente sind außerdem innerhalb der Hochschulwochen von vielen Chemielehrern erprobt worden.

Das Buch gliedert sich in zwei Teile. In dem Allgemeinen Teil sind die wesentlichsten Gesichtspunkte zum pädagogisch-methodischen Einsatz der Halbmikrotechnik zusammengefaßt. Damit wird dem Wunsch der Chemielehrer Rechnung getragen, die nach einer möglichst umfassenden Erklärung des Einsatzes dieser Technik suchen.

Der Experimentelle Teil des Buches enthält sowohl die technischen Grundlagen der Halbmikrotechnik als auch Experimente aus den Bereichen der anorganischen und organischen Chemie. Die in den Experimenten immer wieder benötigten Apparaturen sind am Anfang und am Ende des Buches zusammengestellt. Die Beschreibungen der Experimente sind so gehalten, daß sie von einem Chemielehrer ohne Schwierigkeiten verstanden werden. Obwohl die in diesem Buch beschriebenen Experimente von den Schülern ausgeführt werden sollen, sind die Beschreibungen für den Lehrer gedacht. Der Lehrer sollte bei jedem Experiment seine Schüler in geeigneter Weise mit den Versuchsbedingungen vertraut machen.

Allen denen, die zum Gelingen des vorliegenden Buches beigetragen haben, sei herzlichst gedankt. So haben die Herren Prof. Dr. Ackermann, Freiberg i. Sa., Dr. Seeboth, Berlin, und Dipl.-Chem. Felber, Dresden, als Gutachter durch viele Hinweise und Vorschläge wesentlich zur Verbesserung dieses Buches beigetragen. Außerdem sei Herrn Meusel vom Pädagogischen Bezirkskabinett Halle für seine Hinweise und die wertvolle Unterstützung bei der Erprobung vieler Experimente während der Hochschulwochen sowie den Herren Dr. Schur und Ing. Bachmann vom Wissenschaftlich-Technischen Zentrum der VVB Technisches Glas für die Beratung in standardisierungstechnischen Fragen gedankt. Auch möchte ich meiner Mitarbeiterin Frau Rosemarie Stiefel danken, welche die umfangreiche technische Kleinarbeit bewältigt hat.

Ganz besonderer Dank gebührt schließlich dem Verlag Volk und Wissen und seinen verantwortlichen Mitarbeitern, durch deren Bemühen das Buch in der vorliegenden Form relativ schnell erschienen ist.

Halle (Saale) im Mai 1966

Der Herausgeber

Allgemeiner Teil

1. Einsatz der Halbmikrotechnik im Chemieunterricht

1.1. Charakteristik der Halbmikrotechnik für den Bereich des Chemieunterrichts

Der pädagogisch-methodische Wert der chemischen Schulexperimente ist evident. Ihre Bedeutung besteht in erster Linie darin, dem Schüler die äußere Erscheinung der chemischen Reaktionen klar erkennbar zu zeigen und damit wesentliche Grundlagen für das Erkennen von allgemeinen Verhaltensweisen der Stoffe und Gesetzmäßigkeiten zu schaffen. Mit Hilfe des Experiments wird also dem Schüler das Erkennen chemischer Sachverhalte auf der Grundlage klarer Empfindungen und eindeutiger Wahrnehmungen ermöglicht oder wenigstens beträchtlich erleichtert.
Chemische Schulexperimente, an deren Ausführung die Schüler selbständig handelnd beteiligt sind, können eine über diesen Rahmen hinausreichende Wirksamkeit erreichen. So hat sich zum Beispiel ergeben, daß die Schüler beim selbständigen Experimentieren größtenteils relativ dauerhafte Kenntnisse gewinnen und sich dabei die Denkfähigkeit gut ausbilden läßt. Die Schüler sind außerdem bei der Ausführung einer ihnen persönlich übertragenen experimentellen Arbeit in sehr positiver Weise erzieherisch zu beeinflussen.
Es kann daher mit Sicherheit angenommen werden, daß künftig dasjenige Experiment im Chemieunterricht immer mehr an Bedeutung gewinnt, das von jedem Schüler innerhalb des Unterrichtsgeschehens allein ausgeführt wird. Diese Perspektive macht erforderlich, die Experimentiertätigkeit der Schüler und die gesamte Organisation des Chemieunterrichts kritisch zu durchdenken. Es muß ein Chemieunterricht geschaffen werden, in dem die Schüler innerhalb des Klassenunterrichts selbständig experimentieren können, so daß die ausgeführten Experimente unmittelbar den im Unterrichtsgeschehen aufgebauten Erkenntnisprozessen dienen, darüber hinaus aber auch noch in der zuvor genannten umfassenden Weise bildend und erziehend auf die Schüler einwirken.
In einem solchen Chemieunterricht sind die chemischen Schülerexperimente ein wesentlicher Bestandteil. Sie wurden bisher bevorzugt nach der üblichen Makrotechnik ausgeführt. Es hat sich aber herausgestellt, daß sie so nur sehr schwer harmonisch in den normalen unterrichtlichen Ablauf einzubeziehen sind. Daher hat sich hier eine Unterrichtsform durchgesetzt, in der zwischen normalem Klassenunterricht und Übungsunterricht gewechselt wird. Neuer Unterrichtsstoff wird dabei überwiegend unter Einbeziehung von Demonstrationsexperimenten behandelt, und dann experimentieren die Schüler während eines längeren Zeitabschnittes verhältnismäßig selbständig. Die Arbeitsfläche und die Größe der Geräte erlauben es meist nicht, daß die Schüler jedes Experiment individuell durchführen. Daher arbeiten sie vorzugsweise in Gruppen von zwei bis vier Schülern zusammen. In dieser Form sind die chemischen Schülerübungsexperimente fest in den Chemieunterricht eingegliedert worden.
Grundsätzlich andere Verhältnisse sind gegeben, wenn die chemischen

Schülerexperimente nach der Halbmikrotechnik ausgeführt werden. Hier besteht die Möglichkeit, innerhalb des normalen Unterrichtsgeschehens ohne besonderen Aufwand an Zeit, Arbeitsplatz und Instrumentarium zum selbständigen Experimentieren der Schüler überzugehen und jeden Schüler allein für sich experimentieren zu lassen oder von dieser Form zum gemeinsamen Unterricht zurückzukehren. Der Einsatz der Halbmikrotechnik im Chemieunterricht ist also von pädagogisch-methodischem Vorteil.

Die *Halbmikrotechnik* hat sich als eine Spezialtechnik der analytischen Chemie herausgebildet und gehört zur *Mikrochemie*. Diese ist entwickelt worden, als man zunehmend dazu überging, mit Substanzen zu experimentieren, die sehr wertvoll sind und zum Teil nur in ganz geringen Mengen zur Verfügung stehen.

Die in der Mikrochemie angewandten Techniken unterscheiden sich primär nach der Menge der zum Experiment eingesetzten Substanzen (Tab. 1).

Tabelle 1 Techniken in der Mikrochemie, nach Ackermann [1; S. 10]

Technik	eingesetzte Substanzmenge	
	in mg	in ml
Halbmikrotechnik	100···10	5···0,5
Mikrotechnik (im engeren Sinne)	10···0,1	0,5···0,05
Ultramikrotechnik	$< 0{,}1$	$< 0{,}05$

Demgegenüber verwendet die *Makrotechnik* Substanzmengen über 100 mg beziehungsweise 5 ml.

Zwischen den Experimentiertechniken gibt es auch Übergänge. So kann die Substanzmenge, die für eine Technik charakteristisch ist, mit dem Instrumentarium einer anderen Technik untersucht werden.

Der Einsatz unterschiedlicher Substanzmengen bedingt jeweils charakteristische Techniken des chemischen Experimentierens. Sie werden im wesentlichen bestimmt durch das Instrumentarium, die Verfahren der Ausführung und Untersuchung und die Arbeitsoperationen des chemischen Experimentierens.

Unter dem *Instrumentarium* sollen die Instrumente (z. B. Pinzetten), Geräte (z. B. Reagenzgläser) und Apparate (z. B. Gasentwickler) verstanden werden, die zum Experimentieren erforderlich sind.

Das *Verfahren* beim Ausführen von Experimenten ist die Art der chemischen Reaktionen und deren Aufeinanderfolge. Auch die Verfahren sind für die jeweilige Technik spezifisch, wenn man von bestimmten Übergängen absieht.

Die *Arbeitsoperationen* stellen die experimentalpraktischen Verwirklichungsmöglichkeiten eines ausgewählten Verfahrens mit den zur Verfügung stehenden Substanzmengen und dem entsprechenden Instrumentarium dar.

Die *Halbmikrotechnik* ist die experimentalpraktische Ausführung wissenschaftlicher Untersuchungen an chemischen Stoffen, deren Substanzmengen der Größenordnung von 100 mg bis 10 mg beziehungsweise 5 ml bis 0,5 ml zuzuordnen sind. Es werden dabei ein für diese Technik spezifisches Instrumentarium, spezifische Verfahren und spefizische Arbeitsoperationen eingesetzt.

Die *Halbmikrotechnik innerhalb des Chemieunterrichts* einer allgemeinbildenden Schule bezieht sich auf die Ausführung pädagogisch-methodisch wertvoller (bzw. notwendiger) chemischer Schulexperimente mit den für diese Technik charakteristischen Substanzmengen und dem im wesentlichen gleichen Instrumentarium, den gleichen Verfahren und Arbeitsoperationen.

1.2. Einteilung der Schulexperimente nach der Halbmikrotechnik

Nach der Halbmikrotechnik lassen sich im Chemieunterricht der allgemeinbildenden Schule sehr viele Experimente ausführen. Sie können in einfache und komplizierte chemische Schulexperimente eingeteilt werden (Abb. 1), die sachlich den Bereichen der anorganischen, der organischen und der physikalischen Chemie unterzuordnen sind.
Bei den *einfachen Schulexperimenten* handelt es sich um die Ausführung von Einzelreaktionen, die möglichst augenscheinliche Veränderungen zeigen. Diese Experimente dienen recht oft sehr unterschiedlichen Aufgaben gleichzeitig, so daß eine weitere Differenzierung nicht zweckmäßig erscheint. So kann zum Beispiel die thermische Zerlegung von Quecksilberoxid als analytischer Nachweis der Zusammensetzung und zur Darstellung von Sauerstoff eingesetzt werden. Der Vorteil der einfachen Experimente gegenüber den komplizierten besteht darin, daß sie sehr schnell und meist auch ohne größere Vorbereitung innerhalb des Unterrichtsgeschehens auszuführen sind. Gelegentlich bezeichnet man sie auch als „Handexperimente".
Die *zusammengesetzten* beziehungsweise *komplizierten Schulexperimente* bestehen aus mehreren chemischen Reaktionen, die in bestimmter Weise zusammenhängen. Sie erfüllen im allgemeinen nur eine spezifische Aufgabe und erfordern für ihre ordnungsgemäße Durchführung eine bestimmte, mehr oder weniger umfangreiche Vorbereitung. Ihrem spezifischen Charakter entsprechend können sie im wesentlichen in analytische, präparative und technologische Experimente unterschieden werden.
Bei einem *analytischen Experiment* handelt es sich um die Ausführung chemischer Reaktionen, welche die qualitative oder die quantitative Zusammensetzung eines chemischen Stoffes, eines Stoffgemisches oder Naturproduktes ermitteln helfen. Beispiele für diese Experimente sind die spezifischen analytischen Nachweisreaktionen, die klassischen Trennungsverfahren und die darauf basierenden quantitativen Bestimmungen. Der Wert der analytischen Schulexperimente liegt im qualitativen und im quantitativen Bereich bis hin zum exakten Erfassen und Beweisen quantitativer Gesetzmäßigkeiten. Die Analytik dient daher im Chemieunterricht nicht nur dem

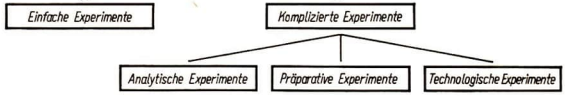


Abb. 1 Einteilung der Schulexperimente

Erlernen analytischer Verfahren und Operationen, sondern sie vermittelt dem Schüler vor allem allgemeine Gesetzmäßigkeiten der Chemie. Ihre Bildungsfunktion reicht also über den Rahmen der Analytik weit hinaus und mündet in die allgemeine Bildung im Bereich der gesamten Chemie ein.
Durch die *präparativen Experimente* soll ein bestimmter chemischer Stoff nach den Verfahren und Operationen der chemischen Präpariertechnik hergestellt werden. Im Chemieunterricht werden zum Beispiel verschiedene Salze als Präparate angefertigt. Durch diese Experimente läßt sich nachweisen, ob eine angenommene beziehungsweise bereits unterrichtlich erarbeitete Gesetzmäßigkeit bestätigt werden kann. Präparative Experimente haben allgemeine Bedeutung im Chemieunterricht für die Bestätigung eines Sachverhaltes erlangt. Sie sind aber auch geeignet, die „praktische Anwendung" — als Stufe des Erkenntnisprozesses — zu verwirklichen.
Innerhalb *technologischer Experimente* werden meist mehrere chemische Reaktionen in einer Apparatur und in einem ganz bestimmten zeitlichen und reaktionstechnischen Zusammenhang ausgeführt, um den Schülern den reaktionstechnischen Ablauf eines chemisch-technischen Verfahrens im Experiment zu veranschaulichen. Nach der Makrotechnik ausgeführte technologische Experimente werden fast ausschließlich als Demonstrationen eingesetzt, weil die Versuchsapparaturen für Schülerexperimente oft zu kompliziert und die Reaktionen zu schwierig beziehungsweise zu gefährlich sind. Technologische Experimente nach der Halbmikrotechnik sind zwar in fachwissenschaftlicher Beziehung meist bedeutungslos, im Chemieunterricht bieten sie aber den Schülern die Möglichkeit, Grundlagen chemisch-technischer Verfahren selbständig experimentierend zu erarbeiten.

1.3. Pädagogisch-methodische Bedeutung der Halbmikrotechnik für den Chemieunterricht

Bei einer kritischen Einschätzung der Halbmikrotechnik im Bereich des Chemieunterrichts muß davon ausgegangen werden, daß das Schulexperiment künftig mehr als bisher vom Schüler selbständig ausgeführt, harmonisch in den gesamten Unterrichtsablauf einbezogen und möglichst auch vom Ausführenden selbst (in individueller, z. T. auch gemeinschaftlicher Arbeit) ausgewertet wird. Demgegenüber wird das Demonstrationsexperiment in seinem bisherigen Einsatzumfang zurücktreten.
Die Einführung der Halbmikrotechnik im Unterricht hat folgende besonders zu nennende Vorzüge:

- *Es sind keine besonders installierten und eingerichteten Laboratorien erforderlich.* Die Wasserzufluß- und Abflußeinrichtungen zum Beispiel werden durch normale Bechergläser beziehungsweise Filtrierstutzen ersetzt. Die Reaktionsgefäße kann man mit einem Gasbrenner, meist aber schon mit Hilfe eines einfachen Spiritusbrenners erwärmen. Damit ist jedoch nicht gesagt, daß man in jedem Falle auf gut eingerichtete Laboratorien verzichten soll. Es wird nur darauf orientiert, daß auch an noch nicht so gut eingerichteten Schulen chemische Schülerexperimente prinzipiell möglich sind (↗ S. 19).
- *Die am Experiment beteiligten Schüler sind nur relativ geringfügig gefährdet.* Auf viele pädagogisch-methodisch wertvolle Schülerexperimente muß im Unterricht verzichtet werden, weil sie für den Ausführenden, für den Betrachtenden oder den in unmittelbarer Nähe Arbeitenden zu gefährlich

sind. Solche Gefahren bestehen beispielsweise, wenn giftige Gase auftreten, die Reaktionen sehr heftig, unter Umständen auch explosionsartig ablaufen beziehungsweise ablaufen können oder mit leicht entzündlichen Stoffen experimentiert wird.
Diese Gefahren sind beim Experimentieren nach der Halbmikrotechnik erheblich gemindert, vor allem, weil relativ kleine Substanzmengen eingesetzt werden. So wird es möglich, auch solche Schülerexperimente ausführen zu lassen, deren Einsatz bisher nach der Makrotechnik nicht erwogen worden ist. Durch die Halbmikrotechnik erweitert sich also die Anzahl der einsetzbaren chemischen Schülerexperimente beträchtlich.

- *Alle Schüler einer Klasse können den Verlauf des Experiments aus unmittelbarer Nähe beobachten.* Beim Einsatz chemischer Demonstrationsexperimente ist es nicht möglich, allen Schülern gleichzeitig die sich vollziehenden Veränderungen aus unmittelbarer Nähe zu zeigen. Ebenso ist es nicht sinnvoll und oft auch nicht möglich, die entstandenen Reaktionsprodukte nach Ablauf des Experiments in der Klasse herumzureichen. Durch Anwendung der Halbmikrotechnik ist die effektive Voraussetzung dafür gegeben, daß die Schüler die Schulexperimente selbst ausführen und den Ablauf dieser Experimente in jeder Phase unmittelbar verfolgen können.
- *Alle Schüler einer Klasse werden systematisch und gründlich in die chemische Experimentiertechnik eingeführt.* Voraussetzung dafür ist die Anwendung der Halbmikrotechnik, bei der jeder Schüler möglichst auch jedes Experiment ausführen kann. Der Lehrer ist dann in der Lage, die experimentellen Schwierigkeiten schrittweise langsam und kontinuierlich zu steigern. Das ist zum Beispiel nicht möglich, wenn die Schüler etwa im Verlaufe eines Halbjahres einmal an der Ausführung eines Demonstrationsexperimentes beteiligt werden.
- *Die Experimente sind wenig zeitaufwendig.* Manche im Chemieunterricht einzusetzenden Experimente erfordern, wenn sie nach der Makrotechnik ausgeführt werden, sehr viel Zeit, die aber innerhalb einer Unterrichtsstunde nicht immer zur Verfügung steht. Daher muß der Lehrer verschiedentlich auf sehr instruktive Experimente verzichten. Experimente nach der Halbmikrotechnik beanspruchen wesentlich weniger Zeit als entsprechende Experimente nach der Makrotechnik. Dieser Vorzug ergibt sich aus den Merkmalen der Halbmikrotechnik. Kleine Substanzmengen und kleine Geräte können zum Beispiel schneller erwärmt und abgekühlt werden als große. Auch der Zusammenbau der kleinen, aus Normteilen zusammengesetzten Apparaturen geht relativ schnell vor sich. Auf diese Weise ergeben sich zum Teil beträchtliche Zeiteinsparungen, so daß es möglich wird, mehr Experimente einzusetzen, als es früher bei ausschließlichem Gebrauch der Makrotechnik der Fall gewesen ist.
- *Die Ausführung des Experiments und der Erkenntnisprozeß sind weitgehend miteinander verbunden.* Im Chemieunterricht ist es pädagogisch-methodisch besonders schwierig, das Experiment harmonisch mit den Erkenntnisprozessen zu verbinden, die von den Schülern auszuführen sind. Die Ausführung der Experimente und der damit in Zusammenhang stehenden Erkenntnisprozesse der Schüler lassen sich aber bei Anwendung der Halbmikrotechnik eng und harmonisch miteinander verbinden, weil jeder Schüler für sich experimentieren und seine hierbei erzielten Ergebnisse auswerten kann. Damit kann einer Ausbildung der Schüler im Denken, das heißt einer Weiterentwicklung der Fähigkeiten, in besonderem Maße gedient werden.

• *Die Experimente lassen sich gut innerhalb des programmierten Unterrichts einsetzen.* Durch den Einsatz der Halbmikrotechnik besteht die Möglichkeit, einen programmierten Chemieunterricht zu organisieren, in dem chemische Experimente integrierender Bestandteil sind. Die Ausführung chemischer Schulexperimente nach der Halbmikrotechnik entspricht in vielen Punkten der Eigenart des programmierten Unterrichts; denn in beiden Fällen sollen (bzw. können) die Schüler individuell arbeiten und das ihnen gemäße Arbeitstempo bestimmen. Außerdem läßt sich dadurch das chemische Experimentieren sinnvoll mit den Erkenntnisprozessen der Schüler verbinden, in denen bestimmte Aufgaben zu lösen sind. Die Experimente können auch auf die logischen Schritte aufgeteilt und in diese einbezogen werden. Schließlich sind die Ergebnisse der experimentellen Arbeiten ebenso leicht und umfassend zu kontrollieren, wie die Erfüllung der gesamten Aufgaben.
Durch Anwendung der Halbmikrotechnik hat der Schüler relativ oft Gelegenheit zum selbständigen Experimentieren. Daher wird er in einem besonderen und sehr viel stärkeren Maße als früher zu Sorgfalt, Genauigkeit, Sauberkeit und Gewissenhaftigkeit erzogen.

1.4. Einsatzarten der Halbmikrotechnik innerhalb des Chemieunterrichts

Die chemischen Schulexperimente lassen sich nach der Person, die experimentiert, in *Lehrer-* und *Schülerexperimente* einteilen. Geht man von der pädagogisch-methodischen Funktion der Schülerexperimente aus und berücksichtigt, daß vom Schüler chemische Reaktionen nicht nur über die rezeptive sinnliche Wahrnehmung und das Denken sinnlich erfaßt werden, sondern auch über die praktisch-manuelle Tätigkeit, so kann man *Demonstrationsexperimente* und *Übungsexperimente* unterscheiden. Die Demonstrationsexperimente werden vom Lehrer oder von einzelnen Schülern ausgeführt und danach in *Lehrerdemonstrationsexperimente* und in *Schülerdemonstrationsexperimente* klassifiziert. Bei den Übungsexperimenten handelt jeder Schüler für sich. Diese Experimente, *Schülerübungsexperimente* genannt, stellen eine wesentliche Variante der Schülerexperimente dar.

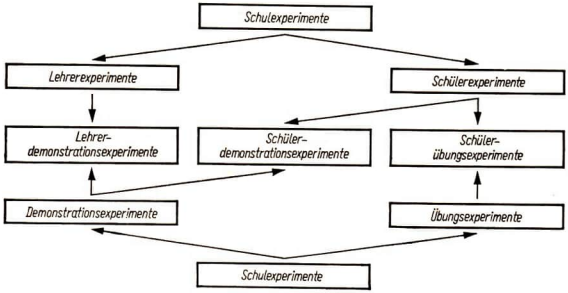


Abb. 2 Arten der Schulexperimente

Abbildung 2 gibt einen Überblick über die Beziehungen zwischen den einzelnen Arten der Schulexperimente.

Chemische Schulexperimente nach der Halbmikrotechnik werden vorzugsweise als Schülerübungsexperimente eingesetzt. Die verwendeten Substanzmengen, Geräte und Apparate lassen den Reaktionsverlauf nur aus unmittelbarer Nähe erkennen, so daß ein Einsatz als Demonstrationsexperiment meist von selbst ausscheidet. Der Einsatz der Schulexperimente nach der Halbmikrotechnik ist zwar eingeengt, doch der pädagogisch-methodische Wert derselben wird dadurch in keiner Weise vermindert. Auch bei anderen Schülerübungsexperimenten wird nur sehr selten eine Demonstrationswirkung angestrebt.

Chemische Experimente nach der Halbmikrotechnik lassen sich besonders gut innerhalb des *verwebenden Verfahrens* einsetzen. Das verwebende Verfahren hat sich — insbesondere durch den Einsatz chemischer Experimente nach der Halbmikrotechnik — seit geraumer Zeit immer mehr als eine neue, spezifische Organisationsform des Chemieunterrichts durchgesetzt. Es vereinigt harmonisch den „Klassenunterricht alter Form", also den sogenannten Demonstrationsunterricht, und den „Übungsunterricht", in der Form der zusammenhängenden chemischen Schülerübungen, wobei nicht nur geübt, sondern allgemein experimentell gearbeitet wird [2; S. 10].

Das Charakteristische des verwebenden Verfahrens besteht darin, daß innerhalb einer Unterrichtsstunde oft mehrmals hintereinander vom Klassenunterricht, in dem der Lehrer mit seinen Schülern in der bekannten Weise einen bestimmten Unterrichtsabschnitt erarbeitet, zum Übungsunterricht übergegangen wird und umgekehrt. Im „übungsunterrichtlichen Teil" des verwebenden Verfahrens werden — harmonisch verbunden mit dem zu erarbeitenden Unterrichtsstoff — Experimente in Einzel- oder Gruppenarbeit durchgeführt.

Diese enge Verbindung von streng gegliedertem Klassenunterricht und selbständiger Schülerarbeit macht es möglich, die Schülerexperimente zum Ausgangspunkt von Erkenntnisprozessen zu wählen und sie nicht auf eine nachträgliche Bestätigung vermittelter Sachverhalte zu beschränken.

Die innerhalb des verwebenden Verfahrens eingesetzten chemischen Experimente nach der Halbmikrotechnik können, je nach ihrer Stellung im Unterrichtsprozeß, unterschiedlichen Bildungs- und Erziehungsaufgaben dienen.

- Der Einsatz der chemischen Experimente liegt im Bereich der *Erkenntnisprozesse*, die von den Schülern zu vollziehen sind. Dadurch werden echte Kenntnisse vermittelt und eine Erziehung zum Denken unterstützt. Das ist bei einem Einsatz des Experiments auf allen drei Stufen des Erkenntnisprozesses möglich. In dieser Funktion ist das chemische Experiment bisher nur selten innerhalb von Schülerübungen eingesetzt worden.
- Chemische Experimente werden zur *Wiederholung* und *Übung* eingesetzt. Dabei führen die Schüler chemische Reaktionen wiederholt aus und üben dadurch das einmal Erkannte, gewinnen dauerhafte und sichere Kenntnisse und entwickeln gleichzeitig ihr Können und ihre Fertigkeiten im chemischen Experimentieren.
- Chemische Experimente dienen der *Vertiefung* des Unterrichtsstoffes. Das ist zum Beispiel der Fall, wenn zu einem bestimmten Sachgebiet weiterreichende Experimente durchgeführt werden. Auf diese Weise festigt und erweitert sich das Grundwissen der Schüler bei gleichzeitiger Ausbildung des Könnens, der Fertigkeiten und der Fähigkeiten. Hinzu kommen noch viele andere, zum Teil sehr wesentliche Bildungs- und Erziehungseinflüsse,

auf die hier nicht weiter eingegangen werden kann. Es kann als sicher gelten, daß der positive Einfluß des verwebenden Verfahrens auf den Chemieunterricht erst durch den Einsatz chemischer Experimente nach der Halbmikrotechnik wirksam wird.

Die Schülerübungsexperimente nach der Halbmikrotechnik lassen sich innerhalb des verwebenden Verfahrens noch mit den anderen Arten chemischer Schulexperimente kombinieren, so daß ein sehr eindrucksvoller und abwechslungsreicher Unterricht zu erreichen ist. Nachfolgend sind einige diesbezügliche Möglichkeiten genannt, die Grundlage für eine Klassifizierung sein können.

- Das Schülerübungsexperiment wird nach dem Demonstrationsexperiment ausgeführt. Beide Experimente sind inhalts- und ausführungsgleich bis auf die angewandte Technik. In diesem Fall liegt ein *wiederholendes und übendes Schülerübungsexperiment in gleicher Front* vor.
- Das Schülerübungsexperiment folgt nach dem Demonstrationsexperiment; beide Experimente haben den gleichen Sachgehalt, sind aber nicht mehr inhalts- und ausführungsgleich. Man spricht hier von einem *vertiefenden und bestätigenden Schülerübungsexperiment*. Es läßt sich weiter unterteilen:

a) Beim vertiefenden und bestätigenden Schülerübungsexperiment *in gleicher Front* führen alle Schüler einer Klasse untereinander inhalts- und ausführungsgleiche Experimente aus.

b) Das vertiefende und bestätigende Schülerübungsexperiment *in getrennt-gemeinschaftlicher Arbeitsweise* erfaßt alle Experimente gleichen Sachgehalts, die nicht mehr inhalts- und ausführungsgleich sind.

- Es wird kein Demonstrationsexperiment, sondern ein Schülerübungsexperiment eingesetzt, um den neuen Unterrichtsstoff zu festigen und zu vertiefen. Solche Experimente werden *festigende und vertiefende Schülerübungsexperimente* genannt. Sie werden unterteilt in

a) festigende und vertiefende Schülerübungsexperimente *in gleicher Front*, wobei alle Experimente untereinander inhalts- und ausführungsgleich sind,

b) festigende und vertiefende Schülerübungsexperimente *in getrennt-gemeinschaftlicher Arbeitsweise*. Letztgenannte haben alle den gleichen Sachgehalt, sind aber nicht mehr inhalts- und ausführungsgleich.

- Man setzt zur entwickelnden Erarbeitung des neuen Unterrichtsstoffes keine Demonstrationsexperimente, sondern nur Schülerübungsexperimente ein. Bei dieser Einsatzart spricht man vom *entwickelnden und erarbeitenden Schülerübungsexperiment*. Man kann diese Experimente in drei Gruppen einteilen.

a) Beim entwickelnden und erarbeitenden Schülerübungsexperiment *in gleicher Front* werden untereinander inhalts- und ausführungsgleiche Experimente durchgeführt.

b) Die entwickelnden und erarbeitenden Schülerübungsexperimente *in getrennt-gemeinschaftlicher Arbeitsweise* haben alle den gleichen Sachgehalt, sind jedoch nicht mehr inhalts- und ausführungsgleich.

c) Alle Schülerübungsexperimente, die zu den entwickelnden und erarbeitenden Schülerübungsexperimenten *in regelloser Arbeitsweise* gehören, entsprechen einem anderen Sachgebiet. Sie sind daher auch nicht mehr inhalts- und ausführungsgleich. Diese Art von Experimenten ist nicht innerhalb des verwebenden Verfahrens einzusetzen.

Die entwickelnden und erarbeitenden Experimente sind besonders wichtig. Sie können die „lebendige Anschauung", das „denkende Durchdringen" und auch das „praktische Anwenden" unterstützen.

Chemische Experimente nach der Halbmikrotechnik werden von den Schülern vornehmlich innerhalb des verwebenden Verfahrens ausgeführt. Sie lassen sich jedoch auch noch bei anderen Formen des Unterrichts erfolgreich einsetzen, zum Beispiel im Rahmen der Stillbeschäftigung, bei der Kontrolle, Überprüfung und Beurteilung der Schülerleistungen – insbesondere bei den sogenannten kommentierten Übungen und innerhalb des programmierten Unterrichts (↗ S. 16).
Diese Unterrichtsformen entbehrten bisher einer breiten experimentalpraktischen Grundlage, durch Anwendung der Halbmikrotechnik kann sie aber zu einem großen Teil geschaffen werden.

1.5. Anforderungen an Chemieräume

Im Fach Chemie werden die Schüler einer Klasse im allgemeinen in einem besonderen Raum unterrichtet, der durch seine Beschaffenheit, Einrichtung und Ausstattung dem Lehrer und auch dem Schüler das Ausführen fachspezifischer Arbeitsoperationen ermöglicht. Die Arbeitsoperationen nach der Makro- und der Halbmikrotechnik unterscheiden sich zwar, dennoch resultieren daraus keine grundsätzlichen Unterschiede bezüglich der Beschaffenheit, Einrichtung und Ausstattung der Chemieräume. Im Hinblick auf die allgemeinen Anforderungen an Chemieräume sei daher auf die Ausführungen von Keune verwiesen [3; S. 479···559]. Daneben gibt es aber auch spezielle Anforderungen, die sich aus der halbmikrotechnischen Arbeitsweise ableiten.
Für den Einsatz der Halbmikrotechnik im Chemieunterricht ist der *Lehr-Übungs-Raum* am geeignetsten, da nur in ihm ein moderner Experimentalunterricht erteilt werden kann [3; S. 468···489]. An einen solchen Chemieraum sind folgende allgemeine Anforderungen zu stellen:
- Es muß möglich sein, Lehrer- und Schülerdemonstrationsexperimente nach der Makro- und Halbmikrotechnik durchzuführen.
- Jeder Schüler sollte die Schülerübungsexperimente selbständig an seinem Arbeitsplatz ausführen können.
- Es sollte die Möglichkeit für einen Einsatz der anderen Lehr- und Lernmittel bestehen.

Die Chemieräume sollten auf Grund ihrer Beschaffenheit, Einrichtung und Ausstattung diesen Anforderungen in idealer Weise genügen. Es gibt aber auch gute Behelfslösungen. Beim Arbeiten nach der Halbmikrotechnik kann zum Beispiel auf die Installation von Wasserzuflüssen und -abflüssen sowie von Gas- und Stromzuleitungen an die Arbeitstische der Schüler verzichtet werden. Es ist auch keineswegs erforderlich, daß von Anfang an für Schülerübungsexperimente nach der Halbmikrotechnik komplette Instrumentarien und vollständige Chemikaliensätze bereitstehen. Man wird in den meisten Fällen die Einrichtung und Ausstattung der Chemieräume entsprechend den vorhandenen Möglichkeiten stufenweise vornehmen.
Der Aufwand an organisatorischer Vorbereitungsarbeit des Lehrers auf den Einsatz von Schülerübungsexperimenten ist am geringsten, wenn das gesamte Instrumentarium und die wichtigsten Chemikalien an den Arbeitsplätzen der Schüler aufbewahrt werden. Das ist beim Arbeiten der Schüler nach der Makrotechnik bestenfalls für einige Grundchemikalien und besonders oft benutzte Instrumente, Geräte und Apparate möglich, dagegen können für die Schülerübungsexperimente nach der Halbmikrotechnik ein

komplettes Instrumentarium und eine sehr umfangreiche Chemikaliensammlung an den Arbeitsplätzen ständig bereitstehen. Dazu eignen sich am besten solche Lehr-Übungs-Räume, die mit Energieblöcken und den dazugehörigen Schülerarbeitstischen mit Schrankteil eingerichtet sind. Chemikalien und Instrumentarium können in diesem Fall folgendermaßen aufbewahrt werden:

- Das Instrumentarium und die Flaschengestelle mit dem Chemikaliensatz werden in den Schrankteilen der Arbeitstische verschließbar abgestellt.

Eine besonders übersichtliche Anordnung des Chemikaliensatzes wird erreicht, wenn man die Flaschengestelle nach Tischen und Chemikaliengruppen kennzeichnet. Die Gestelle für einen Tisch Nr. 4 zum Beispiel könnte man jeweils mit folgenden Kennzeichen versehen:
IV/A für anorganische Lösungen, IV/B für anorganische Festsubstanzen und IV/C für Substanzen der organischen Chemie. Die Anordnung der Flaschen in den Gestellen ist an allen Arbeitstischen gleichartig und durch Numerierung festgelegt. Flasche und Standplatz im Flaschengestell haben die gleiche Nummer. Eine solche Einrichtung der Schülerarbeitsplätze ist verhältnismäßig zeitaufwendig; sie ermöglicht jedoch eine schnelle Kontrolle des Chemikaliensatzes, die man sogar den „Chemieordnungsschülern" übertragen kann.
Auch das Instrumentarium muß in den Schrankteilen der Schülerarbeitstische übersichtlich aufbewahrt werden. Die Standorte der größeren Geräte, zum Beispiel der Filtrierstutzen, Gummidoppelgebläse und Ständer für Halbmikro-Kochgläser, sollte man ebenfalls kennzeichnen. Da in jedem Schrankteil drei Instrumentariensätze aufzubewahren sind, wären zum Beispiel für den Tisch Nr. 4 folgende Zeichen zu verwenden: IV/D, IV/E und IV/F.
Drei Halbmikro-Reagenzgläser, ein Halbmikro-Gasentwickler und drei Halbmikro-Gaswäscher verbleiben zum sofortigen Einsatz im Reagenzglasgestell. Das übrige Instrumentarium findet in einem Kasten mit folgenden Abmessungen Platz: 300 mm × 100 mm × 65 mm. Der Kasten wird entsprechend gekennzeichnet.
Das An- und Abräumen der Chemikalien und des Instrumentariums verlangt bei einer solchen Aufbewahrung nur wenig Zeit.

- Das Instrumentarium wird im Schrankteil der Arbeitstische gelagert, die Chemikalien dagegen werden auf dem Energieblock und dem Tisch abgestellt.

Zwei Flaschengestelle eines Arbeitstisches stehen auf der Mittelfläche des Energieblockes, das dritte findet unterhalb des ersten auf der Tischfläche Platz (Abb. 3). Durch diese Anordnung tritt keine zusätzliche Sichtbehinderung auf. Die Gestelle sind so jederzeit griffbereit und werden zum Experimentieren in die Mitte der Tische gestellt. Flaschengestelle, Flaschen und Instrumentarium werden in der oben beschriebenen Art gekennzeichnet.
Im Lehr-Übungs-Raum sollte für Schülerübungsexperimente dem Lehrer ein gesondertes Instrumentarium nebst Chemikaliensatz zur Verfügung stehen, damit er im Anfangsunterricht und in besonders schwierigen Fällen die experimentelle Tätigkeit der Schüler durch Vorführen des Experimentes anleiten kann. Außerdem ist es dadurch zum Beispiel gut möglich, das experimentelle Können eines Schülers vor der Klasse zu überprüfen, während die gleichen Experimente von den anderen Schülern an ihren Arbeitsplätzen ausgeführt werden.
Für die Aufbewahrung der Chemikalien und des Instrumentariums in an-

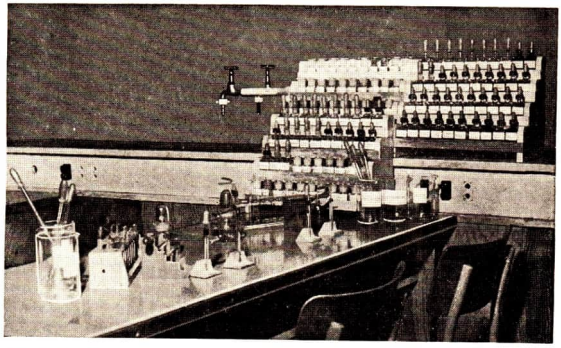


Abb. 3 Schülerarbeitsplatz

ders eingerichteten Räumen sind entsprechende *Behelfsmöglichkeiten* zu suchen. Dabei ist immer auf eine übersichtliche, gut durchdachte Anordnung der Chemikalien- und Instrumentariensätze zu achten, damit die Vorbereitungsarbeiten möglich wenig Zeit beanspruchen.

Für Chemieräume ohne Schülerarbeitstische mit Schrankteil beziehungsweise für normale Klassenzimmer werden im folgenden einige Behelfslösungen beschrieben.

• Das Instrumentarium und die Chemikalien werden in Schränken aufbewahrt, die im Lehr-Übungs-Raum stehen [vgl. auch 4; S. 104]. Die Chemikalien können sich in gekennzeichneten Flaschen und Flaschengestellen befinden (↗ S. 54) und vom „Chemieordnungsschüler" bei Bedarf entsprechend der Tischnummer vor der Stunde bereitgestellt werden. Eine solche Anordnung bietet folgende Vorteile:

Zum Auffinden und Bereitstellen und auch für das Abräumen der Chemikalien wird relativ wenig Zeit benötigt. Besonders günstig wirkt sich diese Art der Aufbewahrung bei Experimenten mit einem größeren Chemikalienbedarf aus.

Die Schüler werden veranlaßt, aus einem größeren Sortiment die erforderlichen Chemikalien auszuwählen. Das ist beim Einsatz der Experimente zum entwickelnden Erarbeiten von besonderer Bedeutung. Die Formel und der Name der verwendeten Substanzen werden ständig wiederholt.

Es wird vermieden, daß einige benötigte Chemikalien nicht bereitgestellt werden.

Der Raumbedarf zur Aufbewahrung der Flaschen ist relativ klein.

Dem stehen folgende Nachteile gegenüber:

Besonders im Anfangsunterricht wirkt eine Vielzahl bereitgestellter Chemikalien auf die Schüler verwirrend. Für viele Experimente werden nur zwei bis vier verschiedene Chemikalien benötigt; es müssen aber ein oder sogar zwei Flaschengestelle transportiert werden. Diese Nachteile sind aber nicht so schwerwiegend, daß man auf die satzweise Aufbewahrung der Chemikalien verzichten sollte.

Das Instrumentarium wird ebenfalls satzweise bereitgehalten (↗ S. 20). Den Kasten mit dem Instrumentarium und auch die anderen Geräte und Apparate eines Schülerinstrumentariums kann man auf einem Tablett mit den Abmessungen 550 mm × 350 mm lagern. Dadurch wird der Transport erleichtert, und die Schüler können die Tabletts als Experimentierunterlage benutzen.
Entscheidet sich der Lehrer im Anfangsunterricht dafür, nur einige Chemikalien und bestimmte Geräte an die Schüler auszugeben, so können diese aus den Sätzen ohne besondere Schwierigkeiten entnommen werden.

- Die Chemikalien und das Instrumentarium für Schülerversuche werden nach den bereits genannten Prinzipien in einem gesonderten Raum aufbewahrt. Dazu wird man sich entschließen, wenn der Chemieraum zu klein ist oder der Chemieunterricht ausschließlich in normalen Klassenräumen erteilt werden muß. Damit ist es prinzipiell möglich, in allen Unterrichtsräumen, in denen sich Tische mit ebenen Platten befinden, halbmikrotechnische Schülerexperimente nach dem verwebenden Verfahren einzusetzen.
- Die Aufbewahrung der Chemikalien und des Instrumentariums kann auch so organisiert werden, daß man die Instrumentariensätze wie beschrieben auf Tabletts in Schränken oder Regalen und die Chemikalienflaschen in Flaschenständern nach Stoffen geordnet bereithält. Man verwendet dazu je Substanz zwei Flaschenständer für jeweils 10 Flaschen. Die Ständer sind mit dem Namen, dem Symbol oder der Formel der Substanz gekennzeichnet und stehen im Vorratsschrank hintereinander an einer Stelle, die in gleicher Weise beschriftet ist. Die „Chemieordnungsschüler" nehmen vor der Unterrichtsstunde die erforderlichen Flaschenständer heraus und stellen auf jedem Arbeitstisch eine Flasche ab. Nach der Stunde werden die Chemikalien in die Flaschenständer und in die Schränke zurückgeräumt. Das An- und Abräumen ist bei dieser Art der Aufbewahrung von Chemikalien mit einem größeren Zeitaufwand verbunden als bei der satzweisen Anordnung. Außerdem wird in den Schränken beziehungsweise Regalen eine größere Abstellfläche benötigt. Im Anfangsunterricht bewährt sich diese Art, sie ist aber sehr umständlich bei Experimenten mit einem größeren Chemikalienbedarf. Schränkt man die Anzahl der auszugebenden Chemikalien auf diejenigen ein, die für ein bestimmtes Experiment benötigt werden, so wird die Denkrichtung der Schüler zum Teil recht nachteilig beeinflußt. Ähnliches ist auch für ein nach gleichen Prinzipien geordnetes Instrumentarium zu sagen. Instrumentarium und Chemikalien sollten daher bevorzugt satzweise an die Schüler ausgegeben werden.

Die Zusammenstellung der Chemikalien- und Instrumentariensätze beansprucht einen größeren Zeitraum. Man wird daher zunächst die wichtigsten Chemikalien und die Grundapparate (z. B. Halbmikro-Gasentwickler, Halbmikro-Gaswäscher) bereitstellen und dann die Arbeitssätze der Schüler allmählich vervollständigen.

1.6. Unfallverhütung und Unfallschutz

Bei Anwendung der Halbmikrotechnik innerhalb chemischer Schülerexperimente ist die Unfallgefahr stark gemindert, jedoch nicht ausgeschlossen. Die halbmikrotechnischen Experimente für den Chemieunterricht sind so angelegt, daß bei ordnungsgemäßer Durchführung keine wesentlichen Gefahren für die Schüler und den Lehrer bestehen; es sind aber auch hier

mechanische Verletzungen, zum Beispiel durch zerbrochene Glasteile oder zersprungene Gefäße, möglich. Es ist daher die Pflicht des Chemielehrers, durch entsprechende Organisation der experimentellen Arbeiten, eindeutig formulierte Arbeitsanweisungen, wiederholte Belehrungen der Schüler und sorgfältige Aufsicht dafür Sorge zu tragen, daß Unfälle nicht vorkommen. Der Lehrer wird zum Beispiel darauf zu achten haben, daß die Versuchsanordnungen standsicher aufgebaut werden und die Schüler seine Anweisungen beim Experimentieren konsequent und vollkommen einhalten.

Der Chemielehrer hat neben dem Direktor die volle Verantwortung dafür, daß die Gesundheit der Schüler im Chemieunterricht entsprechend den gesetzlichen Bestimmungen geschützt wird. Über die einschlägigen Arbeitsschutzbestimmungen muß er genaue Kenntnisse besitzen. Zu beachten sind auch die diesbezüglichen Ausführungen von Keune [3; S. 683···689] und Meyendorf [4; S. 194··· 209]. Die Arbeitsschutzbestimmungen enthalten Mindestforderungen, und der Lehrer ist berechtigt, sie durch weitergehende Ausführungen zu ergänzen. Darum ist es auch bei Anwendung der Halbmikrotechnik notwendig, allgemeine Arbeitsregeln für Schüler aufzustellen, den Schülern mitzuteilen und die Einhaltung zu kontrollieren. In die Arbeitsanweisungen für die Schüler sollten Gefahrenhinweise aufgenommen werden.

Im einzelnen sind bei der Arbeit nach der Halbmikrotechnik folgende Punkte zu beachten:

- Die Schüler dürfen grundsätzlich nicht mit Giften der Abteilung 1 arbeiten. Inwieweit Gifte der Abteilung 2 verwendet werden können, muß der Fachlehrer auf Grund der speziellen pädagogischen Situation seiner Klasse entscheiden.
- Im Schülerchemikaliensatz können nur dann Gifte der Abteilung 3 aufbewahrt werden, wenn der Aufbewahrungsraum nach dem Unterricht verschlossen gehalten wird.
- Die Darstellung und Verwendung von giftigen Gasen, die nicht im amtlichen Giftverzeichnis als Gifte der Abteilung 1 aufgeführt sind, ist gestattet. Allerdings muß der Lehrer durch geeignete Maßnahmen dafür sorgen, daß die Gase nicht in gefahrdrohender Menge entstehen oder aus den Apparaturen in den Arbeitsraum entweichen können.
- Die Schüler sind darauf hinzuweisen, Geruchsproben ohne ausdrückliche Aufforderung zu unterlassen.
- Die Anwendung der Halbmikrotechnik schafft zahlreiche Erleichterungen beim Umgang mit brennbaren Flüssigkeiten. Allerdings betrifft das nicht die Aufbewahrung dieser Substanzen. Alle Flaschen mit brennbaren Flüssigkeiten der Gefahrenklassen A I, A II, B I und B II müssen in der Schule unabhängig von ihrer Größe mit der Aufschrift „Feuergefährlich" gekennzeichnet sein. Die am Arbeitsplatz der Schüler aufbewahrten Mengen sollten so gering wie möglich gehalten werden. Flaschen mit Kohlendisulfid (Schwefelkohlenstoff) und Äthoxyäthan (Äther) gibt man zweckmäßigerweise nur im Bedarfsfalle aus. Zu beachten ist ferner, daß Schüler sich nicht am Auffüllen der Flaschen mit brennbaren Flüssigkeiten beteiligen dürfen. Brennbare Flüssigkeiten bis zu einer Gesamtmenge von 5 ml dürfen zwar über offener Flamme erhitzt werden. Es ist aber darauf zu achten, daß die Apparaturen geschlossen sind (Rückflußkühler o.ä.) und Dämpfe nicht in größeren Mengen entweichen können.

Experimenteller Teil

2. Technische Grundlagen der Halbmikrotechnik

2.1. Instrumentarium

2.1.1. Instrumente

Instrumente sind einfach gebaute Gegenstände aus Glas, Holz Metall oder Kunststoff, die Teile chemischer Geräte sein können und für die Durchführung der verschiedenen Operationen benötigt werden. Durch den alleinigen Einsatz von Instrumenten kann man keine chemischen Experimente durchführen.

Ausgleichrohre. Mit Hilfe der Ausgleichrohre werden zwei Apparate, zum Beispiel ein Halbmikro-Gasentwickler und ein Halbmikro-Gaswäscher, miteinander verbunden. In Verbindung mit diesen Apparaten benötigt man die Ausgleichrohre bei der Ausführung bestimmter Arbeitsoperationen. So werden sie beispielsweise beim pneumatischen Auffangen von Gasen (↗ Apparat 3, Apparat 7) und beim Kondensieren gasförmiger Stoffe (↗ Apparat 11) eingesetzt. Man erhält ein Ausgleichrohr, wenn man ein etwa 80 mm langes Biegerohr mit einem Außendurchmesser von 5 mm entsprechend der Abbildung 4 biegt.

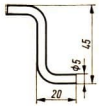


Abb. 4 Ausgleichrohr

Gasableitungsrohre sind Bestandteile verschiedener Apparate (↗ Apparat 4, Apparat 5, Apparat 15). Ihr Einsatz ermöglicht den Gastransport innerhalb geschlossener Apparaturen, das pneumatische Auffangen von Gasen aus erhitzten Reaktionsgefäßen und das Kondensieren gasförmiger Stoffe. Man stellt sich ein Gasableitungsrohr aus einem etwa 200 mm langen Biegerohr mit einem Außendurchmesser von 5 mm nach Abbildung 5 her.

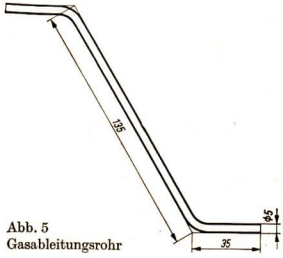


Abb. 5
Gasableitungsrohr



Abb. 6
Gaseinleitungsrohr

Gaseinleitungsrohre werden in Verbindung mit anderen Instrumenten und Geräten zur Herstellung verschiedener Apparate benötigt (↗ Apparat 6 bis Apparat 12). Besondere Bedeutung haben sie in diesen Apparaten für das

Reinigen gasförmiger Stoffe, für das Vermischen gasförmiger und flüssigre Stoffe sowie für das Kondensieren gasförmiger Stoffe. Ein Gaseinleitungsrohr stellt man, entsprechend der Abbildung 6, aus einem etwa 135 mm langen Biegerohr mit einem Außendurchmesser von 5 mm her.

Glasstäbe benötigt man besonders für das Mischen (↗ S. 54) von Reaktionspartnern. Außerdem werden sie beim Filtrieren (↗ S. 53) und zur Vermeidung von Siedeverzügen bei Reagenzglasversuchen (↗ S. 56) gebraucht. Aus Vollglasstangen mit einem Durchmesser von 4 mm stellt man Glasstäbe (Abb. 7) von etwa 110 mm Länge folgendermaßen her:
An einem Ende wird der Glasstab vorsichtig rundgeschmolzen. Dabei darf es nicht zu einer Wulstbildung oder Verdickung kommen. Dieses Ende muß in ein Filterröhrchen hineinpassen. Das andere Ende des Glasstabes wird 2···3 mm weit in die Flamme gehalten und bis zum Erweichen kräftig erhitzt. Dann preßt man es gegen eine feuerfeste, glatte Unterlage aus Stein oder Metall, so daß eine kleine, runde Abplattung entsteht, die nicht größer als die lichte Öffnung eines Halbmikro-Reagenzglases sein darf.

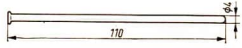


Abb. 7 Glasstab

Halbmikro-Tropfer werden in drei verschiedenen Größen benötigt. In den Halbmikro-Standflaschen sind *Halbmikro-Tropfer nach TGL 40-314, Typ C*, enthalten. Sie sind 60 mm lang und haben einen äußeren Durchmesser von 6,5 ± 0,5 mm (Abb. 8c). Halbmikro-Tropfer dienen der Entnahme und Dosierung von Lösungen. Die Tropfer der Halbmikro-Standflaschen benutzt man nach dem Entfernen der Gewindekappe zur Herstellung von Halbmikro-Gasentwicklern (↗ S. 43 bis 46).
Außer dem Typ C sind noch die *Halbmikro-Tropfer mit langer Spitze nach TGL 40-314, Typ A*, für das halbmikrotechnische Arbeiten von großer Bedeutung. Diese Tropfer haben einen äußeren Durchmesser von 8 mm, eine Gesamtlänge von 170 mm und eine Länge der Kapillare von 70 mm (Abb. 8a). Die lange Tropferkapillare bricht verhältnismäßig leicht. Die Länge der Tropferkapillare ist erforderlich, da nur so Lösungen aus dem Filterröhrchen entnommen werden können, wenn in diesem die Filterwatte zu fest gestopft ist. Außerdem erreicht man mit der langen Tropferkapillare leicht den Boden der Halbmikro-Reagenzgläser.
Zur Herstellung dieser Tropfer benutzt man etwa 220 mm langes Biegerohr mit einem äußeren Durchmesser von 8 mm. Nachdem die Enden rundgeschmolzen sind, wird das Glasrohr in der Mitte unter ständigem Drehen bis zum Erweichen erhitzt und dann außerhalb der Flamme bis zur gewünschten Länge ausgezogen. Symmetrische Tropfer erhält

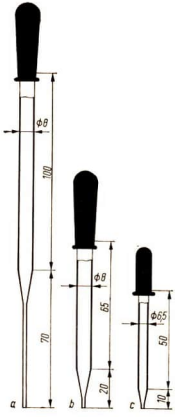


Abb. 8 Halbmikro-Tropfer
a) Typ A; b) Typ B; c) Typ C

man nur dann, wenn während des Ausziehens das Glasrohr weiter gedreht wird. Günstig ist es, wenn die Enden der Tropfer noch mit einem Wulst versehen oder geweitet werden. Die Sifonsauger halten dann besser. Einen Wulst erhält man, wenn das Ende des Tropfers in der heißen Flamme des Bunsenbrenners bei leichtem Drehen bis zum Erweichen erhitzt und anschließend leicht gegen eine feuerfeste Unterlage gedrückt wird. Das Weiten kann mit einem spitzen, mit Paraffin überzogenen Messer oder einem ähnlichen Metallgegenstand vorgenommen werden. Die Messerspitze wird mit leichtem Druck in das bis zum Erweichen erhitzte Glasrohr eingeführt und der Tropfer dabei langsam gedreht.

Kurze Halbmikro-Tropfer nach TGL 40-314, Typ B, mit einem Außendurchmesser von 8 mm und einer Gesamtlänge von 85 mm (Abb. 8b) werden entsprechend hergestellt. Sie werden aber weniger gebraucht. Bei ihrer Verwendung muß man beachten, daß das Volumen des Tropfers größer als das des Sifonsaugers sein muß.

Die Tropfer sollten sofort nach jedem Gebrauch gesäubert werden. Im allgemeinen genügt ein mehrmaliges Aufsaugen von Leitungswasser, das anschließend in den für Abfälle bestimmten Filtrierstutzen oder in ein Becherglas entsprechender Größe eingespritzt wird. Eventuell verbleibende Reste können nach dem Entfernen des Sifonsaugers mit einem Pfeifenreiniger beseitigt werden. Verschmutzungen der Tropferkapillare entfernt man, indem man die Tropfer in ein zur Hälfte mit „Waschsäure" oder einem entsprechenden Lösungsmittel gefülltes Halbmikro-Reagenzglas einstellt. Bei analytischen Arbeiten müssen die Tropfer nach dem Ausspülen mit Leitungswasser noch mit destilliertem Wasser nachgespült werden.

Hornspatel benötigt man für den Transport und für das Vermischen von Festsubstanzen. Am besten eignet sich ein Spatel aus Horn oder PVC, der auf einer Seite flach ist und dessen andere Seite eine kleine, rinnenähnliche Wölbung aufweist (Abb. 9). Die Wölbung muß mindestens teilweise in die Öffnung eines Halbmikro-Reagenzglases hineinpassen. Die Spatel sollten etwa 160 mm lang und maximal 8 mm breit sein. Doppelspatel mit zwei flachen Seiten erschweren ein sauberes Arbeiten.



Abb. 9 Hornspatel

Pinzetten. Mit Hilfe der Pinzette entnimmt man Filterwatte oder Asbestwolle den entsprechenden Vorratsbehältern und bringt sie in Filterröhrchen beziehungsweise Verbrennungsrohre ein. Vernickelte, abgerundete Pinzetten (Abb. 10) von 90 mm Länge werden bevorzugt benutzt. Spitze Pinzetten sind weniger geeignet.



Abb. 10 Pinzette

Reagenzglasbürsten (Abb. 11) benötigt man zum Säubern der Halbmikro-Reagenzgläser und der verschiedenen Apparate. Ihr Durchmesser beträgt 10 mm. Die Glasrohre der verschiedenen Apparate können nicht mit diesen Bürsten gereinigt werden. Man benutzt dazu am besten Pfeifenreiniger.



Abb. 11 Reagenzglasbürste

Reagenzglashalter aus Holz mit Stahlfedern (Abb. 12), die für makrotechnische Arbeiten verwendet werden, eignen sich auch zur Halterung der Halbmikro-Reagenzgläser. Man kann sie auch in Stativmuffen einspannen und so als „Stativklemme" zur Halterung bestimmter Apparate in umfangreicheren Gerätezusammenstellungen einsetzen.



Abb. 12 Reagenzglashalter

Tamponträger werden besonders beim Filtrieren (↗ S. 53) benötigt. Man fertigt sie leicht aus Rouladennadeln an, indem man die Spitzen durch Aufdrücken gegen eine harte Unterlage zu feinen Häkchen umbiegt (Abb. 13).



Abb. 13 Tamponträger

Tiegelzangen benötigt man besonders zum Halten der Halbmikro-Kochgläser, wenn diese über freier Flamme erhitzt werden sollen. Besonders geeignet sind doppelt gebogene Tiegelzangen mit glattem Schenkel und einer Länge von 20 cm (Abb. 14). Es sind die gleichen Tiegelzangen wie beim Arbeiten nach der Makrotechnik.



Abb. 14 Tiegelzange

T-Stücke werden besonders bei technologischen Experimenten benötigt. Sie können die Funktion rohrförmiger Reaktionstürme übernehmen und ohne Schwierigkeiten in umfangreiche Gerätezusammenstellungen einbezogen werden. Durch ihren Einsatz können zum Beispiel das Gegenstromprinzip (↗ Versuch 66) und das Kreislaufprinzip (↗ Versuch 148a) mit einfachen Mitteln veranschaulicht werden. Am besten eignen sich T-Stücke mit glatten Enden und einem Außendurchmesser von 8 mm (Abb. 15). Bei T-Stücken mit gewölbten Enden lassen sich die Schlauchverbindungsstücke leichter aufziehen. Jedoch ist mit der Wölbung eine Verengung des Glasrohres verbunden, die sich sehr nachteilig auswirkt.

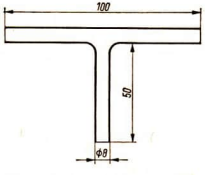


Abb. 15 T-Stück

Winkelrohre werden zur Herstellung verschiedener Apparate (↗ Apparat 13, Apparat 14) benötigt. Man stellt sie sich aus Biegerohr mit einem Außendurchmesser von 5 mm und einer Länge von etwa 60 mm entsprechend der Abbildung 16 her.

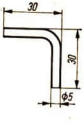


Abb. 16 Winkelrohr

2.1.2. Geräte

Geräte sind Gegenstände aus Glas, Keramik, Holz, Metall oder Kunststoff, in welchen chemische Experimente ausgeführt werden können oder die zur Halterung anderer Instrumente, Geräte und Apparate Verwendung finden. Sie können Teile chemischer Apparate sein.

Ablage für Tropfer. Verschmutzte Tropfer oder Glasstäbe müssen manchmal vorübergehend aus der Hand gelegt werden. Man benutzt dafür Ablagen für Tropfer aus Kunststoff (Abb. 17) oder Metall und vermeidet so ein Verschmutzen des Arbeitsplatzes. In Gerätezusammenstellungen können die Ablagen für Tropfer auch zur Halterung der Aktivkohleadsorptionsrohre verwendet werden.

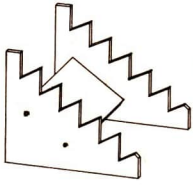


Abb. 17 Ablage für Tropfer

Aktivkohleadsorptionsrohre sollen eine Verunreinigung der Luft durch Gase, die beim Experimentieren entstehen, verhindern. Sie bilden deshalb den Abschluß vieler Apparaturen. Aktivkohleadsorptionsrohre (Abb. 18) werden aus 500 mm langem Biegerohr mit einem äußeren Durchmesser von 8 mm hergestellt. Die an beiden Enden rundgeschmolzenen Glasrohre füllt man mit körniger Aktivkohle und verschließt sie anschließend auf beiden Seiten locker mit Asbestwollepfropfen. Auf das eine Ende wird ein 40 mm langes Schlauchstück mit einer inneren Weite von 6 mm zur Hälfte aufgezogen. Durch dieses Schlauchstück kann das Aktivkohleadsorptionsrohr leicht mit anderen Geräten verbunden werden.
Adsorptionsvorrichtungen kann man sich auch durch Füllen von 25-ml-Erlenmeyerkolben oder -Rundkolben mit körniger Aktivkohle herstellen. Die Kolben müssen dann mit doppelt durchbohrten Stopfen verschlossen werden. Durch die eine Bohrung wird ein Gaseinleitungsrohr bis kurz über den Boden eingeführt. Die zweite Bohrung enthält ein Winkelrohr.



Abb. 18 Aktivkohleadsorptionsrohr

Bechergläser der Nenngröße 150 ml mit einem Durchmesser von 55 mm und einer Höhe von 80 mm (Abb. 19) benötigt man zum Auffangen des Kühlwassers, das von wassergekühlten Gasableitungs- oder Ausgleichsrohren herabfließt. Außerdem kann man sie als Wasserbäder einsetzen und in ihnen andere Geräte und Apparate erhitzen. Selbst die 25-ml-Rund- oder Erlenmeyerkolben finden darin Platz. Ein größeres Wasserbad besteht aus der breiten Form der 400-ml-Bechergläser und einem Wasserbadeinsatz aus Schichtpreßstoff oder Aluminium. Der Wasserbadeinsatz haltert gleichzeitig 5 Halbmikro-Reagenzgläser und 2 Halbmikro-Kochgläser.

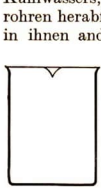


Abb. 19 Becherglas

Die Bedeutung dieser Wasserbäder für Schülerexperimente ist durch die lange Anheizzeit und den hohen Energieverbrauch gering.

Chemikalienflaschen. *Flüssige Reagenzien* werden in 30 ml fassenden *Halbmikro-Standflaschen nach TGL 40-313* aufbewahrt. Für die Schule sind drei verschiedene Ausführungen von Bedeutung (Abb. 20).

In die *Halbmikro-Standflaschen mit Kegelschliff* (Abb. 20 b) füllt man Säuren und leichtflüchtige Lösungen, insbesondere Flüssigkeiten aus der organischen Chemie. Die Sifonsauger auf den Flaschen mit konzentrierten Säuren sind nicht widerstandsfähig genug und müssen von Zeit zu Zeit erneuert werden. Die Tropfer der Halbmikro-Standflaschen mit Kegelschliff dürfen nicht am Sifonsauger transportiert werden. Sie werden mit zwei Fingern an der Stelle angefaßt, wo der Sifonsauger an dem Tropfer ansetzt.

Für lichtempfindliche Substanzen, wie Wasserstoffperoxid, Silbernitratlösung, Chlor- und Bromwasser, stehen *braune Halbmikro-Standflaschen mit Gewindekappe* (Abb. 20 c) zur Verfügung. Alle übrigen Flüssigkeiten gibt man in *weiße Halbmikro-Standflaschen mit Gewindekappe* (Abb. 20 a).

Die Verwendung von Halbmikro-Standflaschen hat folgende Vorteile:

- Die Halbmikro-Standflaschen gestatten ein sauberes Entnehmen von Flüssigkeiten, was für konzentrierte Hydroxidlösungen und Säuren von besonderer Bedeutung ist. Die Unfallgefahr wird damit wesentlich herabgesetzt.
- Die Schraubverschlüsse können mit einer Hand bedient werden, ohne daß die Flasche festgehalten werden muß.
- Auf Grund der rechteckigen Form lassen sich die Halbmikro-Standflaschen ohne Platzverlust einheitlich nebeneinanderstellen.
- Bei der Verwendung von Flaschengestellen lassen sich die Chemikalien auf geringem Raum übersichtlich anordnen, da sich die beschriftete Seite nicht verdrehen kann.

Festsubstanzen können nach dem Entfernen der Tropfer auch in den Halbmikro-Standflaschen mit Gewindekappe aufbewahrt werden. Auf Grund der guten Standsicherheit dieser rechteckigen Flaschen ist ihre Verwendung besonders zu empfehlen, wenn die Flaschen nicht am Arbeitsplatz der Schüler



Abb. 20 Halbmikro-Standflaschen
a) mit Gewindekappe; b) mit Kegelschliff (NS);
c) mit Gewindekappe, braun



Abb. 21 Standflasche der Ausführung B (weithalsig)

verbleiben, sondern an- und abgeräumt werden müssen. Nachteilig ist allerdings der enge Hals dieser Flaschen. Dadurch werden das Füllen der Flaschen und das Entnehmen der Festsubstanzen erschwert. Diese Schwierigkeiten können durch den Einsatz eines kleinen Pulvertrichters (nach TGL 40-306, Blatt 4) und eines Horn- oder Kunststoffspatels weitgehend vermieden werden.

Festsubstanzen können außerdem in *10-ml-Standflaschen der Ausführung B (weithalsig)* mit NS 14, 15/23 nach TGL 40-346 (Abb. 21) aufbewahrt werden. Aus diesen Flaschen können die Festsubstanzen leichter als aus den Halbmikro-Standflaschen entnommen werden. Allerdings sind diese Flaschen auf Grund der hohen Lage ihres Schwerpunktes nicht so standsicher wie die Halbmikro-Standflaschen. Die Standflaschen der Ausführung B können jedoch durch ihre runde Form nicht so übersichtlich wie die Halbmikro-Standflaschen angeordnet werden. Bereits durch eine geringe Drehung der Flaschen sind die Aufschriften verdeckt.

Destillationsaufsätze werden für verschiedene Destillationen benötigt (↗ Versuch 115, Versuch 134). Man kann sie sich leicht selbst herstellen (Abb. 22). Von einem Reagenzglas mit seitlichem Ansatzrohr der Größe 160 mm × 16 mm wird der Boden bis zu einer verbleibenden Gesamtlänge von 100 mm abgeschnitten. Die Schnittfläche wird rundgeschmolzen und mit einem 10 mm langen Stück PVC-Schlauch von 16 mm Durchmesser überzogen.

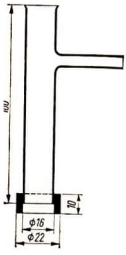


Abb. 22 Destillationsaufsatz

Drahtelektroden werden für elektrolytische Experimente benötigt. Man verwendet sie als Katoden und auch als Anoden, wenn gasförmige Abscheidungsprodukte aufgefangen werden sollen.

Als Elektrodenmaterial dienen Haltedrähte defekter Glühlampen (60 W oder größer). Der Glaskolben wird abgeschlagen, und mit einer Zange werden die Glasteile des Sockels zerstört. Es muß darauf geachtet werden, daß die Zuleitungen zu den Haltedrähten möglichst lang sind. Mit dem Zuleitungsdraht wird ein etwa 50 mm langer, an den Enden gut isolierter Kupferdraht fest verdrillt (nicht verlötet!) und in ein Glasrohr von 60 mm Länge und 5 mm Außendurchmesser eingeschoben. Der Haltedraht (freies Elektrodenende) soll 10 mm herausragen. Über einer kleinen Flamme wird das Ende des Glasrohres zugeschmolzen und auf einer Länge von 10 mm abgewinkelt. Nun ist das freie Ende nach oben zu biegen. Die Zuleitung zur Elektrode wird entsprechend der Abbildung 23 verkürzt, auf 10 mm umgebogen und verlötet, damit ein guter Kontakt zu den Krokodilklemmen des Elektrodenhalters vorhanden ist.

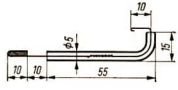
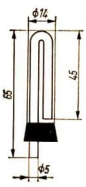


Abb. 23 Drahtelektrode

Einsatzrohre zur Wasserdampfdestillation werden zusammen mit dem Destillationsaufsatz eingesetzt (↗ Versuch 115). Sie lassen sich leicht folgendermaßen herstellen:



Ein 110 mm langes Glasrohr mit einem Durchmesser von 5 mm wird durch einen Korkstopfen, dessen unterer Durchmesser 14 mm beträgt, hindurchgeführt. In einer Länge von 65 mm biegt man das Glasrohr so um 180°, daß der verbleibende kürzere Schenkel parallel verläuft (Abb. 24).

Abb. 24 Einsatzrohr zur Wasserdampfdestillation

Elektrodenhalter dienen zur Halterung der Drahtelektroden und der Kohlenelektroden. Sie werden mit einer Klemme am Stativ befestigt. Man stellt die Elektrodenhalter (Abb. 25) leicht folgendermaßen her:

Eine 10 ··· 15 mm starke Kork- oder Gummischeibe mit einem Durchmesser, der größer als 35 mm ist, wird im Abstand von 30 mm mit zwei Löchern versehen, in welche die Abschlußbuchsen von Krokodilklemmen straff eingesetzt werden können. Die Bananenstecker der elektrischen Zuleitungen werden in die so geschaffenen Buchsen gesteckt. Die Elektroden sind an den Krokodilklemmen zu befestigen.

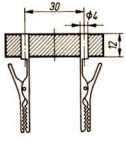


Abb. 25 Elektrodenhalter

Erlenmeyerkolben. Die enghalsige Form der 25-ml-Erlenmeyerkolben aus Geräteglas 320 oder 490, TGL 7209 (Abb. 26) eignet sich gut als Wasserbad. Halbmikro-Reagenzgläser mit seitlichem Ansatzrohr und die daraus hergestellten Apparate passen gut hinein und werden gleichzeitig etwas gehaltert (↗ Versuch 116). Vorteilhaft wirkt sich die geringe Flüssigkeitsmenge des Wasserbades aus, die leicht zum Sieden zu bringen ist. Auch als zusätzliche Kühlvorrichtungen können mit kaltem Wasser gefüllte 25-ml-Erlenmeyerkolben eingesetzt werden (↗ Apparat 11). Schließlich gelingt der Nachweis der Brennbarkeit pneumatisch aufgefangener Gase in diesen Erlenmeyerkolben besser als in Halbmikro-Reagenzgläsern, da die Öffnung der Halbmikro-Reagenzgläser für das Durchschlagen der Flamme zu eng ist. Die enghalsige und die weithalsige Form der 25-ml-Erlenmeyerkolben können in gleicher Weise wie die 25-ml-Rundkolben benutzt werden (↗ S. 40).



Abb. 26 Erlenmeyerkolben
Abb. 27 Filterröhrchen

Filterröhrchen werden zum Filtrieren benötigt. Man kann sie aus etwa 160 mm langem Biegerohr mit einem äußeren Durchmesser von 8 mm herstellen (Abb. 27). Zunächst schmilzt man das Biegerohr an den Enden rund und zieht es danach in der Mitte zu einer kurzen Spitze aus. Anschließend werden die Kapillaren entfernt. Ein etwa 2 mm breiter Gummiring, der aus einem Gasschlauch geschnitten ist, wird bis zur Mitte über das Filterröhrchen geschoben. Dadurch kann es auf ein Halbmikro-Reagenzglas aufgesetzt und die Länge seines Hineinragens variiert werden.

Filtrierstutzen (Abb. 28) von 100 mm Höhe und einem Durchmesser von 80 mm eignen sich gut zur Aufnahme flüssiger Abfälle. Auf Grund ihrer Bodenverdickung sind sie recht standsicher. Filtrierstutzen können den Abfluß und gegebenenfalls auch die Wasserzuleitung am Arbeitsplatz der Schüler ersetzen. Die Wasserzuleitung wird durch einen mit Leitungswasser gefüllten Filtrierstutzen ersetzt. Die Menge des vorhandenen Leitungswassers reicht zum Säubern des verwendeten Instrumentariums sowie zum Füllen der Kristallisierschalen, die als pneumatische Wannen verwendet werden, aus. Das Leitungswasser kann auch als Kühlwasser und zum Teil auch als Lösungsmittel benutzt werden. Bei analytischen Experimenten ist es zweckmäßig, einen mit destilliertem Wasser gefüllten Filtrierstutzen zum Nachspülen der Halbmikro-Tropfer bereitzustellen.



Abb. 28 Filtrierstutzen

Die Halbmikro-Tropfer werden nach ihrer Säuberung in einen mit Leitungswasser gefüllten Filtrierstutzen eingestellt und sind so stets einsatzbereit. Die Filtrierstutzen können auch durch Bechergläser entsprechender Abmessungen ersetzt werden. Es ist günstig, alle Filtrierstutzen zu beschriften.

Flaschengestelle werden zur Aufbewahrung der für Schülerexperimente benötigten Chemikalien benutzt (↗ S. 54). Es eignen sich besonders Flaschengestelle aus Holz, die 40 Flaschen aufnehmen können und 360 mm lang, 160 mm breit und 240 mm hoch sind (Abb. 29). Diese Maße müssen unbedingt eingehalten werden, damit die Flaschengestelle in den Schrankteilen der Schülerarbeitstische abgestellt werden können.

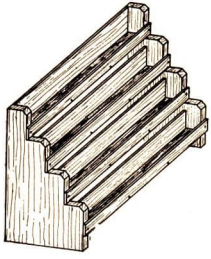


Abb. 29 Flaschengestell

Abb. 30 Flaschenständer



Flaschenständer werden neben Flaschengestellen zur Aufbewahrung der Chemikalienflaschen benutzt. Sie bestehen aus Holz oder PVC und haben folgende Abmessungen (Abb. 30): Länge 370 mm, Höhe der Hinterwand 38 mm, Höhe der Vorderwand 18 mm, Breite der Grundplatte 35 mm. Im Flaschenständer finden zehn Halbmikro-Standflaschen Platz. Die Flaschenständer werden eingesetzt, wenn die Flaschen außerhalb der Schülerarbeitsplätze aufbewahrt werden müssen (↗ S. 22).

Gummidoppelgebläse (Abb. 31) benötigt man zur Druckfiltration, für den Stofftransport bei präparativen anorganischen und organischen Experimenten sowie auch für technologische Experimente. Der innere Durchmesser

des Schlauches, der vom Gummidoppelgebläse wegführt, unterliegt beträchtlichen Schwankungen. Die Schüler können diesen Schlauch daher in einigen Fällen nur erschwert auf Glasrohre aufziehen. Abhilfe wird durch eine kleine Olive mit einem etwas stärkeren, kurzen Schlauchstück geschaffen, die man zwischen Gebläseschlauch und Rohr schaltet.
Gummihalbgebläse sind für Schülerübungsexperimente nicht zu empfehlen, weil man hier die Geschwindigkeit des Gasstromes nur durch den Druck der Hand regulieren kann. Eine Erleichterung wurde durch einen 50-ml-Rundkolben geschaffen, den man an das Halbgebläse anschließt. In ihm kann eine geringe Gasmenge gespeichert und mit Hilfe eines Quetschhahnes entnommen werden. Der Rundkolben muß mit einem doppelt durchbohrten Stopfen verschlossen sein, der ein Zu- und ein Ableitungsrohr enthält. Die Schüler gehen aber mit einer solchen Anlage umständlicher und schwieriger um als mit einem Gummidoppelgebläse.

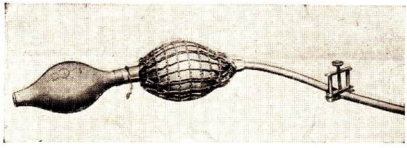


Abb. 31
Gummidoppelgebläse mit Schraubquetschhahn

Halbmikro-Kochgläser benutzt man zum Einengen von Lösungen bis zur Trockne. Sie bestehen aus Geräteglas 320 und werden nach TGL 40-316 mit einem Durchmesser von 25 mm und einer Höhe von 60 mm hergestellt (Abb. 32). Halbmikro-Kochgläser sind widerstandsfähig und können in der Flamme kräftig erhitzt werden.

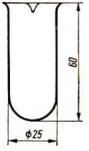


Abb. 32 Halbmikro-Kochglas

Halbmikro-Reagenzgläser. Für Schülerexperimente eignen sich besonders Halbmikro-Reagenzgläser mit einem Außendurchmesser von 9,5 mm und einer Länge von 75 mm (Abb. 33). Alle übrigen Instrumente und Geräte, wie Gaseinleitungsrohre, Halbmikro-Tropfer, Filterröhrchen und Glasstäbe, sind auf diese Größe abgestimmt. In den Halbmikro-Reagenzgläsern werden vor allem analytische Reaktionen ausgeführt. Niederschläge und Farbveränderungen kann man in diesen Reagenzgläsern ohne zusätzliche Hilfsmittel eindeutig erkennen. Durch die Wahl eines geeigneten Hintergrundes wird das Erkennen noch erleichtert.
Infolge der wirkenden Adhäsions- und Kohäsionskräfte ist es nicht möglich, geringe Flüssigkeitsmengen aus Halbmikro-Reagenzgläsern in andere Geräte und Apparate einzugießen. Die Flüssigkeiten müssen deshalb mit Halbmikro-Tropfern aufgenommen werden.
Halbmikro-Reagenzgläser eignen sich wegen ihres geringen Durchmessers nicht zum Einengen von Lösungen. Man verwendet dafür Halbmikro-Kochgläser. Auch die Brennbarkeit von Gasen kann in Halbmikro-Reagenzgläsern nur schlecht nachgewiesen werden. Für diese Reaktionen fängt man die Gase daher in größeren Reagenzgläsern mit einem äußeren Durchmesser



von 12 mm und einer Länge von 100 mm oder in 25-ml-Erlenmeyerkolben auf.
Jeder Schülergerätesatz sollte auch ein graduiertes Halbmikro-Reagenzglas (Halbmikro-Reagenzglas B nach TGL 40-315) enthalten. Durch tropfenweise Zugabe verschiedener Flüssigkeiten in diese graduierten Halbmikro-Reagenzgläser und gleichzeitiges Abzählen der Tropfen erhalten die Schüler einen Eindruck von den verwendeten Flüssigkeitsmengen in Millilitern.

Abb. 33 Halbmikro-Reagenzglas

Kohlenstabelektroden werden für elektrolytische Experimente benötigt. Man verwendet sie vor allem als Anode. Kohlenstabelektroden (Abb. 34) sollten vorzugsweise folgende Abmessungen haben: Länge 60 mm, Durchmesser 4 mm. Geeignet sind auch Kohlenstäbe aus Taschenlampenbatterien, deren Zuleitungslaschen auf etwa 15 mm verkürzt wurden.

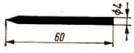


Abb. 34 Kohlenstabelektrode

Kristallisierschalen aus Glas mit Ausguß nach TGL 21 636, Blatt 4, benutzt man in der Halbmikrotechnik zum pneumatischen Auffangen der Gase. Für Schülerexperimente eignen sich am besten Kristallisierschalen (Abb. 35) mit flachem Boden, die folgende Abmessungen haben: Höhe 55 mm, Durchmesser 95 mm. Um Überschwemmungen zu vermeiden, die gegebenenfalls beim Füllen eines 25-ml-Erlenmeyerkolbens mit Gas entstehen können, sollte das Wasser zum Füllen der Gasauffanggeräte vorher aus der Kristallisierschale entnommen werden.

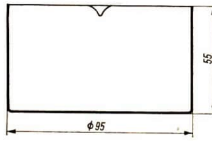


Abb. 35 Kristallisierschale

Meßzylinder (Abb. 36) werden eingesetzt, wenn ein Abmessen der zur Reaktion kommenden Lösung in Millilitern oder Zehntelmillilitern erforderlich ist. Dazu benutzt man die hohe Form des 10-ml-Meßzylinders mit Ausguß, die nach TGL 40-307 hergestellt wird und eine Graduierung bis zu $^1/_{10}$ ml besitzt. Im allgemeinen werden jedoch Lösungen für halbmikrotechnische Experimente in Tropfen abgemessen.



Abb. 36 Meßzylinder

Objektträger. In einigen Fällen muß man die Niederschläge unter dem Mikroskop betrachten. Die Niederschläge werden direkt auf Objektträgern (Abb. 37) ohne Vertiefung nach der TGL 18987 mit den Abmessungen

26 mm × 76 mm erzeugt. Wenn man die Niederschläge in der Lösung untersuchen will, ist ein Abdecken mittels Deckgläschen notwendig. Trotz der im Glas vorhandenen Spannungen können die Niederschläge auch durch vorsichtiges Erhitzen über einer Sparflamme oder durch Erhitzen der Objektträger auf einem Metallblech aus Aluminium vor dem Mikroskopieren vollständig getrocknet werden.

Die im Biologieunterricht von den Schülern benutzten ROW-Kleinmikroskope oder die Schülermikroskope, Typ KM 8, können auch im Chemieunterricht eingesetzt werden.



Abb. 37 Objektträger

Reagenzgläser mit seitlichem Ansatzrohr haben für Schülerexperimente nach der Halbmikrotechnik große Bedeutung. Sehr viele präparative und technologische Experimente können ohne diese Reagenzgläser nur schwer durchgeführt werden. Die Reagenzgläser mit seitlichem Ansatzrohr werden zur Herstellung vielseitig verwendbarer Apparate benutzt (↗ Apparat 1 bis Apparat 12). Von den verschiedenen Größen haben sich die Reagenzgläser mit den Abmessungen 75 mm × 9,5 mm nach TGL 40-320 aus Geräteglas für halbmikrotechnische Arbeiten gut bewährt (Abb. 38). Im Unterschied zu der nächstfolgenden Größe dieser Reagenzgläser mit den Abmessungen 100 mm × 12 mm nach TGL 40-304, die ebenfalls für halbmikrotechnische Arbeiten geeignet sind, benötigt man für die kleinere Form der Reagenzgläser mit seitlichem Ansatzrohr kein zusätzliches Stativmaterial.



Abb. 38 Reagenzglas mit seitlichem Ansatzrohr

Reagenzglasgestelle dienen zur Halterung von Reagenzgläsern und Apparaten. Sie werden häufig an Stelle eines Stativs verwendet (Abb. 39). Die Beobachtungsmöglichkeit der Reaktionen wird durch das Reagenzglasgestell in keiner Weise beeinträchtigt. Das große Reagenzglasgestell aus Holz oder PVC (Abmessungen: Länge 260 mm, Breite 70 mm, Höhe 70 mm)

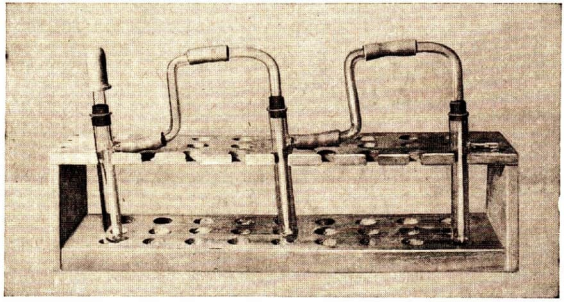


Abb. 39 Halterung einer Apparatur im Reagenzglasgestell

mit dreimal neun Bohrungen eignet sich sehr gut für halbmikrotechnische Arbeiten in der Schule. Bei der Selbstanfertigung ist darauf zu achten, daß die vorderen neun Bohrungen der Deckplatte angeschnitten sind. Eine solche Bohrung hat einen Durchmesser von 11 mm. Die einzelnen Bohrungen sind 13 mm voneinander entfernt. Die Deckplatte hat eine Stärke von 6 mm. Die Grundplatte ist 15 mm dick. Sie wird senkrecht unter den Bohrungen der Deckplatte bis zu einer Tiefe von 8 mm angebohrt. Dadurch können sich die eingestellten Reagenzgläser oder Apparate nicht verschieben.

Reagenzglasständer eignen sich gut zum Abstellen einzelner Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzgläser mit seitlichem Ansatzrohr oder auch einfacher Apparate. Sie zeichnen sich durch eine sehr gute Standsicherheit aus und können daher auch zur Halterung der Geräte und Apparate in Versuchsapparaturen benutzt werden.

Die Reagenzglasständer (Abb. 40a) haben die Form eines geraden Pyramidenstumpfes mit quadratischer Grundfläche. Der Pyramidenstumpf ist von der Mitte der Deckfläche her angebohrt. Nachteilig wirkt sich bei diesen Reagenzglasständern aus, daß durch das Einstellen der Geräte und Apparate in die Bohrung die Reaktion nicht oder nur schlecht beobachtet werden kann. Die Reagenzglasständer sind daher in der jetzigen Form für die Schule in vielen Fällen wertlos. Sie können den schulischen Bedürfnissen durch Freilegen der Bohrung angepaßt werden (Abb. 40b). Der Ständer wird vertikal und horizontal jeweils bis zum Grund der Bohrung angesägt. Der vertikale Schnitt wird nicht durch die Mitte der Bohrung geführt, sondern die Bohrung wird seitlich angeschnitten. Dadurch ist es unmöglich, daß die Geräte nach vorn aus der Bohrung herausfallen. Die Standsicherheit bleibt dabei erhalten.

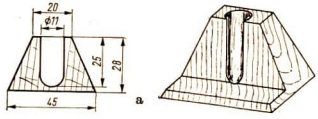


Abb. 40 Reagenzglasständer
a) Bemaßung; b) angeschnitten



Abb. 41 Reduktionsrohr

Reduktionsrohre (Abb. 41) benötigt man zur Reduktion von Metalloxiden mit Wasserstoff und zur anderweitigen Umsetzung von Feststoffen mit Gasen. Sie werden aus Jenaer Glasrohr mit einem äußeren Durchmesser von 5···6 mm angefertigt.

Reibschalen. Für halbmikrotechnische Arbeiten benutzt man am besten den Freiberger Mörser mit Pistill nach TGL 8693 (Abb. 42). Es handelt sich um eine Reibschale aus Porzellan mit einem Innendurchmesser von 45 mm, einem Außendurchmesser von 60 mm und einer Höhe von 25 mm. Das Pistill hat einen Durchmesser von 10 mm und eine Länge von 55 mm. Verglichen mit größeren Reibschalen hat der Freiberger Mörser den Vorteil, daß geringe Substanzmengen nach dem Zerkleinern oder Mischen leicht und vollständig wieder entfernt werden können.



Abb. 42 Freiberger Mörser mit Pistill

Rundkolben werden für viele präparative organisch-chemische Experimente benötigt und in ähnlicher Weise wie Reagenzgläser mit seitlichem Ansatzrohr eingesetzt. Die Reagenzgläser mit seitlichem Ansatzrohr sind trotz ihrer vielseitigen Verwendungsmöglichkeiten für bestimmte Experimente nicht geeignet. So ist in ihnen beispielsweise ein längeres Erhitzen eines Reaktionsgemisches unter Rückfluß nur schlecht möglich. Auch das Überdestillieren eines Reaktionspartners in die Vorlage macht mit einem Halbmikro-Gasentwickler Schwierigkeiten. Solche Experimente können aber recht gut mit Rundkolben ausgeführt werden. Am besten eignen sich weithalsige 25-ml-Kurzhals-rundkolben ohne Schliff (Abb. 43a) nach TGL 10099. Für einige organisch-chemische Experimente ist der Einsatz von 25-ml-Langhalsrundkolben ohne Schliff (Abb. 43b) nach TGL 10097 günstig.

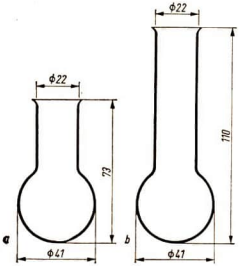


Abb. 43 Rundkolben
a) weithalsiger Kurzhalsrundkolben ohne Schliff;
b) Langhalsrundkolben ohne Schliff

Ständer für Halbmikro-Kochgläser sind zum Einstellen der Halbmikro-Kochgläser notwendig, da diese einen gewölbten Boden besitzen und nicht direkt am Arbeitsplatz abgestellt werden können. Für die Schule genügen Ständer mit einer Bohrung (Abb. 44). Um eine gute Standsicherheit zu garantieren, gleicht der Ständer für Halbmikro-Kochgläser einem Pyramidenstumpf. Das Holz ist zum Schutz vor Säuren mit farblosem Holzlack überzogen.

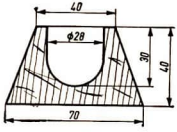


Abb. 44 Ständer für Halbmikro-Kochgläser

Stativmaterial. *Stative* werden für die halbmikrotechnischen Experimente selten gebraucht. Man benutzt sie vorzugsweise zur Halterung der Geräte und Apparate, die erhitzt werden müssen. Den geringen Dimensionen der Halbmikro-Geräte und Apparate entsprechend müssen auch die Stativklemmen sehr klein sein. Für *Stativplatten* sind folgende Abmessungen geeignet: Breite 100 mm, Länge 120 mm, Höhe 10 mm. *Stativstäbe* mit einer Länge von 350 mm, einem Durchmesser von 13 mm und dem Gewinde M 10 sind gut geeignet. Als *Stativklemmen* kann man in vielen Fällen Bürettenhalter benutzen. Man kann aber auch den Stiel eines Reagenzglashalters aus Holz so rund schneiden, daß er sich in eine Muffe einspannen läßt (Abb. 45a). Reagenzgläser mit seitlichem Ansatzrohr können auf diese Weise während des Erhitzens gut gehaltert werden. Man muß sie



Abb. 45 a) Stativ mit Reagenzglashalter als Stativklemme

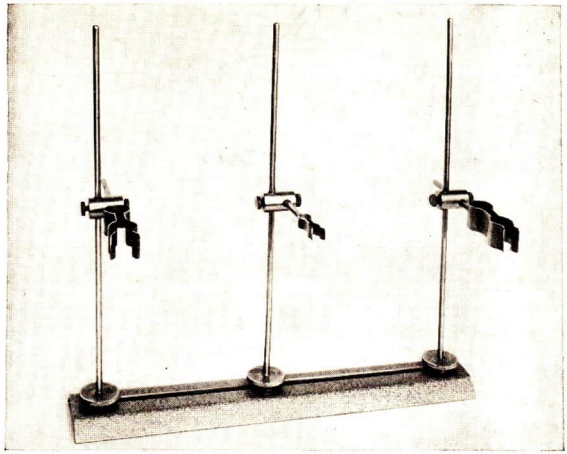


Abb. 45 b) Halbmikro-Stativ

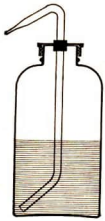
dabei nach Möglichkeit etwas schräg einspannen, um ein Versengen des Reagenzglashalters zu vermeiden.
Am besten geeignet ist jedoch das von W. Kuhn entwickelte Stativ für halbmikrotechnische Arbeiten (Abb. 45 b). Es ist mit zwei Arten von Stativklemmen ausgerüstet, einer für Halbmikro-Reagenzgläser und die davon abgeleiteten Apparate und einer zweiten für Rundkolben und die entsprechenden Apparate. Vorteilhaft ist, daß im Gegensatz zu den Makrostativen die Halterung der Geräte und Apparate in den Stativklemmen allein durch Federwirkung erreicht wird. Der Schlitz in der Stativplatte ermöglicht das beliebige Verschieben der Stativstäbe gegeneinander. Das wirkt sich günstig bei der Halterung kompletter Versuchsapparaturen aus.

Spiritusbrenner (Abb. 46) sind für die Schüler einfach zu bedienen und im allgemeinen auch sicher. Nachteilig wirkt sich manchmal das Zurückrutschen des Dochtes aus, der mit einer Pinzette aus dem Vorratsbehälter herausgeholt werden muß. Das könnte durch eine geringfügige Veränderung des Dochthalters vermieden werden. Dieser dürfte nicht zylindrisch, sondern müßte leicht konisch nach unten verengt sein.



Abb. 46 Spiritusbrenner

Spritzflaschen, mit destilliertem Wasser gefüllt, aus Polyäthen (Abb. 47) eignen sich sehr gut zur tropfenweisen Entnahme des destillierten Wassers.



Darüber hinaus steht mit den Spritzflaschen das destillierte Wasser zum Nachspülen bestimmter Geräte und Apparate auch in größeren Mengen schnell zur Verfügung. Am besten sind Spritzflaschen mit einem Inhalt von 100 ml oder 250 ml.

Das für bestimmte chemische Experimente erforderliche destillierte Wasser kann auch mit in den normalen Chemikaliensatz der Schüler aufgenommen werden. Es wird dann in den weißen Halbmikro-Standflaschen mit Gewindekappe bereitgehalten.

Abb. 47 Spritzflasche aus Polyäthylen

Tüpfelplatten werden für zahlreiche analytische Reaktionen benötigt, wenn das Volumen der Reaktionslösungen unter 5 Tropfen liegt und die Reaktionspartner anschließend nicht mehr gebraucht werden. Sie sind nach TGL 11565 aus Porzellan oder Glas hergestellt. Für die Schule eignen sich Tüpfelplatten aus Glas (Abb. 48) besser, da hier der gewünschte Hintergrund leicht geschaffen werden kann. Ihr besonderer Vorteil besteht darin, daß mehrere Vergleichsreaktionen nebeneinander ausgeführt werden können. Nachteilig wirkt sich jedoch aus, daß ihr Einsatz ausschließlich auf Tüpfelreaktionen beschränkt ist. An Stelle der Tüpfelplatten werden daher in der Schule oft Uhrglasschalen benutzt. Außerdem können sehr viele Tüpfelreaktionen in der Schule auf Filtrierpapier ausgeführt werden.

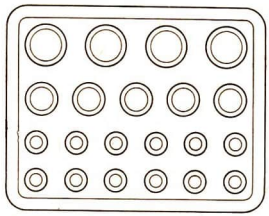


Abb. 48 Tüpfelplatte aus Glas

Uhrglasschalen nach TGL 21636, Blatt 8, mit einem Außendurchmesser (Nenngröße) von 53 mm werden in der Schule unter anderem für Tüpfelreaktionen benötigt. Aus zwei solchen Uhrglasschalen kann man leicht eine Halbmikro-Gaskammer herstellen (Abb. 49). Die Halbmikro-Gaskammer eignet sich zum Beispiel sehr gut zum Nachweis von Ammoniak in Ammoniumsalzen.

Neben diesen kleinen Uhrglasschalen kommen noch größere mit einer Nenngröße von 63 mm zum Einsatz. Da die Lösungen aus den Halbmikro-Standflaschen grundsätzlich nur mit dem in der Flasche befindlichen Tropfer aufgenommen werden dürfen, müssen sie teilweise erst auf diese größere Uhrglasschale übertragen werden. Von dort kann man sie dann in den Tropfer eines Halbmikro-Gasentwicklers oder in andere Tropfer aufnehmen.



Abb. 49 Halbmikro-Gaskammer

Verbrennungsrohre werden bei zahlreichen halbmikrotechnischen Experimenten für die Umsetzung der Reaktionspartner benötigt. Man benutzt an beiden Enden glattgeschmolzene Verbrennungsrohre aus Normalglas (Biege-

rohr), Supremaxglas oder Quarz mit den Abmessungen 120 mm × 8 mm (Abb. 50). Die Verwendung derartiger Verbrennungsrohre ermöglicht eine Einbeziehung in Versuchsapparaturen ohne den Einsatz von Stopfen. Die Verbindung zwischen den einzelnen Geräten oder Apparaten wird nur durch Schlauchstücke hergestellt.

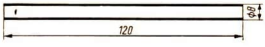


Abb. 50 Verbrennungsrohr

Die Verbrennungsrohre werden mit Katalysatoren oder mit dem Reaktionsgut selbst beschickt. Häufig muß zusätzlich ein Gasstrom hindurchgedrückt werden. Das Reaktionsgut oder der Katalysator darf dabei nicht durch das Verbrennungsrohr in die anderen Gefäße hineingedrückt werden. Man verhindert das durch das Einbringen von Asbestwollepfropfen. In diesem Zusammenhang soll auf einige Schwierigkeiten hingewiesen werden:

- Zu fest angedrückte Asbestwollepfropfen versperren den durchzuleitenden Gasen den Weg. Es müßte dann mit Überdruck gearbeitet werden. Das hat oft zur Folge, daß die Pfropfen zusammen mit dem Reaktionsgut weggedrückt werden.
- Zu locker eingeführte Asbestwollepfropfen werden durch schnell strömende Gase ebenfalls zusammen mit dem Reaktionsgut weggedrückt.

Einen erfolgreichen Versuchsablauf erreicht man, wenn die Asbestwolle mit dem Glasstab etwas fester angedrückt wird und man nachträglich mit einem Draht (eventuell mit dem Tamponträger) über der Asbestwolle einen feinen Gang einsticht. Das Reaktionsgut und der Katalysator müssen im Verbrennungsrohr eine lockere Schicht bilden.

Das Erhitzen der Verbrennungsrohre aus Normalglas erfolgt am besten in der Flamme eines Spiritusbrenners oder in der Sparflamme eines Gasbrenners. Wenn nicht zu lange erhitzt wird, können die Verbrennungsrohre mehrere Male zum Einsatz kommen. Selbst wenn sie nach dem ersten Gebrauch nicht mehr zu verwenden sind, können die Schüler leicht und billig neue aus entsprechendem Biegerohr herstellen. Setzt die Reaktion ein stärkeres Erhitzen in der Flamme eines Bunsenbrenners voraus, benutzt man Verbrennungsrohre aus Supremaxglas oder Quarz.

2.1.3. Apparate

Die *Apparate* für halbmikrotechnische Arbeiten entstehen, indem man bestimmte Instrumente und Geräte sinnvoll kombiniert. Für Schülerexperimente nach der Halbmikrotechnik werden einige Apparate häufiger benutzt. Man verwendet sie als Bauteile für Versuchsapparaturen oder auch einzeln. Diese Apparate werden Grundapparate genannt. Sie sind in einer Übersicht zusammengestellt, die sich am Anfang und Ende dieses Buches befindet.

2.1.3.1. Halbmikro-Gasentwickler

Einfache Halbmikro-Gasentwickler (Apparat 1) können verwendet werden, um durch Verdrängungsreaktionen leicht Gase zu erzeugen. Der einfache Halbmikro-Gasentwickler ist außerdem ein Bauteil für weitere Halbmikro-Gasentwickler. Er wird folgendermaßen hergestellt.

Der Tropfer einer Halbmikro-Standflasche wird nach dem Entfernen der Gewindekappe durch ein 25··· 30 mm langes Stück Gummischlauch (TGL 13380) geführt und dann auf ein Reagenzglas mit seitlichem Ansatzrohr (75 mm × 9,5 mm) aufgesetzt (Abb. 51a). Der einfache Halbmikro-Gasentwickler wird in einem Reagenzglasständer oder in einem Reagenzglasgestell gehaltert.

Das Reagenzglas des Gasentwicklers muß von oben gut verschlossen sein. Der Durchmesser der Halbmikro-Tropfer und die lichte Weite der Reagenzgläser mit seitlichem Ansatzrohr können aber in den Werten schwanken. Man muß daher die Schwankungen durch einen Gummischlauch ausgleichen und hält dazu Schlauchstücke mit einem Durchmesser von 3 mm beziehungsweise 4 mm bereit.

Beim Halbmikro-Gasentwickler wird auf den durchbohrten Stopfen verzichtet, der für makrotechnische Arbeiten erforderlich ist. Das ist als ein besonderer Vorteil zu werten. Bei der Verwendung von Reagenzgläsern mit seitlichem Ansatzrohr in den Abmessungen 100 mm × 12 mm kann dieser Vorteil nicht genutzt werden, obwohl sonst alle entsprechenden, im Unterricht einzusetzenden Experimente nach der Halbmikrotechnik gut in diesen größeren Reagenzgläsern mit seitlichem Ansatzrohr ausgeführt werden können.

Der einfache Halbmikro-Gasentwickler entspricht dem „behelfsmäßigen Gasentwickler", der beim Arbeiten nach der Makrotechnik eingesetzt wird. Dieser besteht aus: Erlenmeyerkolben, Tropftrichter, doppelt durchbohrtem Stopfen und Gasableitungsrohr (Abb. 51b). Seine Herstellung ist im Vergleich zum Halbmikro-Gasentwickler mit einem höheren Zeit- und Materialaufwand verbunden. Der Einsatz des „behelfsmäßigen Gasentwicklers" bei Schülerübungsexperimenten kann leicht zu einer starken Verunreinigung der Luft im Unterrichtsraum führen, bedingt durch den wesentlich höheren Chemikalieneinsatz. Setzt man diesen Gasentwickler in einer umfangreicheren Versuchsapparatur ein und will man die erzeugten Gase hindurchdrücken, so muß man für einen Druckausgleich sorgen (Abb. 51c). Die Handhabung dieses Apparates wird damit für die Schüler noch komplizierter. Die beschriebenen Schwierigkeiten treten beim Gebrauch eines Halbmikro-Gasentwicklers nicht auf, weil durch das Zusammendrücken des Sifonsaugers der Innendruck jederzeit zu überwinden ist.

Zur Halterung des „behelfsmäßigen Gasentwicklers" benötigt man ein Stativ, andernfalls leidet die Standsicherheit. Der einfache Halbmikro-Gasentwickler ist dagegen auf die beschriebene einfache Art ausreichend gehaltert.

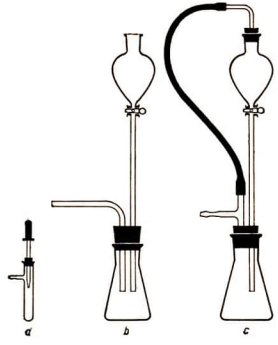
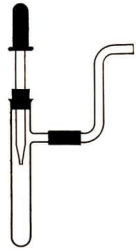


Abb. 51 Gasentwickler
a) Halbmikro-Gasentwickler (Apparat 1);
b) behelfsmäßiger Gasentwickler ohne Druckausgleich;
c) behelfsmäßiger Gasentwickler mit Druckausgleich

Halbmikro-Gasentwickler mit nach oben gerichtetem Ausgleichrohr (Apparat 2) setzt man häufig ein, wenn das erzeugte Gas durch ein Gaseinleitungsrohr in ein zweites Reagenzglas mit seitlichem Ansatz eingeführt werden soll. Dieser Gasentwickler entsteht, indem man an das seitliche Ansatzrohr des einfachen Halbmikro-Gasentwicklers ein Ausgleichrohr, das nach oben gerichtet ist, anschließt (Abb. 52). Durch das Ausgleichrohr wird eine stufenweise Anordnung der Versuchsapparatur vermieden, die vorliegen würde, wenn das Gaseinleitungsrohr direkt an den seitlichen Ansatz des Halbmikro-Gasentwicklers angeschlossen wäre. Das hätte eine wenig übersichtliche Versuchsapparatur und außerdem Schwierigkeiten bei der Halterung der Apparate zur Folge.



Verzichtet man bei komplizierten Versuchsanordnungen auf diesen Apparat und verwendet an Stelle des Ausgleichrohres ein Stück Gummischlauch, so leidet darunter die Übersichtlichkeit außerordentlich.

Abb. 52 Apparat 2

Halbmikro-Gasentwickler mit nach unten gerichtetem Ausgleichrohr und „pneumatischer Wanne" (Apparat 3) kann man einsetzen, wenn das zu erzeugende Gas pneumatisch aufgefangen werden soll. Das Ausgleichrohr taucht in eine zur Hälfte mit Wasser gefüllte Kristallisierschale ein (Abb. 53). Mit einer Füllung des Apparates ist es durchaus möglich, einen 25-ml-Erlenmeyerkolben mit Gas zu füllen. Die Handhabung dieses Apparates durch die Schüler ist einfach und elegant. Nachdem die vorgesehenen Geräte mit Gas gefüllt sind, wird das Ausgleichrohr aus der Kristallisierschale herausgenommen und mit einem Aktivkohleadsorptionsrohr verbunden. Die Luft im Lehr-Übungs-Raum wird auf diese Weise kaum durch gesundheitsschädigende Gase verunreinigt.

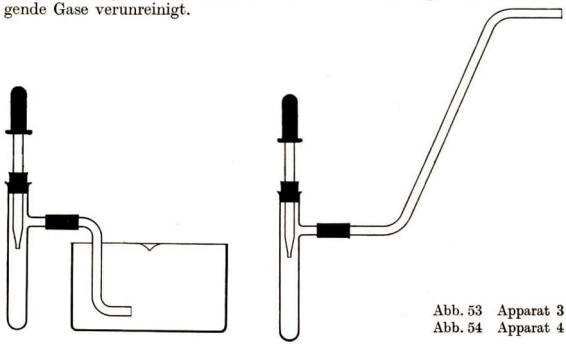


Abb. 53 Apparat 3
Abb. 54 Apparat 4

Halbmikro-Gasentwickler mit nach oben gerichtetem Gasableitungsrohr (Apparat 4) werden zu Experimenten benutzt, bei denen erzeugte Gase durch solche Apparate hindurchgeleitet werden müssen, die in einem Stativ

eingespannt und zusätzlich zu erhitzen sind. Dieser Gasentwickler (Abb. 54) ist für eine Reihe komplizierter organischer Experimente wichtig. Er ermöglicht die übersichtliche Zusammenstellung von Apparaturen, deren Einzelapparate unterschiedlich hoch angeordnet sind.

Halbmikro-Gasentwickler mit nach unten gerichtetem Gasableitungsrohr (Apparat 5) werden am oberen Teil eines Statives eingespannt. Das Gasableitungsrohr ist an das seitliche Ansatzrohr des Reagenzglases nach unten gerichtet angeschlossen und taucht in eine zur Hälfte mit Wasser gefüllte Kristallisierschale ein (Abb. 55).

Die Substanzen im Gasentwickler können während der Reaktion erwärmt werden. Mit diesem Gasentwickler kann man daher Gasbildungsreaktionen ausführen, die nur in der Wärme mit der notwendigen Geschwindigkeit ablaufen.

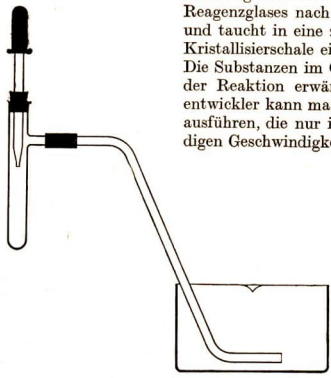


Abb. 55 Apparat 5

2.1.3.2. Halbmikro-Gaswäscher

Einfache Halbmikro-Gaswäscher (Apparat 6) kann man zum Hindurchdrücken von Gasen durch Flüssigkeiten einsetzen. Das Gerät wird hergestellt, indem man zunächst über ein Gaseinleitungsrohr (↗ S. 27) ein 25···30 mm langes Stück dickwandigen Gummischlauch (innerer Durchmesser 5 mm, Wandstärke 2 mm) zieht. Das Gaseinleitungsrohr wird danach dicht über den Boden eines Reagenzglases mit seitlichem Ansatzrohr ↗ S. 38) eingeführt (Abb. 56). Durch den dickwandigen Schlauch muß ein guter Verschluß des Reagenzglases erreicht werden.

Auch bei diesen Apparaten machen sich die Schwankungen der Rohrweiten und der Reagenzglasdurchmesser zum Teil recht unangenehm bemerkbar. Leider können nicht alle Reagenzgläser mit seitlichem Ansatzrohr durch ein solches mit einem Schlauchstück versehenes Gaseinleitungsrohr in gleicher Weise verschlossen werden. Die einmal zusammengestellten Halbmikro-Gaswäscher sollten daher stets als fertige Apparate aufbewahrt werden.

Das Gaseinleitungsrohr sollte man nicht zu einer Kapillare ausziehen. Dadurch würde zwar eine intensive Durchmischung des Gases mit der Flüssigkeit erreicht, aber der Gasdruck in der Apparatur wird zu hoch. Das ist besonders dann der Fall, wenn sich bei der Einleitung des Gases in der Flüssigkeit Niederschläge bilden und dadurch die Kapillare verstopft. Das Gas kann dann nicht entweichen und drückt meist den Tropfer des Gasent-

wicklers heraus. Für die Schüler entstehen durch eine derartige Ausführung der Gaseinleitungsrohre zusätzlich Gefahrenquellen.
Die Handhabung des einfachen Halbmikro-Gaswäschers ist für die Schüler wesentlich einfacher als der Umgang mit den Gaswaschflaschen der Makrotechnik. Es kommt kaum vor, daß die Schüler Halbmikro-Gaswäscher in eine Versuchsapparatur falsch einfügen. Halbmikro-Gaswäscher sind außerdem vielseitiger einsetzbar als Gaswaschflaschen, denn man kann sie zum Beispiel direkt in der Flamme erhitzen. Der Halbmikro-Gaswäscher kann in komplizierte Apparaturen harmonisch einbezogen werden.

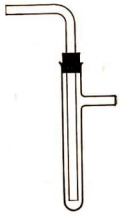


Abb. 56 Apparat 6

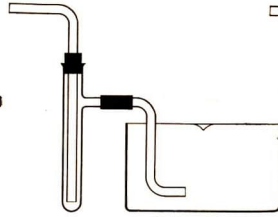


Abb. 57 Apparat 7

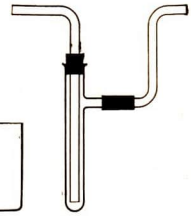


Abb. 58 Apparat 8

Halbmikro-Gaswäscher mit nach unten gerichtetem Ausgleichrohr am seitlichen Ansatzrohr und „pneumatischer Wanne" (Apparat 7) können benutzt werden, wenn Gase vor dem pneumatischen Auffangen noch durch besondere Flüssigkeiten hindurchgedrückt werden sollen. Es ist damit möglich, einen Teil der Gase mit bestimmten gelösten Stoffen zur Reaktion zu bringen und die nicht umgesetzten Gase anschließend pneumatisch aufzufangen. Der Apparat eignet sich auch gut für Experimente, bei welchen die Farbe von Gasen erkannt werden soll. Er wird dazu vollständig mit dem Gas gefüllt; das überschüssige Gas kann man pneumatisch auffangen.
Man stellt sich diesen Gaswäscher her, indem man an das seitliche Ansatzrohr eines im angeschnittenen Reagenzglasständer stehenden einfachen Halbmikro-Gaswäschers ein nach unten gerichtetes Ausgleichrohr anschließt. Das Ausgleichrohr taucht in eine zur Hälfte mit Wasser gefüllte Kristallisierschale ein (Abb. 57).

Halbmikro-Gaswäscher mit nach oben gerichtetem Ausgleichrohr am seitlichen Ansatzrohr (Apparat 8) werden für das Zusammenstellen zahlreicher komplizierter Versuchsapparaturen gebraucht. Sie gewährleisten einen stufenlosen übersichtlichen Aufbau der Apparatur. Sie werden aus einem einfachen Halbmikro-Gaswäscher und einem Ausgleichrohr zusammengesetzt (Abb. 58).

Halbmikro-Gaswäscher mit nach oben gerichtetem Ausgleichrohr am Gaseinleitungsrohr (Apparat 9) werden in größeren Apparaturen eingesetzt, in denen Apparate enthalten sind, die erhitzt werden sollen. Diese Apparate sind in ein Stativ eingespannt. Es ist günstig, wenn die Apparate, die an die erhitzten Apparate angeschlossen sind, durch Reagenzglasständer oder

Reagenzglasgestelle gehaltert werden können. Das wird durch den Einsatz des Apparates 9 möglich.

An das Gaseinleitungsrohr eines im angeschnittenen Reagenzglasständer stehenden einfachen Halbmikro-Gaswäschers ist ein nach oben gerichtetes Ausgleichrohr angeschlossen (Abb. 59). Über das Ausgleichrohr wird zwischen dem erhitzten Apparat und der unten stehenden Apparatur die Verbindung hergestellt. Das Ausgleichrohr wirkt dabei gleichzeitig als Luftkühler.

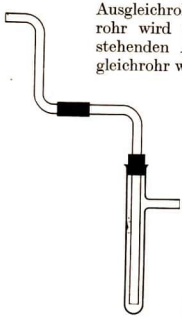


Abb. 59 Apparat 9

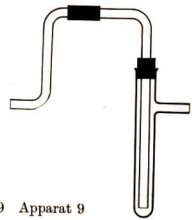


Abb. 60 Apparat 10

Halbmikro-Gaswäscher mit nach unten gerichtetem Ausgleichrohr am Gaseinleitungsrohr (Apparat 10) werden in bestimmten Fällen für die übersichtliche Zusammenstellung komplizierter Apparaturen benötigt. Es handelt sich um einen im angeschnittenen Reagenzglasständer stehenden einfachen Halbmikro-Gaswäscher, an dessen Gaseinleitungsrohr ein nach unten gerichtetes Ausgleichrohr angeschlossen ist (Abb. 60).

Der Apparat 10 wird häufig zusammen mit dem Apparat 12 eingesetzt. Die im Apparat 12 hergestellten und gewaschenen Gase werden im Apparat 10 nachbehandelt.

2.1.3.3. Halbmikro-Kondensationsvorlage (Apparat 11)

Bei zahlreichen organisch-chemischen Experimenten müssen Stoffe kondensiert werden. Man benutzt dazu die Halbmikro-Kondensationsvorlage. Sie kann leicht aus dem Apparat 9 (↗ S. 47) hergestellt werden. Das Mittelstück des Ausgleichrohres vom Apparat 9 wird mit einem angefeuchteten Streifen Filtrierpapier umwickelt. Um den unteren Winkel des Ausgleichrohres wird ein Wollfaden geschlungen. Während der Versuchsdurchführung gibt man aus einem Halbmikro-Tropfer Wasser auf den oberen Rand des Filtrierpapieres. Das Wasser soll langsam durch das Papier und über den Wollfaden in ein 150-ml-Becherglas abfließen. Günstig ist es, den Wollfaden bereits vor der Versuchsdurchführung anzufeuchten. Das Gaseinleitungsrohr reicht nur bis zur Hälfte in das Reagenzglas mit seitlichem Ansatzrohr. Dadurch kann das Kondensat bei einem Entzug der Heizquelle nicht in das Reaktionsgefäß zurückgesaugt werden. Die Halterung des Apparates 11 erfolgt durch einen mit kaltem Wasser gefüllten 25-ml-Erlenmeyerkolben. Dadurch wird eine zusätzliche Kühlwirkung erreicht (Abb. 61). In Verbindung mit dem Apparat 13 kann der Apparat 11 für die Ausführung einfacher Destillationen benutzt werden.



Abb. 61 Apparat 11

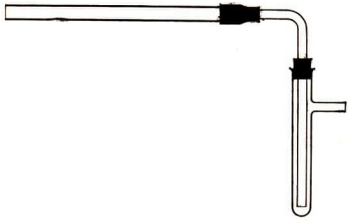


Abb. 62 Apparat 12

2.1.3.4. Verbrennungsrohr mit Halbmikro-Gaswäscher (Apparat 12)

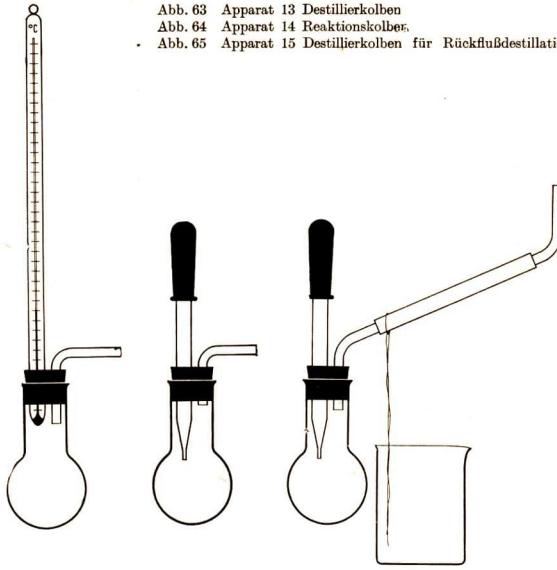
Die in Verbrennungsrohren erzeugten Gase werden häufig durch einen oder mehrere Gaswäscher hindurchgeführt. Im Apparat 12 ist das Verbrennungsrohr mit dem Gaseinleitungsrohr eines Halbmikro-Gaswäschers verbunden. Die Halterung erfolgt durch einen angeschnittenen Reagenzglasständer (Abb. 62).

2.1.3.5. Destillierkolben und Reaktionskolben

Destillierkolben (Apparat 13) eignen sich in Verbindung mit dem Apparat 11 für die Durchführung einfacher Destillationen (Abb. 63).
Als Destillierkolben dient ein 25-ml-Rundkolben mit passendem zweifach durchbohrtem Stopfen nach TGL 16534. Je nach der Art des Experiments benutzt man Kurzhals- oder Langhalsrundkolben. Wenn keine Rundkolben zur Verfügung stehen, können an ihrer Stelle auch 25-ml-Erlenmeyerkolben verwendet werden. Durch die eine Bohrung des Stopfens wird ein Winkelrohr eingeführt. Die zweite Bohrung enthält ein Laborthermometer nach TGL 11996 mit einem Meßbereich von 0··· 200 °C. Es muß darauf geachtet werden, daß die Enden von Winkelrohr und Thermometer möglichst gleich weit in den Rundkolben hineinragen.

Reaktionskolben (Apparat 14) werden besonders für die Durchführung von organisch-chemischen Experimenten benötigt, da für diese die vom Halbmikro-Gasentwickler abgeleiteten Apparate auf Grund ihres geringen Volumens oft nicht geeignet sind. Apparat 14 erhält man, wenn man das Thermometer in Apparat 13 durch einen Halbmikro-Tropfer ersetzt (Abb. 64). Er ermöglicht die Zugabe von Flüssigkeit während der Versuchsdurchführung.

Abb. 63 Apparat 13 Destillierkolben
Abb. 64 Apparat 14 Reaktionskolben
Abb. 65 Apparat 15 Destillierkolben für Rückflußdestillation



Destillierkolben für Rückflußdestillation (Apparat 15) werden zur Rückflußdestillationen eingesetzt. Um den Rückfluß zu gewährleisten, muß die Flamme von Zeit zu Zeit entfernt werden. Apparat 15 erhält man, indem man einen 25-ml-Rundkolben mit einem doppelt durchbohrten Stopfen verschließt, durch dessen eine Bohrung ein Halbmikro-Tropfer und durch dessen zweite Bohrung ein mit angefeuchtetem Filtrierpapier umwickeltes Gasableitungsrohr geführt sind. Ähnlich wie bei Apparat 11 ist das untere Ende des Filtrierpapiers mit einem Wollfaden umwickelt. Dieser hat die Aufgabe, das während der Versuchsdurchführung auf das Filtrierpapier aufgetropfte Wasser in ein 150-ml-Becherglas abzuleiten (Abb. 65).

Neben diesen für den Chemieunterricht besonders wichtigen Grundapparaten können für bestimmte Experimente aus den angeführten Instrumenten und Geräten noch Spezialapparate hergestellt werden. Der Aufbau und die Handhabung dieser Spezialapparate werden an den betreffenden Stellen ihres Einsatzes beschrieben.

2.2. Arbeitsoperationen

Die Arbeitsoperationen sind die experimental-praktischen Verwirklichungsmöglichkeiten einzelner Reaktionen (↗ S. 12). Die praktische Durchführung einer chemischen Reaktion kann man nicht losgelöst von dem Vorbereiten der Reaktionspartner und dem Aufbereiten der entstandenen Reaktionsprodukte betrachten. Sowohl im Bereich der chemischen Technik als auch im Laboratorium werden gewöhnlich drei Stufen angewendet:

- Vorbereitung der Reaktionspartner auf die Reaktion,
- Stoffumwandlung,
- Aufbereitung der Reaktionsprodukte.

Bei Nachweisreaktionen im Chemieunterricht der allgemeinbildenden Oberschule ist die Aufbereitung der Reaktionsprodukte meist ohne Bedeutung.
Es ist sehr schwierig, ein übersichtliches System der Arbeitsoperationen aufzustellen, die von den Schülern beim Experimentieren nach der Halbmikrotechnik anzuwenden sind. Anhaltspunkte für die Aufstellung eines solchen Systems können den verschiedenartigen Systemen der *Grundoperationen* aus der chemischen Verfahrenstechnik entnommen werden. Die Grundoperationen gelten allerdings nur für die Vorbereitung und die Aufbereitung. Die Stoffumwandlung bleibt hierbei als Stufe unberücksichtigt, da ihr andere Gesetzmäßigkeiten zugrunde liegen.
In Anlehnung an die Nomenklatur der Grundoperationen kann man für den Bereich des Chemieunterrichts folgende Gruppen halbmikrotechnischer Arbeitsoperationen unterscheiden: *Trennen, Vereinigen, Zerkleinern, Formgeben, Aufbewahren, Stofftransportieren und Wärmeübertragen.*
Die einzelnen Gruppen können nach den Zustandsformen der zu bearbeitenden Stoffe weiter unterteilt werden. Im folgenden werden einige ausgewählte Arbeitsoperationen vorgestellt.

2.2.1. Trennen

Das Zerlegen eines Stoffgemisches in einzelne Phasen oder Komponenten wird als *Trennen* bezeichnet. Innerhalb des Chemieunterrichts geschieht das meist auf thermischem oder mechanischem Wege.
Tabelle 2 enthält wichtige halbmikrotechnische Trennoperationen für Stoffgemische, geordnet nach Phasen.

Tabelle 2 Halbmikrotechnische Trennoperationen

Phasen	Trennoperation
fest/fest	Auslesen, Magnetscheiden, Sublimieren, Extrahieren
fest/flüssig	Sedimentieren, Dekantieren, Filtrieren, Auspressen, Extrahieren, Verdampfen, Adsorbieren
fest/gasförmig	Waschen
flüssig/flüssig	Aussalzen, Kristallisieren, Verdampfen, Destillieren, Extrahieren, Adsorbieren
flüssig/gasförmig	Waschen
gasförmig/gasförmig	Adsorbieren, Absorbieren, Kondensieren

Destillieren. Beim *Destillieren* wird die leichter siedende Komponente aus einem Flüssigkeitsgemisch in die Gasphase übergeführt und anschließend kondensiert. Diese Trennoperation beruht auf thermischer Grundlage. Für die Anwendung der Halbmikrotechnik kommen vor allem die *Gleichstrom-*, die *Gegenstrom-* und die *Wasserdampfdestillation* in Frage. Die *Vakuumdestillation* wird im Chemieunterricht wegen der damit verbundenen erhöhten Unfallgefahr kaum bei Schülerübungsexperimenten eingesetzt.

- Mit Hilfe der *Gleichstromdestillation* trennt man flüssige Stoffgemische, deren Komponenten stärker unterschiedliche Siedetemperaturen besitzen. Die kondensierte Phase wird abgetrennt, ohne daß sich ein Rücklauf bildet.
- Die *Gegenstromdestillation* wendet man an, wenn Flüssigkeitsgemische mit geringer relativer Flüchtigkeit zu trennen sind. In der Halbmikrotechnik werden dazu am einfachsten Kolonnen eingesetzt.

Zwischen dem Dampf, der in der Kolonne aufsteigt und dem rücklaufenden Kondensat besteht ein ständiger Wärme- und Stoffaustausch. Die schwerer siedende Komponente reichert sich in dem Rücklauf und die leichter siedende in dem aufsteigenden Dampf an. Der ganze Vorgang gleicht einer Mehrfachdestillation.

Für die halbmikrotechnische Destillation im Chemieunterricht genügt ein einfaches Rohr als Kolonne. Die Wirksamkeit dieser Kolonnenart sinkt allerdings mit zunehmendem Durchmesser des Rohres. Besser wirksam sind die Vigreux-Kolonnen. Sie haben eine größere Austauschfläche zwischen Kondensat und Dampf. Füllkörperkolonnen sind weniger geeignet für das Halbmikrodestillieren, weil hier unter anderem größere Substanzmengen der Untersuchung entzogen werden.

Das Gleichstrom- und das Gegenstromdestillieren führt man im Chemieunterricht vorwiegend diskontinuierlich durch.

Der Aufbau der Apparaturen zum Destillieren und Gegenstromdestillieren geht aus den Abbildungen 89, 92, 95, 96, 97 und 100 (↗ S. 139ff) hervor. Der Rundkolben darf höchstens bis zu zwei Drittel mit Flüssigkeit gefüllt sein. Siedeverzug verhindert man durch Siedesteine, die bereits zu der kalten Lösung gegeben werden. Das Destillieren und Gegenstromdestillieren sollen stets gleichmäßig verlaufen.

- Die *Wasserdampfdestillation* wendet man zur Trennung und Reinigung organisch-chemischer Substanzen an, die im Wasser weitgehend unlöslich sind und bei ihrer Siedetemperatur, die über 100 °C liegt, einen merklichen Dampfdruck besitzen. Dabei werden die organischen Substanzen mit Hilfe von Wasserdampf verflüchtigt. Der Dampfdruck des Wassers und der organisch-chemischen Substanz beeinflussen sich nicht. Der Gesamtdruck über dem Gemisch ergibt sich einfach aus der Summe der Dampfdrücke des Wassers und der Substanz. Die Siedetemperatur eines solchen Gemisches liegt demnach stets unter der des Wassers. Organisch-chemische Substanzen, die eine über 100 °C liegende Siedetemperatur haben, lassen sich so schonend destillieren.

Das Wasserdampfdestillieren wird beendet, sobald das Destillat nicht mehr ölig ist.

Adsorbieren bedeutet die Anreicherung eines Stoffes an der Oberfläche fester Substanzen. Bei diesem Vorgang wirken sowohl physikalische als auch chemische Kräfte. Die Stärke des Adsorbierens ist hauptsächlich abhängig von der Oberflächenbeschaffenheit des Adsorptionsmittels und von der Polarität sowie der Molekülgröße des zu adsorbierenden Stoffes. Das Adsorbieren ist

stets mit einer Wärmeabgabe verbunden. Man unterscheidet polare (z. B. Aluminiumoxid) und nichtpolare Adsorptionsmittel (z. B. Aktivkohle, Wofatite). Bei halbmikrotechnischen Experimenten im Chemieunterricht wird meist Aktivkohle zum Adsorbieren giftiger Gase eingesetzt. Das Entfärben von Lösungen infolge Adsorption spielt im Chemieunterricht nur eine untergeordnete Rolle.
Die Aktivkohle befindet sich bei den halbmikrotechnischen Schulexperimenten in Aktivkohleadsorptionsrohren (↗ S. 31), zu deren Halterung man Ablagen für Tropfer benutzen kann. Bei nicht zu großer Strömungsgeschwindigkeit der Gase nimmt die Aktivkohle gesundheitsschädigende Gase weitgehend auf. Sie bleibt verhältnismäßig lange funktionsfähig, muß aber je nach der Häufigkeit des Gebrauchs ab und zu erneuert werden.

Filtrieren. Durch *Filtration* trennt man zwei Phasen mit Hilfe eines durchlässigen Materials, das eine Phase zurückhält. Bei den halbmikrotechnischen Schulexperimenten werden nur Feststoffe aus Flüssigkeiten abgetrennt. Die reine Flüssigkeit läuft als Filtrat durch das Filter, während der Feststoff als Filterkuchen (Filterrückstand) zurückbleibt. Im Unterricht verwendet man zum Filtrieren ein Filterröhrchen mit kleinem Wattebausch. Man bereitet das Filtriergerät wie folgt vor:
Mit der nichtabgeplatteten Seite eines Glasstabes wird ein kleiner Wattebausch bis zur Verengung in das Filterröhrchen eingeführt und ein wenig angedrückt. Das Einlegen der Watte muß geübt werden, denn sowohl zu fest gestopfte als auch zu locker eingeführte Watte würden sich beim Filtrieren als ungeeignet erweisen. Die Watte wird vor dem Filtrieren mit destilliertem Wasser durchnäßt. Das Wasser soll leicht abfließen. Ist die Watte zu fest angepreßt worden, muß sie vor der Zugabe des Filtriergutes aufgelockert werden. Dazu und auch zum Entfernen der Watte verwendet man Tamponträger (↗ S. 30). Das Filtriergut gibt man mit einem Halbmikro-Tropfer mit langer Spitze in das vorbereitete Filterröhrchen. Das Filtrieren kann durch den Anschluß eines Gummidoppelgebläses an das obere Ende des Filterröhrchens und die Anwendung eines geringen Überdruckes beschleunigt werden, da die Filtergeschwindigkeit unter anderem vom Druckunterschied auf beiden Seiten des Filters abhängig ist.
Das Filterröhrchen eignet sich zur Abtrennung geringer Mengen eines Rückstandes aus einer Flüssigkeit. Der Rückstand sollte nach dem Filtrieren nicht höher als 2···3 mm über der Watte stehen. Größere Mengen eines Rückstandes erschweren das Filtrieren und sollten durch den Einsatz mehrerer Filterröhrchen von der Flüssigkeit abgetrennt werden.
Bei zu locker eingeführter Watte ist das Filtrat trüb. Es muß in ein zweites vorbereitetes Filterröhrchen übertragen und noch einmal filtriert werden.
Die Rückstände können durch Zugabe von Wasser im Filterröhrchen gewaschen und danach in einem entsprechenden Lösungsmittel gelöst werden. Konzentrierte Säuren oder Hydroxidlösungen darf man als Lösungsmittel nicht verwenden, da sie die Watte angreifen.

2.2.2. Vereinigen

Unter dem *Vereinigen* versteht man das Herstellen eines Stoffgemisches aus einzelnen Komponenten oder Phasen. Es gehört neben dem Trennen mit zu den wichtigsten Gruppen der halbmikrotechnischen Arbeitsoperationen.

In der Tabelle 3 sind die am häufigsten anzuwendenden halbmikrotechnischen Arbeitsoperationen des Vereinigens angeführt.

Tabelle 3 Halbmikrotechnische Vereinigungsoperationen

Phasen	Vereinigungsoperation
fest/fest	Vermengen, Verschmelzen
fest/flüssig	Benetzen, Suspendieren, Auflösen
fest/gasförmig	Adsorbieren
flüssig/flüssig	Emulgieren, Mischen
flüssig/gasförmig	Absorbieren
gasförmig/gasförmig	Mischen

Mischen. Unter dem *Mischen* versteht man das Herstellen einer homogenen Verteilung von Gasen oder Flüssigkeiten.

- Beim *Mischen von Gasen* unterschiedlicher Dichte läßt man die schwerere Komponente in die leichtere einfließen oder die leichtere Komponente in der schwereren aufsteigen.
- Das *Mischen von Flüssigkeiten* wird durch Rühren oder Schütteln beschleunigt. Man kann dazu auch den Halbmikro-Tropfer benutzen. Die Lösung wird einige Male in den Tropfer gesaugt und jeweils wieder ausgedrückt. Lösungen mischt man in Halbmikro-Reagenzgläsern auch, indem man einen Glasstab mit dem abgeplatteten Ende nach unten im Reagenzglas auf und ab bewegt. Diese Methode ist zum Beispiel beim quantitativen Ausfällen von Substanzen in Halbmikro-Reagenzgläsern zu empfehlen.

Auflösen. Das *Auflösen* von Feststoffen in Flüssigkeiten läßt sich in Halbmikro-Reagenzgläsern beschleunigen, in dem man mit einem Glasstab arbeitet (↗ Mischen) und dadurch die noch ungelösten Feststoffe aufwirbelt. Auf diese Weise können auch Niederschläge und Rückstände gewaschen werden.

2.2.3. Aufbewahren

- Die *festen* und *flüssigen Chemikalien* für Schülerübungsexperimente bewahrt man in Halbmikro-Standflaschen auf, die in Flaschengestellen (↗ S. 35) abgestellt werden, damit sie den Schülern ständig und unmittelbar zur Verfügung stehen.

Durch diese Aufbewahrung können auf geringem Raum verhältnismäßig viele Flaschen übersichtlich abgestellt werden. Die Flaschengestelle mit den darin vorhandenen Chemikaliensätzen werden jeweils von den drei beziehungsweise zwei Schülern eines Arbeitstisches gemeinsam benutzt. Für die erforderlichen Chemikalien reichen bei maximaler Ausstattung drei derartige Flaschengestelle aus.

Ein Flaschengestell enthält die Flaschen mit den anorganischen Lösungen. Säuren und Hydroxidlösungen sollten möglichst weit voneinander entfernt, in der ersten beziehungsweise der letzten Reihe des Flaschengestells, stehen. Alle übrigen Lösungen sind alphabetisch geordnet.

Bei der Entnahme der Lösungen sollten die Halbmikro-Standflaschen im Gestell stehenbleiben.
Das zweite Flaschengestell wird zur Aufbewahrung anorganischer Festsubstanzen benutzt.
Im dritten Flaschengestell befinden sich ausschließlich Substanzen aus dem Bereich der organischen Chemie. Man ordnet zunächst die organischen Flüssigkeiten und dann die organischen Festsubstanzen in alphabetischer Reihenfolge in das Gestell ein.

- Im Chemieunterricht werden beim halbmikrotechnischen Arbeiten die *Gase* unmittelbar vor ihrem Einsatz erzeugt oder nur kurze Zeit unter Luftabschluß aufbewahrt.

2.2.4. Stofftransportieren

- *Luft* wird bei halbmikrotechnischen Versuchsdurchführungen mit Hilfe von Gummidoppelgebläsen bewegt. Dazu klemmt man den Schlauch des Gebläses mit einem 30 mm breiten Quetschhahn nach Hoffmann ab, um im Vorratsball Luft zu speichern. Während der Versuchsdurchführung kann die Ausströmungsgeschwindigkeit der gespeicherten Luft durch den Quetschhahn reguliert werden.

Die Schüler müssen den Umgang mit dem Gummidoppelgebläse üben. Gummidoppelgebläse sind aber leichter als Wasserstrahlpumpen zu handhaben. Vorteilhaft ist auch, daß man bei diesem Transport von Gasen vom fließenden Wasser unabhängig ist.

- *Flüssigkeiten* werden beim Arbeiten nach der Halbmikrotechnik grundsätzlich mit Halbmikro-Tropfern von einem Gefäß in ein anderes übertragen. Das gilt auch dann, wenn in den Lösungen Niederschläge enthalten sind. Der Sifonsauger muß schon vor dem Einführen des Tropfers in die Lösung zusammengedrückt werden. Man vermeidet dadurch, daß die Lösung verspritzt oder überläuft. Mit Halbmikro-Tropfern kann man auch Lösungen absaugen, die sich über einem Bodensatz befinden. Bei der Entnahme und Übertragung flüssiger Reagenzien aus Halbmikro-Standflaschen muß folgendes beachtet werden:

Die Halbmikro-Tropfer dürfen nicht am Arbeitsplatz abgelegt werden, sondern sind sofort nach der Entnahme der Lösung in die Flasche zurückzugeben. Dadurch werden Verunreinigungen der Chemikalien vermieden.
Der Halbmikro-Tropfer einer Standflasche darf nie in eine andere Lösung oder Festsubstanz eingetaucht werden.
Die Reaktionsgefäßwand soll man nicht mit dem Halbmikro-Tropfer berühren. Man hält daher den Tropfer kurz über das Reaktionsgefäß und läßt dann die Lösung eintropfen.

2.2.5. Wärmeübertragen

Zum *Wärmeübertragen* gehören das Erhitzen und das Kühlen. Das Wärmeübertragen ist stets mit anderen Arbeitsoperationen verbunden und spielt darüber hinaus eine wesentliche Rolle bei der Stoffumwandlung.
Im Bereich der Halbmikrotechnik wird größtenteils direkt erhitzt. Nach den geltenden Arbeitsschutzbestimmungen kann man auch brennbare Flüssigkeiten direkt erhitzen, da es sich um äußerst geringe Mengen handelt. Als

Wärmequelle reicht bei halbmikrotechnischen Schülerübungsexperimenten meist eine Spiritusflamme aus.

Flüssigkeiten in Halbmikro-Reagenzgläsern erhitzt man am besten im Wasserbad. Als Wasserbad dient ein Erlenmeyerkolben, der mit etwa 10 ml Wasser gefüllt ist.

Schwieriger ist das Erhitzen von Flüssigkeiten in Halbmikro-Reagenzgläsern über offener Flamme, weil leicht Siedeverzug eintritt und die Reagenzgläser in der heißen Flamme leicht zerspringen können. Offene Flammen kann man als direkte Wärmequellen benutzen, wenn das Halbmikro-Reagenzglas in der Flamme eines Spiritusbrenners oder in der Sparflamme oder in der kleinen, leuchtenden Flamme eines Gasbrenners erhitzt wird und ein Glasstab, der mit dem abgeplatteten Ende nach unten in der Flüssigkeit verbleibt, den Siedeverzug verhindert.

3. Experimente aus dem Bereich der anorganischen Chemie

3.1. Einführende Experimente

3.1.1. Chemischer Vorgang

Unterscheidung zwischen physikalischem und chemischem Vorgang **1**

Zielstellung: Am Beispiel des Erhitzens von Natriumchlorid und Zucker soll der Unterschied zwischen einem physikalischen und einem chemischen Vorgang erläutert werden.

Instrumentarium: 2 Halbmikro-Reagenzgläser, 2 Reagenzglasständer, Spatel, Reagenzglashalter, Brenner

Chemikalien: Natriumchlorid (Kochsalz), Zucker

Durchführung: Ein Halbmikro-Reagenzglas wird mit einem Spatel Natriumchlorid, ein anderes mit einem Spatel Zucker gefüllt. Zuerst wird Natriumchlorid in der Brennerflamme bis zum Schmelzen erhitzt. Anschließend erhitzt man den Zucker kräftig.

Ergebnis: Natriumchloridkristalle zerspringen beim Erhitzen (Dekrepitieren der Kristalle), weil eingeschlossene Mutterlauge verdampft. Bei etwa 800 °C schmilzt Natriumchlorid. Durch diesen Versuch werden nur die Form der Kristalle und der Aggregatzustand des Salzes verändert.
Zucker zersetzt sich beim Erhitzen. Es verbleibt ein Rückstand aus Kohlenstoff (Zuckerkohle).

3.1.2. Verbrennungsvorgang — Luft — Oxydation

Erhitzen und Verbrennen von Metallen **2**

Zielstellung: Die Schüler sollen erkennen, daß Magnesium, Zink, Eisen, Blei und Kupfer beim Erhitzen an der Luft oxydieren.

Bemerkungen: Die Experimente können bei der Behandlung des Verbrennungsvorganges und der Redoxreihe der Metalle eingesetzt werden.
Vorsicht! Beim Erhitzen von Magnesiumgrieß darf nur eine Spatelspitze verwendet werden! Magnesiumpulver (fein oder extrafein) ist für diesen Versuch ungeeignet!

Instrumentarium: Magnesiarinne, Uhrglasschale, Spatel, Pinzette, Asbestdrahtnetz, Brenner

Chemikalien: Magnesiumgrieß (Magnesiumspäne), Zink pulv., Eisen pulv., Blei granuliert, Kupfer pulv.

Durchführung: Auf dem Ende einer Magnesiarinne erhitzt man nacheinander je eine Spatelspitze Magnesiumgrieß, Zinkpulver, Eisenpulver, ein erbsengroßes Stück Bleigranulat und eine Spatelspitze Kupferpulver. Zum Schutz gegen herabfallende glühende Späne wird ein Asbestdrahtnetz untergelegt.

Die Reaktionsprodukte gibt man nach dem Abkühlen jeweils auf eine Uhrglasschale, die auf einem dunklen Untergrund steht, und vergleicht sie mit den Ausgangsstoffen.

Ergebnis

Magnesium entzündet sich, ohne zu schmelzen, und verbrennt unter greller Lichterscheinung zu Magnesiumoxid. Zink verbrennt unter mäßiger Lichterscheinung zu Zinkoxid, das in der Hitze gelb, nach dem Abkühlen weiß aussieht. Eisen glüht auf und verbrennt zu schwarzem Eisen(II,III)-oxid. Blei schmilzt. Es bildet sich auf seiner Oberfläche eine Haut aus gelbem Blei(II)-oxid. Kupfer bildet beim Erhitzen an der Luft schwarzes Kupfer(II)-oxid.

Erhitzen und Verbrennen von Nichtmetallen 3

Zielstellung

Durch die Experimente wird der Begriff des chemischen Vorgangs gefestigt.

Instrumentarium

Magnesiarinne, Spatel, Brenner

Chemikalien

Schwefel subl., Holzkohle pulv.

Durchführung

Eine Spatelspitze sublimierter Schwefel oder Holzkohlepulver wird auf dem Ende einer Magnesiarinne über der Brennerflamme erhitzt. Die dabei auftretenden Erscheinungen werden beobachtet. Während der Reaktion führt man die Geruchsprobe durch.

Ergebnis

Schwefel schmilzt, entzündet sich und verbrennt mit blauer Flamme zu Schwefeldioxid. Das Verbrennungsprodukt besitzt einen stechenden Geruch. Holzkohlepulver glüht auf und verbrennt zu Kohlendioxid. In beiden Fällen entstehen Stoffe mit neuen Eigenschaften.

Rolle der Luft bei der Verbrennung 4

Zielstellung

Die Schüler sollen erkennen, daß Luft zur Verbrennung von Kupfer notwendig ist.

Bemerkungen

Die für den Versuch benötigten Kupfernetzröllchen stellt man folgendermaßen her:
Aus Kupferdrahtnetz werden etwa 4,5 cm lange Röllchen hergestellt, die aus mehreren Lagen bestehen und sich gut in Halbmikro-Reagenzgläser einführen lassen. Vor dem Versuch reduziert man die Kupferröllchen, indem man sie mit einer Tiegelzange in die Flamme hält, zum Glühen erhitzt und dann sofort in ein 1···2 cm hoch mit Methanol gefülltes Becherglas wirft. *Vorsicht!* Methanol entzündet sich! Es kann durch Überdecken mit einer Uhrglasschale gelöscht werden! Kupferblech an Stelle von Kupfernetz zu verwenden ist nicht günstig.

Instrumentarium

Halbmikro-Reagenzglas mit Stopfen, Reagenzglashalter, Brenner, Asbestdrahtnetz, Tiegelzange

Chemikalien

Kupfernetzröllchen

Durchführung

Ein reduziertes Kupfernetzröllchen wird in ein Halbmikro-Reagenzglas gegeben, über der Flamme schwach erwärmt und dann mit einem Stopfen verschlossen. Nun wird das obere Ende des Kupferröllchens im Glas 2···3 min erhitzt. Anschließend erhitzt man das Röllchen in der ganze Länge kräftig.

Es braucht dabei nicht zu glühen! Von dem stark erhitzten Reagenzglas wird der Stopfen entfernt und das Röllchen sofort auf ein Asbestdrahtnetz gelegt.

Ergebnis

Im verschlossenen Reagenzglas verändert sich das Kupfer nur wenig. Am oberen Ende des Röllchens bildet sich zunächst Kupfer(II)-oxid, das mit dem Kupfer zu rotem Kupfer(I)-oxid reagiert. Kommt das heiße Kupfer mit der Luft in Berührung, überzieht es sich unter auffallendem Farbspiel mit Kupfer(II)-oxid. War das Kupfer nicht heiß genug, liegt im Endzustand nur Kupfer(I)-oxid vor.

Quantitative Analyse der Luft 5

Zielstellung

Der Versuch soll zeigen, daß die Luft zu einem Fünftel aus Sauerstoff besteht.

Bemerkungen

Die Meßgenauigkeit dieser Versuchsanordnung ist naturgemäß nicht sehr groß. Deshalb empfiehlt es sich, den Mittelwert aus den Ergebnissen aller Schülerexperimente zu bilden.
Das Experiment kann auch zur Herstellung von Stickstoff aus der Luft eingesetzt werden. Der Luftstrom wird dann aus einem Gummidoppelgebläse entnommen.

Instrumentarium

Apparat 2, Verbrennungsrohr, Apparat 7, graduiertes Reagenzglas mit Stopfen, Brenner, Reagenzglasständer

Chemikalien

Wasser, Holzspan, Kupfernetzröllchen

Durchführung

In den Halbmikro-Tropfer des Apparates 2 wird Wasser gesaugt und in ein graduiertes Reagenzglas getropft, bis 3 ml aufgefüllt sind. Die Tropfenzahl wird notiert. Nun saugt man erneut Wasser auf und schließt an den Apparat 2 ein Verbrennungsrohr an, in dem sich ein reduziertes Kupfernetzröllchen (↗ Versuch 4) befindet. Das Verbrennungsrohr wird mit dem Apparat 7 verbunden. Als Vorlage dient ein graduiertes Reagenzglas. Nun wird das Kupfer erwärmt. Die hierbei in der „pneumatischen Wanne" austretenden Gasblasen werden nicht aufgefangen. Erst wenn sich die Luft in der Apparatur genügend ausgedehnt hat, wird das mit Wasser gefüllte Reagenzglas über das Ausgleichrohr gesetzt. Nun beginnt man tropfenweise Wasser aus dem Halbmikro-Tropfer zu drücken und zählt die Tropfen. Sind 3 ml eingetropft (notierte Tropfenzahl), wird das Reagenzglas sofort vom Ausgleichrohr genommen und mit dem unter Wasser liegenden Stopfen verschlossen. Der Halbmikro-Tropfer des Apparates 2 wird entfernt. Anschließend führt man einen brennenden Holzspan in das graduierte Reagenzglas ein.

Ergebnis

Durch Eintropfen von insgesamt 3 ml Wasser in den Apparat 2 wird die gleiche Menge Luft über das erhitzte Kupfer gedrückt. Hierbei entsteht schwarzes Kupfer(II)-oxid. In der Vorlage wird Stickstoff aufgefangen.

Massezunahme beim Verbrennen von Metallen 6

Zielstellung

Die Schüler erkennen die Zunahme der Masse beim Verbrennen von Eisenpulver.

Bemerkungen: Ein nicht ganz so eindeutiges Ergebnis erhält man beim Verbrennen von Magnesium- oder Kupferpulver.

Instrumentarium: Magnesiarinne, Schülerhandwaage, Spatel, Asbestdrahtnetz, Brenner

Chemikalien: Eisen pulv., Seesand

Durchführung: In einer Länge von 4··· 5 cm wird ein Spatel Eisenpulver auf der einen Hälfte der Magnesiarinne gleichmäßig verteilt. Die Rinne mit dem Eisenpulver wird auf einer Schülerhandwaage mit Seesand tariert. Über einer Flamme wird das Eisenpulver bis zum Glühen erhitzt. Dann legt man die Rinne mit dem Verbrennungsprodukt erneut auf die Waage.

Ergebnis: Beim Verbrennen von Eisenpulver ist eine deutliche Massezunahme festzustellen.

Darstellung und Eigenschaften von Sauerstoff 7

Zielstellung: Sauerstoff wird durch katalytische Zersetzung von Wasserstoffperoxid gewonnen, durch die Spanprobe nachgewiesen und auf seine Dichte untersucht.

Instrumentarium: Apparat 3, 3 Halbmikro-Reagenzgläser mit Stopfen, Reagenzglasgestell, Brenner, Spatel

Chemikalien: Mangan(IV)-oxid, Wasserstoffperoxid 3%ig, Wasser, Holzspan.

Durchführung: Im Apparat 3 wird auf eine Spatelspitze Mangan(IV)-oxid Wasserstoffperoxid getropft. Das entweichende Gas fängt man nach etwa 5 s pneumatisch in 3 Halbmikro-Reagenzgläsern auf.
Die Reagenzgläser werden mit den unter Wasser liegenden Stopfen verschlossen und herausgenommen. In das erste Reagenzglas führen wir einen glimmenden Holzspan ein. Das zweite Reagenzglas bleibt geöffnet im Reagenzglasgestell stehen. Das dritte wird geöffnet, die Öffnung nach unten gerichtet. Nach etwa 30 s führt man in das zweite und dritte Reagenzglas einen glimmenden Holzspan ein.

Ergebnis: Der Holzspan leuchtet im ersten und im zweiten Reagenzglas auf. Das ist ein Nachweis für Sauerstoff. Wasserstoffperoxid wird katalytisch zu Wasser und Sauerstoff zersetzt. Sauerstoff hat eine größere Dichte als Luft.

Nachweis der Katalysatorwirkung 8

Zielstellung: Der Versuch soll die katalytische Wirksamkeit verschiedener Stoffe bei der Zersetzung von Wasserstoffperoxid zeigen.

Instrumentarium: 4 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasgestell, Spatel, Brenner

Chemikalien: Wasserstoffperoxid 4%ig, Mangan(IV)-oxid, Natriumchlorid, Aktivkohlepulver, Holzspan

Durchführung: In 4 Halbmikro-Reagenzgläser werden je 10 Tropfen Wasserstoffperoxid gegeben. Außerdem gibt man in ein Reagenzglas eine Spatelspitze Natriumchlorid, in ein zweites eine Spatelspitze Aktivkohlepulver und in ein drittes eine Spatelspitze Mangan(IV)-oxid. Das Wasserstoffperoxid im vierten

Reagenzglas erhält keinen Zusatz. In allen Reagenzgläsern wird mit der Spanprobe auf Sauerstoff geprüft. Dann erhitzt man das vierte Reagenzglas und führt erneut die Spanprobe durch.
Ist im dritten Reagenzglas die Gasentwicklung beendet, wird die Farbe des Bodenkörpers mit der des Ausgangsstoffes verglichen.

Ergebnis

Wasserstoffperoxid zersetzt sich bei Raumtemperatur langsam unter Sauerstoffentwicklung zu Wasser. Wasserstoffperoxid wird deshalb unter Zusatz von Inhibitoren (negative Katalysatoren), zum Beispiel Phosphorsäure, in den Handel gebracht. Durch Erwärmen läßt sich der Zerfallsprozeß etwas beschleunigen. Die Spanprobe läßt nur geringe Sauerstoffentwicklung erkennen. Natriumchlorid zeigt keine Katalysatorwirkung. Durch den Zusatz von Aktivkohle verläuft der Zerfallsprozeß merklich schneller. Die Zerfallsgeschwindigkeit ist am größten bei Zugabe von Mangan(IV)-oxid. Aus den Versuchen kann gefolgert werden: Nicht alle Stoffe wirken katalytisch. Die Katalysatoren unterscheiden sich in ihrer Wirksamkeit.

Entstehung von Flammen **9**

Zielstellung

Die Schüler sollen erkennen, daß Flammen brennende Gase sind.

Instrumentarium

Magnesiarinne, Spatel, Brenner

Chemikalien

Kerzenmasse (Hartparaffin), Braunkohle pulv., Sägespäne

Durchführung

Die Substanzen werden nacheinander untersucht. Auf das Ende einer Magnesiarinne wird ein Spatel der betreffenden Substanz gebracht und zunächst 3···4 cm über der Flamme erhitzt. Treten Zersetzungsprodukte auf, wird die Probe weiter in die Nähe der Flamme gebracht, bis sich die Stoffe entzündet haben. Jetzt nimmt man die Magnesiarinne aus der Flamme und beobachtet die Verbrennung.

Ergebnis

Um Flammen entstehen zu lassen, muß die Substanz auf eine Temperatur erhitzt werden, bei der gasförmige Produkte entstehen. Entzündet man diese, so erkennt man über den Substanzen eine mehr oder weniger breite flammenfreie Zone, die aus nichtbrennenden Gasen besteht.

Nachweis der unterschiedlichen Entzündbarkeit von Stoffen **10**

Zielstellung

Die Begriffe „Flammtemperatur" beziehungsweise „Entzündungstemperatur" werden experimentell erarbeitet.

Instrumentarium

Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Reagenzglashalter, Holzspan, Brenner, 3 Uhrglasschalen, Spatel

Chemikalien

Benzin, Paraffinöl, Sägespäne

Durchführung

Auf 3 Uhrglasschalen versucht man mit einem brennenden Holzspan 10 Tropfen Benzin, 10 Tropfen Paraffinöl und einen Spatel Sägespäne zu entzünden.
10 Tropfen Paraffinöl oder ein Spatel Sägespäne werden in einem Halbmikro-Reagenzglas erhitzt. Nach etwa 2 min hält man einen brennenden Holzspan an die Reagenzglasöffnung.

Ergebnis

Benzin entzündet sich leicht, Paraffinöl und Sägespäne erst nach dem

Erhitzen. Die Temperatur, bei der sich flüssige Stoffe entzünden, wird durch die „Flammtemperatur" angegeben. Bei Feststoffen spricht man von der „Entzündungstemperatur".

Gesetz von der Erhaltung der Masse **11**

Zielstellung: Das Gesetz von der Erhaltung der Masse wird an der Umsetzung von Eisen und Schwefel oder durch Verbrennen von Magnesiumspänen bewiesen.

Bemerkungen: Bei der Umsetzung von Schwefel und Eisen entsteht kein wesentlicher Meßfehler, wenn der Stopfen vom Reagenzglas gedrückt wird. Beim Erhitzen des Magnesiums darf der Stopfen nicht herausgedrückt werden.

Instrumentarium: Halbmikro-Reagenzglas mit Stopfen, Reagenzglashalter, Schülerhandwaage, Freiberger Mörser mit Pistill, Spatel, Glasstab, Brenner, Asbestdrahtnetz

Chemikalien: Eisen pulv., Schwefel subl., Magnesiumspäne, Seesand

Durchführung: Ein Halbmikro-Reagenzglas wird mit einem Gemisch aus einem Spatel Eisenpulver und zwei Spateln Schwefel oder mit einigen Magnesiumspänen gefüllt. Das Glas wird mit einem Stopfen fest verschlossen und auf einer Schülerhandwaage mit Seesand genau tariert. Nun erwärmt man den Boden des Reagenzglases in der Flammenspitze bis zum Einsetzen der Reaktion. Auf einem Asbestdrahtnetz läßt man das Reagenzglas abkühlen und legt es dann erneut auf die Waage.

Ergebnis: Eisen und Schwefel reagieren unter Bildung von Eisen(II)-sulfid (↗ Versuch 59). Magnesium reagiert mit dem im Reagenzglas vorhandenen Sauerstoff und zum Teil auch mit dem Stickstoff. In beiden Fällen ist nach der Reaktion weder ein Masseverlust noch eine Massezunahme festzustellen.

3.1.3. Reduktion

Reduktion von Kupfer(II)-oxid durch Metalle **12**

Zielstellung: Am Beispiel der Reduktion von Kupfer(II)-oxid durch Blei, Eisen und Zink wird der Begriff „Reduktion" erarbeitet. In Verbindung mit den Versuchen 2, 13 und 14 wird die Ableitung der Redoxreihe der Metalle vorbereitet.

Bemerkungen: Metalle wie Aluminium und Magnesium dürfen in Schülerexperimenten nicht zur Reduktion von Kupfer(II)-oxid verwendet werden, da die Umsetzungen explosionsartig verlaufen können.

Instrumentarium: 3 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglashalter, 3 Uhrglasschalen, Spatel, Tamponträger, Brenner

Chemikalien: Kupfer(II)-oxid pulv., Blei granuliert, Eisen pulv., Zink pulv.

Durchführung: In 3 Halbmikro-Reagenzgläsern mischt man mit einem Tamponträger folgende Stoffe:
einen halben Spatel Kupfer(II)-oxid und ein Stück Bleigranulat,
4 Spatelspitzen Kupfer(II)-oxid und eine Spatelspitze Eisenpulver und
eine Spatelspitze Kupfer(II)-oxid und eine Spatelspitze Zinkpulver.
Die Gemische werden einzeln erhitzt und dabei gut durchgeglüht. Das dritte

Gemisch wird nur so lange erhitzt, bis die Reaktion einsetzt. Die abgekühlten Reaktionsprodukte gibt man auf je eine saubere, trockene Uhrglasschale und stellt ihre Farbe fest.

Ergebnis

Nach der Reaktion zwischen Kupfer(II)-oxid und Blei erkennt man von außen am Boden des Reagenzglases die gelbe Farbe des Blei(II)-oxids. Die erkaltete Oberfläche der Schmelze zeigt die rotbraune Kupferfarbe:

$$CuO + Pb \rightarrow Cu + PbO$$

Beim Erhitzen von Kupfer(II)-oxid und Eisen glüht das Gemisch auf. Es bildet sich am Reagenzglas ein Kupferspiegel. Außerdem entsteht schwarzes Eisen(II,III)-oxid:

$$3\,Fe + 4\,CuO \rightarrow Fe_3O_4 + 4\,Cu$$

Die Umsetzung zwischen Kupfer(II)-oxid und Zink verläuft heftiger als zwischen Kupfer(II)-oxid und Eisen. Es bilden sich Kupferpulver und kleine Kupfergranalien vermischt mit Zinkoxid:

$$CuO + Zn \rightarrow ZnO + Cu$$

Die Metalle Blei, Eisen und Zink entziehen dem Kupfer(II)-oxid beim Erhitzen Sauerstoff. Kupfer(II)-oxid wird bei diesen Reaktionen reduziert.

Reduktion von Blei(II)-oxid durch Metalle 13

Zielstellung

Am Beispiel der Reduktion von Blei(II)-oxid durch Eisen, Zink und Magnesium wird der Begriff „Reduktion" erarbeitet beziehungsweise gefestigt. In Verbindung mit den Versuchen 2, 12 und 14 wird die Ableitung der Redoxreihe der Metalle vorbereitet.

Instrumentarium

3 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglashalter, Spatel, Brenner, 3 Uhrglasschalen, Freiberger Mörser mit Pistill

Chemikalien

Blei(II)-oxid, Eisen pulv., Zink pulv., Magnesium grob pulv.

Durchführung

In 3 Halbmikro-Reagenzgläsern mischt man folgende Stoffe:
3 Spatelspitzen Blei(II)-oxid und eine Spatelspitze Eisenpulver (bei körnigem Blei(II)-oxid wird das Gemisch erst in einem Freiberger Mörser verrieben!),
einen halben Spatel Blei(II)-oxid und einen halben Spatel Zinkpulver und eine Spatelspitze Blei(II)-oxid und eine Spatelspitze Magnesiumpulver *(Vorsicht!)*. Die Gemische werden zunächst einzeln in der Flammenspitze erhitzt, bis die Reaktion einsetzt. Die beiden ersten Gemische glüht man anschließend noch kräftig durch. Die abgekühlten Reaktionsprodukte gibt man auf je eine saubere, trockene Uhrglasschale und stellt ihre Farbe fest.

Ergebnis

Das Gemisch aus Blei(II)-oxid und Eisenpulver glüht beim Erhitzen auf. Bei stärkerem Erhitzen beobachtet man kleine Bleigranalien:

$$4\,PbO + 3\,Fe \rightarrow Fe_3O_4 + 4\,Pb$$

Die Reduktion von Blei(II)-oxid durch Zink verläuft heftiger. Es bildet sich ein grau-schwarzes Granulat. An der Wandung des Reagenzglases zeigt sich ein Bleispiegel:

$$PbO + Zn \rightarrow Pb + ZnO$$

Die Reaktion zwischen Blei(II)-oxid und Magnesium verläuft sehr heftig. An der Wandung des Reagenzglases bildet sich ein Bleispiegel:

$$PbO + Mg \rightarrow Pb + MgO$$

Die Metalle Eisen, Zink und Magnesium entziehen dem Blei(II)-oxid den Sauerstoff. Blei(II)-oxid wird bei diesen Reaktionen reduziert.

Reduktion von Eisen(III)-oxid und Zinkoxid durch Metalle **14**

Zielstellung: Der Begriff „Reduktion" wird erarbeitet beziehungsweise gefestigt. Die Ableitung der Redoxreihe der Metalle wird vorbereitet.

Bemerkungen: *Vorsicht!* Die angegebenen Mengen dürfen nicht überschritten werden!

Instrumentarium: 3 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglashalter, 3 Uhrglasschalen, Spatel, Brenner, Tamponträger, Magnet

Chemikalien: Eisen(III)-oxid, Zinkoxid pulv., Zink pulv., Magnesium pulv.

Durchführung: In 3 Halbmikro-Reagenzgläsern mischt man mit einem Tamponträger folgende Stoffe:
einen halben Spatel Eisen(III)-oxid und eine Spatelspitze Zinkpulver, einen halben Spatel Eisen(III)-oxid und einen halben Spatel Magnesiumpulver und 2 Spatelspitzen Zinkoxidpulver und eine Spatelspitze Magnesiumpulver.
Die Gemische werden bis zur beginnenden Reaktion über der Flamme erhitzt. Die abgekühlten Reaktionsprodukte gibt man auf je eine saubere, trockene Uhrglasschale und stellt ihre Farbe fest.

Ergebnis: Die Reduktion von Eisen(III)-oxid durch Zink und Magnesium erfolgt schlagartig, wobei die Reaktion mit Magnesium deutlich heftiger verläuft:

$$Fe_2O_3 + 3Zn \rightarrow 2Fe + 3ZnO$$

$$Fe_2O_3 + 3Mg \rightarrow 2Fe + 3MgO$$

Das Reaktionsgemisch aus Zinkoxid und Magnesium glüht auf. Es bildet sich im Reagenzglas ein Zinkbeschlag:

$$ZnO + Mg \rightarrow Zn + MgO$$

3.1.4. Wasser — Wasserstoff

Analyse des Wassers **15**

Zielstellung: Durch die Umsetzung von Wasserdampf mit Magnesium wird nachgewiesen, daß Wasser aus Sauerstoff und aus Wasserstoff besteht.

Instrumentarium a: Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglashalter, Spatel, Halbmikro-Tropfer, Reagenzglasständer, Brenner

Chemikalien a: Magnesium grob pulv. (Magnesiumgrieß), Sand, Wasser

Durchführung a: Ein Halbmikro-Reagenzglas wird etwa 2 cm hoch mit Sand gefüllt. Mit einem Halbmikro-Tropfer tränkt man den Sand so mit Wasser, daß die

darüber befindliche Glaswandung nicht benetzt wird. In die Mitte des waagerecht gehaltenen Reagenzglases wird ein Spatel grobe Magnesiumspäne gebracht. Über einer Flamme erhitzt man das Magnesium an der der Öffnung zugewandten Seite bis zur Zündung, dann bringt man langsam das Wasser zum Verdampfen. Glüht das Magnesium hell auf, so wird versucht, das entweichende Gas an der Flamme des Brenners zu entzünden.

Ergebnis a

Beim Überleiten von Wasserdampf über erhitztes Magnesium glüht das Magnesium auf. Es bildet sich ein weißes Pulver, das Magnesiumoxid. Da die Luft aus dem Reagenzglas vor der Reaktion verdrängt wurde, kann der Sauerstoff für die Bildung des Magnesiumoxids nur aus dem Wasserdampf stammen. Außerdem entstand ein brennbares Gas, der Wasserstoff.

Instrumentarium b

2 Reagenzgläser 100 mm × 12 mm mit Stopfen, Stativ mit Klemme und Muffe, Kristallisierschale als pneumatische Wanne, Spatel, Glasstab, Halbmikro-Tropfer, Brenner

Chemikalien b

↗ Chemikalien a

Durchführung b

Das große Reagenzglas wird wie bei der Durchführung a mit Sand, Wasser und Magnesium gefüllt, an einem Stativ befestigt und mit einem einfach durchbohrten Stopfen verschlossen. Die Bohrung enthält ein Gasableitungsrohr, das in eine „pneumatische Wanne" eintaucht.
Zunächst wird über einer Brennerflamme das Magnesium bis zur Zündung erhitzt, dann der feuchte Sand erwärmt. Sobald die Gasentwicklung einsetzt, fängt man das Gas in dem zweiten Reagenzglas pneumatisch auf. Das mit Gas gefüllte Reagenzglas wird unter Wasser mit einem Stopfen verschlossen, herausgenommen und mit der Öffnung an eine Flamme gebracht. Außerdem stellt man fest, ob sich das Magnesium verändert hat.

Ergebnis b

↗ Ergebnis a

Reduktion von Kupfer(II)-oxid durch Wasserstoff 16

Zielstellung

Am Beispiel der Reaktion von Wasserstoff mit Kupfer(II)-oxid wird die Reduktionswirkung von Wasserstoff erarbeitet.

Instrumentarium

Apparat 1, Reagenzglasständer, Reduktionsrohr, Brenner, Spatel, Uhrglasschale, Tamponträger, Halbmikro-Reagenzglas, Pinzette

Chemikalien

Kupfer(II)-oxid pulv., Zink granuliert, Salzsäure verd., Kupfer(II)-sulfatlösung

Durchführung

In den Apparat 1 werden 2··· 3 Zinkgranalien gegeben. Den Halbmikro-Tropfer füllt man mit verdünnter Salzsäure. In die Mitte des Reduktionsrohres wird mit Hilfe des Tamponträgers ein Spatel Kupfer(II)-oxidpulver eingebracht. Über das zur Spitze ausgezogene Reduktionsrohr stülpt man ein Halbmikro-Reagenzglas.
Durch Auftropfen von Säure auf Zink wird Wasserstoff entwickelt. Bei Verwendung von reinem Zink sollte man einige Tropfen Kupfer(II)-sulfatlösung zugeben. Nach etwa 10 s führt man die Knallgasprobe durch. Fällt sie einwandfrei negativ aus, kann der aus der Apparatur entweichende Wasserstoff entzündet werden. Bei positivem Ausfall wird sie wiederholt. Nun wird das Kupfer(II)-oxid erhitzt. Während des Versuchs beobachtet man das Kupfer(II)-oxid, die Rohrzone hinter dem Oxid und die Wasserstoffflamme.

Nach etwa 2···3 min entfernt man den Brenner und läßt im Wasserstoffstrom erkalten. Das erhaltene Reaktionsprodukt gibt man auf eine Uhrglasschale.

Ergebnis

Aus Kupfer(II)-oxid ist metallisches Kupfer entstanden. Außerdem scheiden sich im Reduktionsrohr kleine Wassertropfen ab:

$$CuO + H_2 \rightarrow Cu + H_2O$$

Die Wasserstoffflamme am Reduktionsrohr erlischt bei einsetzender Reaktion.

3.2. Experimente zu den Elementengruppen

3.2.1. Alkalimetalle

Nachweis der Kalium-Ionen **17**

Zielstellung

Die Schüler üben das Ausführen und Auswerten analytischer Reaktionen.

Instrumentarium

Halbmikro-Reagenzglas, Glasstab, Reagenzglashalter, Brenner

Chemikalien

Kaliumchloridlösung 1 n, Perchlorsäure 30%ig, destilliertes Wasser

Durchführung

10 Tropfen Kaliumchloridlösung werden in einem Halbmikro-Reagenzglas mit 5 Tropfen Perchlorsäure und 10 Tropfen destilliertem Wasser vermischt und bis zum beginnenden Sieden erhitzt. Der Glasstab bleibt im Reagenzglas!

Ergebnis

Bei Raumtemperatur entsteht aus Kaliumchlorid und Perchlorsäure ein Niederschlag von Kaliumperchlorat:

$$KCl + HClO_4 \rightarrow KClO_4\downarrow + HCl$$

$$K^+ + ClO_4^- \rightarrow KClO_4\downarrow$$

In der Hitze ist Kaliumperchlorat wesentlich besser löslich.

3.2.2. Erdalkalimetalle

Flammenfärbungen durch Erdalkalimetalle **18**

Zielstellung

Die Schüler lernen die durch flüchtige Erdalkalimetallverbindungen hervorgerufenen Flammenfärbungen kennen.

Instrumentarium

2 Magnesiarinnen, Spatel, Brenner

Chemikalien

Kalziumchlorid, Strontiumchlorid, Bariumchlorid, Salzsäure konz.

Durchführung

Eine Spatelspitze der zu untersuchenden Substanz wird auf dem ausgeglühten Ende einer Magnesiarinne möglichst hoch erhitzt. Benutzt man an Stelle der Halogenide andere Verbindungen, so müssen diese mit 2 Tropfen konzentrierter Salzsäure befeuchtet werden!

Ergebnis

Bei den Temperaturen der Brennerflamme sind nur die Chloride der Erdalkalimetalle genügend flüchtig, um eine Flammenfärbung zu zeigen.

Deshalb werden die Substanzen mit Salzsäure versetzt. Kalzium verursacht eine ziegelrote, Strontium eine karminrote und Barium eine grün-gelbe Flammenfärbung.

Nachweis von Kalzium-Ionen 19

Zielstellung Die Schüler lernen analytische Nachweisreaktionen auf Kalzium-Ionen kennen und stellen die entsprechenden Reaktionsgleichungen auf.

Instrumentarium 2 Halbmikro-Reagenzgläser, 2 Reagenzglasständer, Glasstab

Chemikalien Kalziumchloridlösung 1 n, Natriumkarbonatlösung 10%ig, Äthandisäure-(Oxalsäure-)lösung 1 n

Durchführung a 20 Tropfen Kalziumchloridlösung werden in einem Halbmikro-Reagenzglas mit 10 Tropfen 10%iger Natriumkarbonatlösung vermischt.

Ergebnis a Kalzium-Ionen bilden mit Karbonat-Ionen einen Niederschlag:

$$CaCl_2 + Na_2CO_3 \rightarrow CaCO_3\downarrow + 2NaCl$$
$$Ca^{2+} + CO_3^{2-} \rightarrow CaCO_3\downarrow$$

Durchführung b Zu 10 Tropfen 1 n Kalziumchloridlösung gibt man in einem Halbmikro-Reagenzglas 10 Tropfen 1 n Äthandisäurelösung.

Ergebnis b Kalzium-Ionen bilden mit Äthandiat-Ionen einen Niederschlag:

$$CaCl_2 + H_2C_2O_4 \rightarrow CaC_2O_4\downarrow + 2HCl$$
$$Ca^{2+} + C_2O_4^{2-} \rightarrow CaC_2O_4\downarrow$$

Nachweis der Barium-Ionen 20

Zielstellung Die Schüler lernen analytische Nachweisreaktionen auf Barium-Ionen kennen und stellen die entsprechenden Reaktionsgleichungen auf.

Instrumentarium 3 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasgestell, Glasstab

Chemikalien Bariumchloridlösung 1 n, Natriumkarbonatlösung 10%ig, Schwefelsäure verd., Kaliumchromatlösung 1 n

Durchführung Zu je 10 Tropfen 1 n Bariumchloridlösung gibt man in 3 Halbmikro-Reagenzgläser 5 Tropfen verdünnte Schwefelsäure, 5 Tropfen 10%ige Natriumkarbonatlösung und 5 Tropfen 1 n Kaliumchromatlösung.

Ergebnis Barium-Ionen bilden mit Sulfat-, Karbonat- oder Chromat-Ionen Niederschläge:

$$BaCl_2 + H_2SO_4 \rightarrow BaSO_4\downarrow + 2HCl$$
$$Ba^{2+} + SO_4^{2-} \rightarrow BaSO_4\downarrow$$
$$BaCl_2 + Na_2CO_3 \rightarrow BaCO_3\downarrow + 2NaCl$$
$$Ba^{2+} + CO_3^{2-} \rightarrow BaCO_3\downarrow$$
$$BaCl_2 + K_2CrO_4 \rightarrow BaCrO_4\downarrow + 2KCl$$
$$Ba^{2+} + CrO_4^{2-} \rightarrow BaCrO_4\downarrow$$

Reaktion von Erdalkalimetallen mit Wasser 21

Zielstellung Die Schüler erkennen, daß Magnesium und Kalzium mit Wasser reagieren.

Bemerkungen Kalziumspäne werden unter Benzol aufbewahrt. An der Luft würden sich schnell Kalziumoxid und Kalziumkarbonat bilden.

Instrumentarium Apparat 5, Stativ mit Klemme und Muffe, 2 Halbmikro-Reagenzgläser mit Stopfen, Spatel, Brenner

Chemikalien Magnesium pulv. extrafein, Kalziumspäne, destilliertes Wasser

Durchführung Apparat 5 wird an einem Stativ befestigt. Dann versetzt man darin eine Spatelspitze extrafeines Magnesiumpulver mit 20 Tropfen destilliertem Wasser. Die Lösung wird bis zum Sieden erhitzt. Nachdem die Luft aus dem Apparat verdrängt ist, fängt man das entweichende Gas pneumatisch in einem Halbmikro-Reagenzglas auf.
Der gleiche Versuch wird mit einer Spatelspitze Kalziumspänen und 20 Tropfen Wasser ausgeführt. Das Gas wird auf Brennbarkeit geprüft.

Ergebnis Sehr feines Magnesiumpulver reagiert in der Hitze mit dem Wasser. Im Apparat 5 ist deutlich eine Gasentwicklung zu beobachten. Es entweicht Wasserstoff. Die Mengen reichen zum Nachweis durch die Brennprobe nicht aus.

$$Mg + H_2O \rightarrow MgO + H_2\uparrow$$

Kalzium reagiert bereits bei Raumtemperatur und besonders in der Hitze lebhaft mit Wasser. Es entweicht Wasserstoff, der durch die Brennprobe nachgewiesen wird:

$$Ca + H_2O \rightarrow Ca(OH)_2 + H_2\uparrow$$

Das Kalziumhydroxid scheidet sich teilweise in Form von weißen Flocken ab.

Löslichkeit und Reaktion von Erdalkalimetalloxiden mit Wasser 22

Zielstellung Die Schüler weisen die Basenbildung aus Metalloxid und Wasser nach. Sie erkennen bestimmte Gruppeneigenschaften der Erdalkalimetalle.

Bemerkungen Die Oxide nehmen im Laufe der Zeit Kohlendioxid aus der Luft auf und bilden Karbonate. Für die Experimente sollten frisch geglühte Oxide verwendet werden.

Instrumentarium 3 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasgestell, Halbmikro-Tropfer, Spatel

Chemikalien Kalziumoxid, Bariumoxid, Magnesiumoxid, destilliertes Wasser, Indikator M (oder Unitestpapier)

Durchführung In 3 Halbmikro-Reagenzgläser gibt man zu je einer kleinen Spatelspitze Magnesiumoxid, Kalziumoxid und Bariumoxid jeweils 20 Tropfen destilliertes Wasser, rührt gut um und fügt dann jeder Lösung einen Tropfen Indikator M hinzu.

Ergebnis Alle Lösungen reagieren basisch. Die Löslichkeit und die Stärke der Basen nehmen in der Reihenfolge Magnesiumhydroxid, Kalziumhydroxid und Bariumhydroxid zu.

Zielstellung — Die Schüler sollen die starke Wärmeentwicklung bei der Reaktion von Kalziumoxid mit Wasser erkennen.

Bemerkungen — Man verwendet Kalziumoxid, das etwa 15 min bei einer Temperatur von 900··· 1000 °C geglüht wurde.

Instrumentarium a — Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Spatel, Pinzette

Chemikalien a — Kalziumoxid, Wasser

Durchführung a — Ein Spatel Kalziumoxid wird in einem Halbmikro-Reagenzglas mit 15 Tropfen Wasser versetzt. Nach dem Umschütteln wird das Glas auf den Handrücken gestellt.

Ergebnis a — Bei der Reaktion von Kalziumoxid mit Wasser wird Wärme frei (15 kcal je Mol):

$$CaO + H_2O \rightarrow Ca(OH)_2$$

Instrumentarium b — Thermoskop, Spatel, Halbmikro-Tropfer, Fettstift

Chemikalien b — ↗ Chemikalien a

Durchführung b — In das Reaktionsgefäß eines Thermoskops (Abb. 66) gibt man einen Spatel Kalziumoxid, markiert mit Fettstift den Wasserstand des Manometers und läßt dann 15 Tropfen Wasser auf das Oxid einwirken.

Ergebnis b — ↗ Ergebnis a

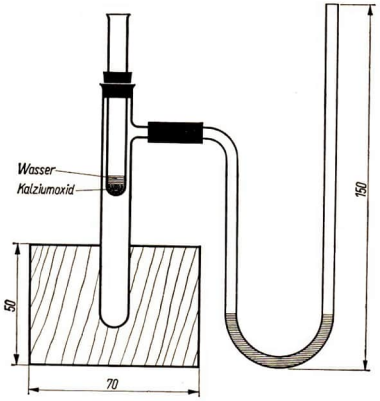


Abb. 66 Thermoskop

Reaktion der Erdalkalimetallhydroxide mit Kohlendioxid 24

Zielstellung Die Einwirkung des Kohlendioxids der Luft auf Kalziumhydroxidlösung und auf Bariumhydroxidlösung wird untersucht.

Instrumentarium 2 Uhrglasschalen

Chemikalien Kalziumhydroxidlösung (Kalkwasser), Bariumhydroxidlösung (Barytwasser), Salzsäure verd.

Durchführung Je 3 Tropfen etwa gleichkonzentrierter Kalziumhydroxid- und Bariumhydroxidlösung läßt man auf 2 Uhrglasschalen einige Minuten an der Luft stehen. Dann gibt man zu beiden Lösungen je 2 Tropfen verdünnte Salzsäure.

Ergebnis In der Bariumhydroxidlösung bildet sich schneller ein weißer Niederschlag aus Bariumkarbonat als in der Kalziumhydroxidlösung. Bariumkarbonat ist schwerer löslich als Kalziumkarbonat. Die Löslichkeit der Erdalkalimetallkarbonate nimmt mit steigender Atommasse der Erdalkalimetalle ab.

Vergleich der Löslichkeit der Erdalkalimetallsulfate 25

Zielstellung Die Abnahme der Löslichkeit von Erdalkalimetallsulfaten mit steigender Ordnungszahl der Erdalkalimetalle wird nachgewiesen.

Instrumentarium 6 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasgestell, Spatel, 2 Halbmikro-Tropfer, Brenner

Chemikalien Magnesiumsulfat, Kalziumsulfat, Strontiumsulfat, Kalziumchloridlösung, Strontiumchloridlösung, Bariumchloridlösung, destilliertes Wasser

Durchführung In 3 Halbmikro-Reagenzgläser werden jeweils eine Spatelspitze Magnesiumsulfat, Kalziumsulfat und Strontiumsulfat gegeben und 15···20 Tropfen destilliertes Wasser hinzugefügt. Die Gläser werden bis zum Sieden der Lösung erhitzt, dann läßt man langsam abkühlen. Mit jeweils einem Tropfer wird die überstehende Lösung von dem Bodensatz des zweiten und dritten Glases abgetrennt und in andere Reagenzgläser übertragen. Es werden nun in die Lösung des Magnesiumsulfats 2 Tropfen Kalziumchloridlösung, in die Lösung des Kalziumsulfats 2 Tropfen Strontiumchloridlösung und in die Lösung des Strontiumsulfats 2 Tropfen Bariumchloridlösung gegeben.

Ergebnis Magnesiumsulfat ist in Wasser bei Raumtemperatur vollständig löslich. Durch das Erwärmen und das nachfolgende Abkühlen entstehen gesättigte Lösungen von Kalziumsulfat und Strontiumsulfat. Eine Verminderung des Bodenkörpers ist nicht zu bemerken. Durch Zugabe von Ionen des in der Gruppe des Periodensystems der Elemente nachfolgenden Elementes tritt eine Fällung des betreffenden Sulfates ein, da dessen Löslichkeit merklich geringer ist:

$$Mg^{2+} + SO_4^{2-} + Ca^{2+} \rightarrow CaSO_4\downarrow + Mg^{2+}$$

$$Ca^{2+} + SO_4^{2-} + Sr^{2+} \rightarrow SrSO_4\downarrow + Ca^{2+}$$

$$Sr^{2+} + SO_4^{2-} + Ba^{2+} \rightarrow BaSO_4\downarrow + Sr^{2+}$$

Darstellung von Kalziumhydrogenkarbonat 26

Zielstellung

Die Schüler fällen aus Kalziumhydroxidlösung Kalziumkarbonat aus und weisen nach, daß sich der Niederschlag bei längerer Einwirkung von Kohlendioxid löst.

Instrumentarium

Apparat 2, Apparat 6, 2 Reagenzglasständer, Spatel, Aktivkohleadsorptionsrohr

Chemikalien

Kalziumkarbonat, Salzsäure verd., Kalziumhydroxidlösung (Kalkwasser)

Durchführung

Auf einen Spatel Kalziumkarbonat tropft man im Apparat 2 verdünnte Salzsäure. Das entweichende Gas wird in den zur Hälfte mit Kalziumhydroxidlösung gefüllten Apparat 6 eingeleitet. An das seitliche Ansatzrohr des Apparates 6 wird ein Aktivkohleadsorptionsrohr angeschlossen (↗ Abb. 71, S. 87).

Ergebnis

Durch Einwirkung verdünnter Salzsäure auf Kalziumkarbonat entsteht Kohlendioxid:

$$CaCO_3 + 2HCl \rightarrow CaCl_2 + H_2CO_3$$
$$H_2CO_3 \rightarrow H_2O + CO_2\uparrow$$

Das Kohlendioxid als Anhydrid der Kohlensäure reagiert mit dem Kalziumhydroxid. Dabei entsteht ein Niederschlag:

$$Ca(OH)_2 + CO_2 \rightarrow CaCO_3\downarrow + H_2O$$

Der Niederschlag löst sich bei längerem Einleiten von Kohlendioxid wieder:

$$CaCO_3 + CO_2 + H_2O \rightarrow Ca(HCO_3)_2$$

Es entsteht Kalziumhydrogenkarbonat.

Zersetzen des Kalziumhydrogenkarbonats durch Erhitzen 27

Zielstellung

Das Entstehen von Kesselstein und die Beseitigung der temporären Härte des Wassers durch Erhitzen werden experimentell bewiesen und theoretisch erklärt.

Instrumentarium

Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglashalter, Reagenzglasständer, Glasstab, Halbmikro-Tropfer, Brenner

Chemikalien

Kalziumhydrogenkarbonatlösung

Durchführung

Kalziumhydrogenkarbonatlösung (z. B. aus Versuch 26) wird in ein Halbmikro-Reagenzglas gegeben und 2···3 min im leichten Sieden gehalten. Ein Glasstab verhindert den Siedeverzug!

Ergebnis

Aus Kalziumhydrogenkarbonatlösung fällt beim Erhitzen ein Niederschlag aus:

$$Ca(HCO_3)_2 \rightarrow CaCO_3\downarrow + H_2O + CO_2$$

Kalziumhydrogenkarbonat ist im Leitungswasser vorhanden. Zusammen mit anderen Verbindungen verursacht es die temporäre Härte des Wassers. Beim Erhitzen fällt Kalziumkarbonat (Kesselstein) aus.

Enthärtung des Wassers nach dem Kalk-Soda-Verfahren 28

Zielstellung

Die Schüler sollen ein weiteres Verfahren zur Enthärtung des Wassers kennenlernen. Sie erarbeiten und formulieren die entsprechenden Reaktionsgleichungen.

Instrumentarium

4 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasgestell, 2 Filterröhrchen, Halbmikro-Tropfer, Tamponträger

Chemikalien

Kalziumhydrogenkarbonatlösung, Kalziumhydroxidlösung, destilliertes Wasser, alkoholische Seifenlösung, Watte, Natriumkarbonatlösung 10%ig

Durchführung

10 Tropfen Kalziumhydrogenkarbonatlösung werden mit 10 Tropfen Kalziumhydroxidlösung versetzt. Die Lösung wird in einen Halbmikro-Tropfer aufgenommen, in ein Filterröhrchen übertragen und filtriert. Zu der klaren Lösung gibt man 5 Tropfen 10%ige Natriumkarbonatlösung und filtriert noch einmal. Das Filtrat wird mit 5 Tropfen 0,5%iger alkoholischer Seifenlösung kräftig geschüttelt.

Ergebnis

Hartes Wasser (Kalziumhydrogenkarbonatlösung) bildet mit Kalziumhydroxidlösung einen Niederschlag:

$$Ca(HCO_3)_2 + Ca(OH)_2 \rightarrow 2CaCO_3\downarrow + 2H_2O$$

$$Ca^{2+} + 2HCO_3^- + Ca^{2+} + 2OH^- \rightarrow 2CaCO_3\downarrow + 2H_2O$$

$$HCO_3^- \rightarrow H^+ + CO_3^{2-}$$

Die Kalzium-Ionen werden dadurch zum größten Teil aus der Lösung entfernt. Überschüssige Kalzium-Ionen werden durch Zugabe der Natriumkarbonatlösung ausgefällt:

$$Ca(OH)_2 + Na_2CO_3 \rightarrow CaCO_3\downarrow + 2NaOH$$

$$Ca^{2+} + CO_3^{2-} \rightarrow CaCO_3\downarrow$$

Das so enthärtete Wasser bildet mit Seifenlösung einen guten Schaum. Die Lösung bleibt klar.

Enthärten des Wassers durch Ionenaustauscher 29

Zielstellung

Die Schüler sollen die Funktionsweise eines Kationenaustauschers kennenlernen. Die Bedeutung der Ionenaustauscher für die Analytik und die Technik wird erarbeitet.

Bemerkungen

Es müssen folgende vorbereitende Arbeiten ausgeführt werden: In das Ionenaustauscherrohr (Abb. 67) wird etwas Glaswolle bis zur Verengung mit einem Glasstab leicht eingedrückt. *Vorsicht!* Glaswolle nicht mit den Fingern, sondern nur mit der Pinzette anfassen! Die Ionenaustauschmasse des Kationenaustauschers Wofatit F wird in einem Becherglas mit destilliertem Wasser vorgequollen. Die Aufschlämmung gießt man bis etwa zur Höhe des seitlichen Abflusses in das Ionenaustauscherrohr. Zwischen den Körnern dürfen keine Luftblasen verbleiben. Dann gibt man 5 ml verdünnte Salzsäure (Konzentration nicht größer als 3 n) hinzu und läßt die Austauschmasse damit 3···4 min stehen. Anschließend wird mit destilliertem Wasser so lange ausgewaschen, bis die abfließende Flüssigkeit neutral reagiert. Der Ionenaustauscher ist damit gebrauchsfertig.

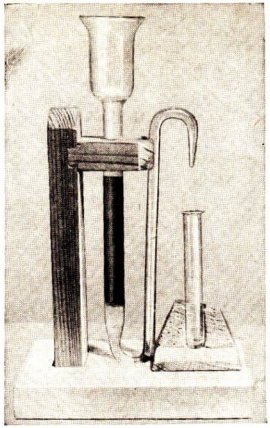


Abb. 67 Ionenaustauscherrohr im Holzgestell

Die Austauschermasse kann folgendermaßen regeneriert werden: Man läßt 5 ml verdünnte Salzsäure portionsweise langsam durch das Ionenaustauscherrohr fließen. Bei Nichtgebrauch bleibt sie unter der verdünnten Salzsäure stehen. Das Austauscherrohr selbst darf nicht austrocknen. Es wird mit einem Gummistopfen verschlossen. Vor dem erneuten Gebrauch muß nur noch gewaschen werden.

Instrumentarium Ionenaustauscherrohr, Pinzette, Glasstab, Becherglas, 5 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasgestell

Chemikalien Wofatit F, Glaswolle, destilliertes Wasser, Kalziumhydrogenkarbonatlösung, Natriumäthandiat-(Natriumoxalat-)lösung, Salzsäure verd., alkoholische Seifenlösung, Unitestpapier, Ammoniaklösung konz.

Durchführung Auf die vorbereitete Ionenaustauschermasse läßt man 2 ··· 3 ml Kalziumhydrogenkarbonatlösung (hartes Wasser) langsam auftropfen und spült mit der gleichen Menge destilliertem Wasser nach. Die abtropfende Flüssigkeit wird in einem Halbmikro-Reagenzglas aufgefangen.
Zu einer Hälfte dieser Flüssigkeit gibt man 10 Tropfen Natriumäthandiatlösung (oder Äthandisäurelösung). Die andere Hälfte der Flüssigkeit wird mit 10 Tropfen alkoholischer Seifenlösung versetzt und geschüttelt. (Mit der zugegebenen Kalziumhydrogenkarbonatlösung sind Vergleichsreaktionen auszuführen!)
Die Austauschermasse wird mit 3 ml destilliertem Wasser gewaschen. Das Waschwasser wird verworfen. Dann gibt man 2 ··· 3 ml verdünnte Salzsäure hinzu, verwirft die ersten 15 ··· 20 Tropfen und fängt die restliche abtropfende Flüssigkeit wieder auf. Mit 2 ml destilliertem Wasser wird nachgespült. Die aufgefangene Flüssigkeit macht man durch konzentrierte Ammoniaklösung schwach ammoniakalisch und versetzt sie mit 10 Tropfen Natriumäthandiatlösung.

Ergebnis

Der Ionenaustauscher Wofatit F enthärtet hartes Wasser. In der abfließenden Flüssigkeit sind keine Kalzium-Ionen nachweisbar. Die Austauschreaktion kann schematisch formuliert werden:

$$(H_2\text{-Wofatit}) + Ca(HCO_3)_2 \rightarrow (Ca\text{-Wofatit}) \rightarrow 2CO_2 + 2H_2O$$

Das enthärtete Wasser bildet mit Seifenlösung einen guten Schaum. Salzsäure macht aus der Austauschermasse die gebundenen Kalzium-Ionen wieder frei:

$$(Ca\text{-Wofatit}) + 2HCl \rightarrow (H_2\text{-Wofatit}) + CaCl_2$$

Die frei gewordenen Kalzium-Ionen können mit Äthandiat-Ionen nachgewiesen werden:

$$CaCl_2 + Na_2C_2O_4 \rightarrow CaC_2O_4\downarrow + 2\,NaCl$$

Quantitative Bestimmung des Kalkgehaltes von Bodenproben 30

Zielstellung

Der Versuch soll das Prinzip der Kalkbestimmung in Böden nach Passon zeigen.

Bemerkungen

Folgende vorbereitenden Arbeiten werden ausgeführt: Die 0,5···4% Kalziumkarbonat enthaltenden Bodenproben (jeweils etwa 1 g) werden auf 0,1 g genau ausgewogen und auf Uhrglasschalen bereitgestellt. Sind Schülerhandwaagen vorhanden, kann die Wägung von den Schülern selbst vorgenommen werden.

Instrumentarium

Apparat 3, Spatel, Schülerhandwaage, Wägesatz, Meßzylinder (10 ml), Reagenzglasständer

Chemikalien

Salzsäure verd., Bodenproben lufttrocken, Natriumchloridlösung konz.

Durchführung

In das Reagenzglas des Apparates 3 wird die eingewogene Bodenprobe gegeben. Dann nimmt man in den Halbmikro-Tropfer verdünnte Salzsäure auf. Die „pneumatische Wanne" und den Meßzylinder füllt man mit konzentrierter Natriumchloridlösung. Wenn der Apparat verschlossen ist, wird der Meßzylinder in der „pneumatischen Wanne" über das Ausgleichrohr gesetzt. Jetzt läßt man die Salzsäure auf die Bodenprobe tropfen. Ist die Gasentwicklung beendet, wird das aufgefangene Gasvolumen abgelesen.

Ergebnis

Im Boden liegt Kalzium als Karbonat vor. Durch Einwirkung von Säure wird das Karbonat zersetzt. Es entweicht Kohlendioxid. Daraus läßt sich der Gehalt an Kalziumkarbonat berechnen. Bei einer Einwaage von 1 g Boden entsprechen 2,24 ml Kohlendioxid im Normzustand einem Kalziumkarbonatgehalt von einem Masseprozent.

Nachweis der Aluminium-Ionen 31

Zielstellung Die Schüler lernen eine analytische Nachweisreaktion auf Aluminium-Ionen kennen. Sie werden in die Theorie der Puffergemische eingeführt.

Instrumentarium Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Spatel, Glasstab

Chemikalien Aluminiumsulfatlösung 1 n, Ammoniumchlorid, Ammoniaklösung verd.

Durchführung 10 Tropfen Aluminiumsulfatlösung werden in einem Halbmikro-Reagenzglas mit einer Spatelspitze Ammoniumchlorid vermischt und mit verdünnter Ammoniaklösung bis zur schwach basischen Reaktion versetzt.

Ergebnis Aluminium-Ionen bilden in schwach basischer Lösung einen Niederschlag:

$$Al_2(SO_4)_3 + 6\,NH_3 \cdot H_2O \rightarrow 2\,Al(OH)_3\downarrow + 3(NH_4)_2SO_4$$

$$Al^{3+} + 3\,OH^- \rightarrow Al(OH)_3\downarrow$$

Ammoniak reagiert mit dem Wasser entsprechend den Gleichungen:

$$NH_3 + H_2O \rightleftarrows NH_3 \cdot H_2O$$

$$NH_3 \cdot H_2O \rightleftarrows NH_4^+ + OH^-$$

Wendet man auf dieses Gleichgewicht das Massenwirkungsgesetz an,

$$\frac{[NH_4^+] \cdot [OH^-]}{[NH_3 \cdot H_2O]} = K_D,$$

so erkennt man, daß die beim Lösen des Ammoniumchlorids erfolgende Zugabe von Ammonium-Ionen eine Verschiebung des Gleichgewichts in Richtung der undissoziierten Ammoniaklösung bewirkt. Die Hydroxid-Ionenkonzentration dieser Lösung ist also sehr gering. Infolge des großen Überschusses an Ammonium-Ionen würde sie sich selbst bei weiterer Zugabe von Ammoniaklösung nicht wesentlich verändern.

Amphoteres Verhalten des Aluminiums 32

Zielstellung Der Nachweis der amphoteren Eigenschaften des Aluminiumhydroxids und des Aluminiums wird erbracht, und es wird erläutert, worauf das amphotere Verhalten zurückzuführen ist.

Instrumentarium a Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Glasstab

Chemikalien a Aluminiumsulfatlösung 1 n, Natriumhydroxidlösung konz.

Durchführung a Zu 10 Tropfen Aluminiumsulfatlösung gibt man in einem Halbmikro-Reagenzglas tropfenweise 15··· 20 Tropfen konzentrierte Natriumhydroxidlösung und sorgt durch Umrühren mit einem Glasstab für eine gute Durchmischung.

Ergebnis a Aluminiumsulfat bildet mit Natriumhydroxidlösung einen Niederschlag, der sich im Überschuß der Hydroxidlösung löst:

$$Al_2(SO_4)_3 + 6NaOH \rightarrow 2\,Al(OH_3)\downarrow + 3Na_2SO_4$$

Im Aluminiumhydroxid ist die vom dreifach positiv geladenen Aluminium-Ion ausgehende Anziehungskraft auf den Sauerstoff verglichen mit den Hydroxiden der Hauptgruppenelemente der zweiten und ersten Gruppe des Periodensystems schon recht groß. Das Abdissoziieren von Hydroxid-Ionen wird dadurch erschwert. Andererseits wird der Wasserstoff im Aluminiumhydroxid nicht mehr so stark von dem Sauerstoff angezogen, so daß die vom Sauerstoff ausgehende Anziehungskraft teilweise überwunden wird. Vom Aluminiumhydroxid dissoziieren in geringem Maße Wasserstoff-Ionen ab:

$$Al(OH)_3 \rightleftarrows H^+ + H_2AlO_3^-$$

Durch Einwirkung der Natriumhydroxidlösung werden die Wasserstoff-Ionen aus dem Gleichgewicht entfernt. Das Gleichgewicht stellt sich immer von neuem ein, bis alles Aluminiumhydroxid verbraucht ist. Es bildet sich das lösliche Natrium-tetrahydroxoaluminat.

$$H^+ + H_2AlO_3^- + Na^+ + OH^- \rightarrow H_2O + Al(OH)_2ONa$$

$$H_2O + Al(OH)_2ONa \rightarrow Na[Al(OH)_4]$$

Instrumentarium b: 2 Halbmikro-Reagenzgläser, Spatel, Brenner, 2 Reagenzglasständer, Reagenzglashalter

Chemikalien b: Aluminiumgrieß, Salzsäure verd., Natriumhydroxidlösung verd.

Durchführung b: In 2 Halbmikro-Reagenzgläser gibt man je eine Spatelspitze Aluminiumgrieß. Im ersten Reagenzglas läßt man darauf 20 Tropfen Salzsäure und im zweiten Reagenzglas 20 Tropfen Natriumhydroxidlösung einwirken. Sollte die Reaktion nicht sofort einsetzen, muß man etwas erwärmen. Die Öffnungen der Reagenzgläser hält man von Zeit zu Zeit an die Flamme.

Ergebnis b: Aluminium löst sich in Säuren und in Hydroxidlösungen. In beiden Fällen entsteht dabei Wasserstoff:

$$2Al + 6HCl \rightarrow 2AlCl_3 + 3H_2\uparrow$$

$$2Al + 6H^+ \rightarrow 2Al^{3+} + 3H_2\uparrow$$

$$2Al + 2NaOH + 6H_2O \rightarrow \underset{\text{Natrium-tetrahydroxoaluminat}}{2Na[Al(OH)_4]} + 3H_2\uparrow$$

$$2Al + 2OH^- + 6H_2O \rightarrow 2[Al(OH)_4]^- + 3H_2\uparrow$$

Aluminiumsalze hydrolysieren 33

Zielstellung: Die Schüler weisen die saure Reaktion von Aluminiumsalzlösungen nach. Ihre Kenntnisse über die Hydrolyse werden gefestigt und vertieft.

Instrumentarium a: 3 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasgestell, Spatel, Halbmikro-Tropfer

Chemikalien a: Aluminiumsulfat, Aluminiumchlorid krist., Aluminiumäthanat (Aluminiumazetat), destilliertes Wasser, Indikator M, Unitestpapier

Durchführung a: In 3 Halbmikro-Reagenzgläser gibt man zu einer kleinen Spatelspitze Aluminiumsulfat, Aluminiumchlorid beziehungsweise Aluminiumäthanat jeweils 10 Tropfen destilliertes Wasser und einen Tropfen Indikator M.

Ergebnis a: Die Aluminiumsalze hydrolysieren und zeigen saure Reaktion. Aluminiumhydroxid ist eine schwache, schwer lösliche Base. Deshalb sind wäßrige Lösungen von Aluminiumsalzen oft leicht getrübt.

Instrumentarium b: 3 Uhrglasschalen, Spatel, Halbmikro-Tropfer, Glasstab, Pinzette

Chemikalien b: ↗ Chemikalien a

Durchführung b: Auf 3 Uhrglasschalen werden eine kleine Spatelspitze Aluminiumsulfat, Aluminiumchlorid beziehungsweise Aluminiumäthanat und jeweils 10 Tropfen destilliertes Wasser gegeben. Die Reaktion der Lösungen wird mit Unitestpapier geprüft.

Ergebnis b: ↗ Ergebnis a

3.2.4. Kohlenstoffgruppe

Reduktion von Metalloxiden durch Kohlenstoff 34

Zielstellung: Die Schüler reduzieren Kupfer(II)-oxid, Blei(II)-oxid und Eisen(III)-oxid durch Kohlenstoff.

Instrumentarium: 3 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasgestell, 3 Uhrglasschalen, Spatel, Pinzette, Magnet

Chemikalien: Kupfer(II)-oxid, Blei(II)-oxid, Eisen(III)-oxid, Holzkohle pulv. (Tierkohle), Salzsäure verd.

Durchführung: In 3 Halbmikro-Reagenzgläsern mischt man folgende Stoffe:
2 Spatelspitzen Kupfer(II)-oxid mit einem Spatel Holzkohlepulver, 2 Spatelspitzen Blei(II)-oxid mit einer Spatelspitze Holzkohlepulver und eine Spatelspitze Eisen(III)-oxid mit 3 Spatelspitzen Holzkohlepulver.
Die Gemische werden erhitzt. Nach beendeter Umsetzung gibt man die abgekühlten Reaktionsprodukte jeweils auf eine Uhrglasschale. Man vergleicht die Farbe und die Beschaffenheit der Reaktionsprodukte mit denen der Ausgangsstoffe. Das Reaktionsprodukt aus der dritten Mischung wird mit einem Magneten geprüft oder mit 10 Tropfen verdünnter Salzsäure versetzt.

Ergebnis: Die Oxide von Kupfer, Blei und Eisen reagieren in der Hitze mit Kohlenstoff. Es entstehen die entsprechenden Metalle. Kohlenstoff reduziert die Oxide.

Darstellung von Aktivkohle 35

Zielstellung: Es soll das Prinzip der Darstellung von Aktivkohle durch Entgasung von Holz gezeigt werden.

Instrumentarium: Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglashalter, Uhrglasschale, Spatel, Brenner

Chemikalien: Sägespäne

Durchführung: Zwei gehäufte Spatel Sägespäne werden in einem Halbmikro-Reagenzglas erhitzt. Nach Abkühlung wird das Produkt auf eine Uhrglasschale gegeben

Ergebnis

Beim Erhitzen von Sägespänen unter Luftabschluß entweichen brennbare Gase. Zurück bleibt ein Kohlenstoffgerüst.

Aktivkohle entfärbt Farbstofflösungen 36

Zielstellung

Die Schüler lernen die Adsorption von gelösten Farbstoffen durch Aktivkohle kennen.

Instrumentarium a

2 Halbmikro-Kochgläser, Ständer für Halbmikro-Kochgläser, Halbmikro-Tropfer, Spatel, Brenner

Chemikalien a

Aktivkohle gekörnt, destilliertes Wasser, Malachitgrünlösung

Durchführung a

In 2 Halbmikro-Kochgläser werden je 5 Halbmikro-Tropfer destilliertes Wasser und ein Halbmikro-Tropfer Malachitgrünlösung eingefüllt. Einer dieser Lösungen gibt man 8 ··· 10 Körnchen Aktivkohle zu und erwärmt diese Lösung ein wenig. Nach einigen Minuten wird die Färbung mit der Lösung im anderen Halbmikro-Kochglas verglichen.

Ergebnis a

Aus der Aktivkohle entweichen längere Zeit viele kleine Gasblasen. Der Farbstoff der Lösung wird von der Aktivkohle vollständig adsorbiert.

Instrumentarium b

Halbmikro-Reagenzglas, Halbmikro-Tropfer, Reagenzglasständer, Filterröhrchen, Gummidoppelgebläse, Spatel, Glasstab, Tamponträger, Freiberger Mörser mit Pistill

Chemikalien b

↗ Chemikalien a, Watte

Durchführung b

In ein Filterröhrchen wird ein kleiner (!) Wattebausch locker bis zur Verengung eingeführt. Darüber bringt man eine etwa 2,5 cm hohe Schicht Aktivkohlepulver. Mit destilliertem Wasser wird die Aktivkohle gründlich angefeuchtet. Das überschüssige Wasser wird mit dem Gummidoppelgebläse abgepreßt. Nun werden zwei Halbmikro-Tropfer Malachitgrünlösung auf die Aktivkohlesäule gegeben. Die Lösung wird langsam durchgedrückt.

Ergebnis b

Die Farbstofflösung wird vollständig entfärbt.

Aktivkohle adsorbiert in Wasser gelöste Gase 37

Zielstellung

Die Schüler weisen die Adsorption von in Wasser gelöstem Brom und Schwefelwasserstoff durch Aktivkohle nach.

Instrumentarium

2 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasständer, Spatel, Glasstab

Chemikalien

Aktivkohle pulv., Bromwasser, Schwefelwasserstoffwasser

Durchführung

Zu 15··· 20 Tropfen Bromwasser sowie der gleichen Menge Schwefelwasserstoffwasser gibt man in Halbmikro-Reagenzgläsern jeweils eine Spatelspitze Aktivkohlepulver und durchmischt gut mit einem Glasstab. Nach dem Absetzen stellt man Farbe und Geruch der Lösungen im Vergleich zu den Ausgangsstoffen fest.

Ergebnis

Brom und Schwefelwasserstoff werden in ihren wäßrigen Lösungen durch Aktivkohle adsorbiert.

Reduktion von Kohlendioxid durch Kohlenstoff 38

Zielstellung Die Schüler reduzieren Kohlendioxid mit Kohlenstoff und weisen die Brennbarkeit des entstandenen Kohlenmonoxids nach.

Bemerkungen *Vorsicht!* Kohlenmonoxid ist sehr giftig!

Instrumentarium Apparat 1, Verbrennungsrohr, Ausgleichrohr, Kristallisierschale als pneumatische Wanne, Halbmikro-Reagenzglas mit Stopfen, Brenner, Halbmikro-Tropfer, Freiberger Mörser mit Pistill

Chemikalien Kalziumkarbonat gekörnt (Marmor), Salzsäure verd., Aktivkohle gekörnt

Durchführung Im Apparat 1 wird aus Kalziumkarbonat und Salzsäure Kohlendioxid entwickelt. Das seitliche Ansatzrohr wird mit einem Verbrennungsrohr verbunden, das pulverisierte Aktivkohle enthält. Hieran schließt man ein nach unten gerichtetes Ausgleichrohr an und taucht es in eine „pneumatische Wanne" ein. Zunächst wird die gesamte Apparatur mit Kohlendioxid gefüllt, dann die Aktivkohle mit dem Brenner kräftig erhitzt. Anschließend entwickelt man im Apparat 1 erneut Kohlendioxid, fängt das aus der Apparatur entweichende Gas pneumatisch in einem Halbmikro-Reagenzglas auf und prüft es auf Brennbarkeit.

Ergebnis Aus Kohlendioxid und Kohlenstoff entsteht in der Hitze ein brennbares Gas:

$$CO_2 + C \rightarrow 2CO$$

Kohlendioxid wird durch Kohlenstoff bei Temperaturen zwischen 600 °C und 900 °C zu Kohlenmonoxid reduziert.

Darstellung und Eigenschaften von Kohlenmonoxid 39

Zielstellung Die Schüler lernen die Darstellung von Kohlenmonoxid aus Methansäure und Schwefelsäure kennen und weisen das entstandene Kohlenmonoxid nach.

Bemerkungen *Vorsicht!* Kohlenmonoxid ist sehr giftig!

Instrumentarium Apparat 3, Erlenmeyerkolben mit Stopfen, Brenner, Reagenzglasständer

Chemikalien Methansäure (Ameisensäure) konz., Schwefelsäure konz., Bariumhydroxidlösung

Durchführung In den Apparat 3 werden etwa 20 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure gegeben. Den Halbmikro-Tropfer füllt man mit konzentrierter Methansäure. Vor und während der Versuchsdurchführung stellt man durch Befühlen die Temperatur des Apparates fest. Zuerst tropft man 2···3 Tropfen Methansäure in die Schwefelsäure und wartet die beginnende Reaktion ab, dann setzt man nur noch einzelne Tropfen hinzu und fängt das entweichende Gas in einem Erlenmeyerkolben auf. Der Erlenmeyerkolben wird unter Wasser verschlossen. Dann entzündet man das Gas und spült anschließend den Erlenmeyerkolben mit 10 Tropfen Bariumhydroxidlösung aus.

Ergebnis Beim Zutropfen von Methansäure zu Schwefelsäure ist eine Erwärmung festzustellen. Ist das Gemisch genügend erhitzt, entwickelt sich ein Gas, das mit bläulicher Flamme verbrennt. Dabei entsteht Kohlendioxid,

das mit Bariumhydroxidlösung nachgewiesen wird. Aus Schwefelsäure und Methansäure ist Kohlenmonoxid entstanden:

$$HCOOH \xrightarrow{H_2SO_4} H_2O + CO\uparrow$$

Darstellung von Wasserglas **40**

Zielstellung

Der Versuch soll die Darstellung von Natriumsilikat aus Siliziumdioxid und Natriumhydroxidlösung und den Nachweis des Reaktionsproduktes zeigen.

Instrumentarium

2 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasständer, Halbmikro-Tropfer, Spatel, Freiberger Mörser mit Pistill, Reagenzglashalter, Brenner

Chemikalien

Seesand, Natriumhydroxidlösung konz., Salzsäure konz., Indikator M

Durchführung

In einem Halbmikro-Reagenzglas wird eine Spatelspitze feingepulverter Seesand (besser gefällte Kieselsäure oder Trockengel) mit 10 Tropfen konzentrierter Natriumhydroxidlösung versetzt. Über kleiner Flamme dampft man bis zur Trockne ein, läßt etwas abkühlen, versetzt dann das Produkt mit 10 Tropfen konzentrierter Natriumhydroxidlösung und läßt alles absetzen.
Nun wird die überstehende klare Lösung in einen Halbmikro-Tropfer aufgenommen und in ein anderes Reagenzglas übertragen. Man gibt dann einen Tropfen Indikator M zu und säuert mit konzentrierter Salzsäure an.

Ergebnis

Ein Teil des Siliziumdioxids hat sich in Natriumhydroxidlösung unter Bildung von Natriumsilikat aufgelöst:

$$2NaOH + SiO_2 \rightarrow Na_2SiO_3 + H_2O$$

Beim Ansäuern der Lösung fällt freie Kieselsäure wieder aus, die sich sofort unter teilweiser Wasserabspaltung zu höheren Kieselsäuren zusammenlagert.

Kieselsäure ist eine schwache Säure **41**

Zielstellung

Die Schüler sollen erkennen, daß Kieselsäure eine schwache Säure ist und sogar von Kohlensäure aus ihren Salzen verdrängt werden kann.

Bemerkungen

Alle Glasgeräte, die mit Natriumsilikatlösung in Berührung gekommen sind, müssen nach dem Versuch sofort gesäubert werden.

Instrumentarium

2 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasständer, Apparat 1, Gaseinleitungsrohr, Glasstab

Chemikalien

Natriumsilikatlösung 7° Bé, Salzsäure verd., Kalziumkarbonat granuliert, Natriumhydroxidlösung verd.

Durchführung

20 Tropfen Natriumsilikatlösung werden in einem Halbmikro-Reagenzglas mit 5 Tropfen verdünnter Salzsäure überschichtet. Nach etwa 10 s kann das Reagenzglas über dem Behälter für Abfälle umgedreht werden. Jetzt werden etwa 15 Tropfen verdünnte Natriumhydroxidlösung zugegeben. Dann wird die Lösung gut durchmischt.
Im Apparat 1 wird aus granuliertem Kalziumkarbonat und verdünnter

Salzsäure Kohlendioxid hergestellt. Das Kohlendioxid drückt man durch ein Gaseinleitungsrohr in ein mit 30 Tropfen Natriumsilikatlösung gefülltes Halbmikro-Reagenzglas.

Ergebnis

Bei Einwirkung von Salzsäure und Kohlensäure auf wäßrige Lösungen von Silikaten scheidet sich Kieselsäure ab, die sich sofort unter teilweisem Wasseraustritt zu höhermolekularen Verbindungen zusammenlagert. Diese bilden eine feste Schicht an der Grenzfläche zur Säure.

Wasserglas als Flammenschutzmittel 42

Zielstellung

Die Schüler sollen die feuerhemmende Wirkung von Wasserglasanstrichen erkennen.

Instrumentarium

Uhrglasschale, Pinzette, Brenner, Spatel, Rundfilter

Chemikalien

Natriumsilikatlösung 7° Bé (Wasserglas)

Durchführung

Ein Rundfilter wird auf einer Uhrglasschale zur Hälfte mit etwa 15 Tropfen Wasserglaslösung befeuchtet. Mit einem Spatel verteilt man die Flüssigkeit gleichmäßig auf der Hälfte des Papiers. Anschließend wird das Blatt etwa 10 cm über einer kleinen Brennerflamme vorsichtig getrocknet. Dabei wird laufend bewegt. Dann hält man das Filter mit der Pinzette in die Flamme.

Ergebnis

Der hohe Kohlendioxidgehalt der Brennerabgase beschleunigt die Ausscheidung von Kieselsäure aus dem Wasserglas. Auf dem Papier und in dessen Poren bildet sich eine harte Kruste aus. Beim Abbrennen verbrennt der nicht getränkte Teil des Filters, auf der anderen Hälfte sind nur Verkohlungserscheinungen zu erkennen.

Entwässern von Kieselgel 43

Zielstellung

Der Versuch soll zeigen, daß Kieselsäure beim Erhitzen Wasser abspaltet und in Siliziumdioxid übergeht.

Instrumentarium

Freiberger Mörser mit Pistill, Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglashalter, Brenner, Spatel

Chemikalien

Trockengel (Blaugel)

Durchführung

2··· 3 Stück Trockengel werden im Freiberger Mörser zerkleinert. Dabei ist auf die Duktilität zu achten. Anschließend wird das Pulver zwischen den Fingern zerrieben.
2··· 3 weitere Stücke Trockengel werden in einem Halbmikro-Reagenzglas in der Brennerflamme kräftig erhitzt, bis keine Veränderung mehr festzustellen ist. Das Produkt wird wiederum in den Freiberger Mörser gegeben. Dann führt man die oben angegebene Probe durch.

Ergebnis

Trockengel besteht im wesentlichen aus einer Dikieselsäure H_2SiO_5, der das adsorptiv gebundene Wasser weitgehend entzogen worden ist. Beim Erhitzen über 150 °C spaltet Trockengel Wasser ab und bildet ein Produkt der Zusammensetzung $(SiO_2)_x$. Bei der Reibeprobe verhält sich das Produkt wie Sand.

Zielstellung

Der Versuch soll zeigen, daß Fensterglas und Thüringer Glas im Gegensatz zu Jenaer Glassorten wasserlösliche Bestandteile enthalten. Darauf kann man nach Prüfung mit Phenolphthalein schließen.

Bemerkungen

Die Glaspulver werden aus Glasbruch (Rohre, Geräte, Flaschen) der entsprechenden Sorten durch Zerstoßen und Zerreiben in der Reibschale hergestellt. Zum Schutz gegen Glassplitter wird eine Schutzbrille getragen. Ferner empfiehlt es sich, die Reibschale abzudecken. Hierzu wird ein entsprechend großes Rundfilter oder ein Blatt Papier in der Mitte gelocht und der Griff des Pistills durchgesteckt.

Instrumentarium

3 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasgestell, Reagenzglashalter, Halbmikro-Tropfer, Spatel, Brenner

Chemikalien

Glaspulver (Fensterglas oder Thüringer Glas), Glaspulver (Jenaer Glas), Phenolphthaleinlösung, destilliertes Wasser

Durchführung

In 3 gut gereinigte Halbmikro-Reagenzgläser werden je 30 Tropfen destilliertes Wasser und 3 Tropfen Phenolphthaleinlösung gegeben. Das erste Glas dient als Vergleichsprobe, in das zweite Glas gibt man einen halben Spatel pulverisiertes Fensterglas oder Thüringer Glas und in das dritte die gleiche Menge pulverisiertes Jenaer Glas. Die dritte Probe wird in einer Brennerflamme erwärmt.

Ergebnis

Die Vergleichsprobe bleibt farblos. Sofort nach Zugabe von Fensterglas oder Thüringer Glas bildet sich an der Grenzschicht zwischen der Lösung und dem Glaspulver eine intensiv rote Farbe. Das untersuchte Jenaer Glas erzeugt nur eine schwache Rötung, die auch beim Erhitzen nicht stärker wird.
Fensterglas und Thüringer Glas enthalten wasserlösliches Natriumsilikat beziehungsweise Kaliumsilikat. Durch Hydrolyse reagiert die Lösung alkalisch.
In den Jenaer Glassorten sind Natrium und Kalium weitgehend durch zwei- und dreiwertige Metalle ersetzt, die wasserunlösliche Silikate bilden.

3.2.5. Stickstoffgruppe

Darstellung von Ammoniak aus den Elementen 45

Zielstellung

Schülerarbeitsgruppen von je 3··· 4 Schülern stellen im wiederholenden und übenden Schülerübungsexperiment Ammoniak aus den Elementen dar.

Bemerkungen

Beim entwickelnden Erarbeiten sollte Ammoniak mit den Geräten der Makrotechnik im Demonstrationsexperiment dargestellt werden. Die halbmikrotechnische Versuchsdurchführung eignet sich mehr für einen Einsatz als wiederholendes und übendes Schülerübungsexperiment. Da es sich um ein besonders schwieriges — aber auch sehr eindrucksvolles — Experiment handelt, wird es im Unterschied zu den anderen halbmikrotechnischen Experimenten nicht von jedem Schüler selbständig durchgeführt.
Nachteilig wirken der relativ hohe Zeitaufwand, der für die Darstellung der Ausgangsstoffe erforderlich ist, und die Tatsache, daß die Reaktionsgleichung der Stickstoffdarstellung für Schüler dieser Klassenstufe (Klasse 9)

zu schwierig ist. Diese Art der Stickstoffdarstellung wurde dennoch gewählt, weil sie für die Schüler am ungefährlichsten ist.
Vor der eigentlichen Versuchsdurchführung müssen die folgenden Vorarbeiten durchgeführt werden.
Darstellung von Stickstoff: Im Apparat 14 werden 3 reichliche Spatel Kohlensäurediamid (Harnstoff) mit 3···4 ml verdünnter Äthansäure (Essigsäure) angesäuert. Der Halbmikro-Tropfer wird mit konzentrierter Natriumnitritlösung gefüllt. Die Kohlensäurediamidlösung erhitzt man nicht ganz bis zum Sieden und tropft dann die Natriumnitritlösung langsam zu. Nachdem die Luft aus dem Apparat verdrängt ist, wird das Winkelrohr des Apparates 14 mit einer 500-ml-Gasmeßglocke verbunden. Diese Gasmeßglocke wird zu einem Viertel mit dem entstehenden Stickstoff gefüllt.
Darstellung von Wasserstoff: Der Wasserstoff wird am besten aus Zink und Salzsäure in einem Kippschen Apparat hergestellt. Vor dem Füllen der Gasmeßglocke läßt man den Wasserstoff in ein Reagenzglas einströmen und führt die Knallgasprobe aus. *Vorsicht!* Wasserstoff-Luft-Gemische sind hochexplosiv! Erst wenn die Knallgasprobe negativ ausfällt, wird dem Stickstoff in der Gasmeßglocke Wasserstoff im Verhältnis 3:1 zugegeben. Der Wasserstoff kann auch wie der Stickstoff im Apparat 14 erzeugt werden. Dazu ist jedoch mehr Zeit erforderlich.
Darstellung des Katalysators: Der Katalysator wird aus vorsichtig zerkleinerten Zereisen-Zündsteinen durch Verreiben mit Asbestwolle hergestellt. Das Zerkleinern erfolgt am besten im sogenannten Diamantmörser. Die Zündsteine dürfen beim Zerkleinern nicht oxydieren, da sie sonst unwirksam werden!

Instrumentarium: Gasmeßglocke (500 ml), Apparat 14, 2 Gasableitungsrohre, Verbrennungsrohr, Apparat 6, Reagenzglasständer, Winkelrohr, Halbmikro-Reagenzglas, Brenner

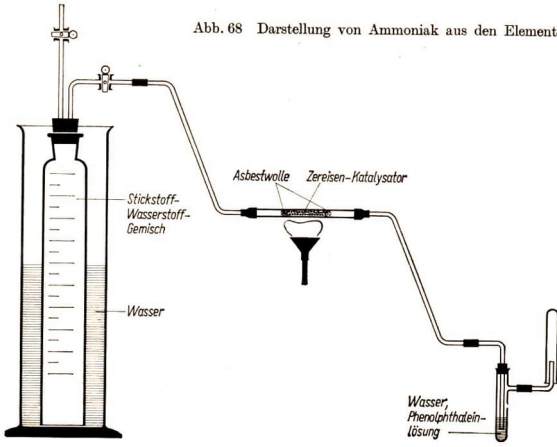


Abb. 68 Darstellung von Ammoniak aus den Elementen

Chemikalien: Kohlensäurediamid (Harnstoff), Natriumnitrit, Wasser, Zink, Salzsäure konz., Zereisen-Katalysator, Phenolphthaleinlösung

Durchführung: An die mit dem Stickstoff-Wasserstoff-Gemisch gefüllte Gasmeßglocke wird über ein Gasableitungsrohr ein Verbrennungsrohr angeschlossen, in dem sich eine 4···5 cm breite, lockere Katalysatorschicht befindet. Das Verbrennungsrohr verbindet man über ein weiteres Gasableitungsrohr mit dem Apparat 6 (Abb. 68). Der Apparat 6 enthält 10 Tropfen Wasser und 5 Tropfen Phenolphthaleinlösung. An seinem seitlichen Ansatzrohr befindet sich ein nach oben gerichtetes Winkelrohr, über das ein Halbmikro-Reagenzglas gestülpt ist.
Das Stickstoff-Wasserstoff-Gemisch wird langsam durch die Apparatur hindurchgedrückt. Wenn die Knallgasprobe negativ ausfällt, erhitzt man den Katalysator mit der Flamme eines Brenners.

Ergebnis: Nach etwa 5 min färbt sich die Phenolphthaleinlösung intensiv rot. Aus Stickstoff und Wasserstoff ist unter der Katalysatorwirkung des Zereisens Ammoniak entstanden:

$$N_2 + 3H_2 \rightleftarrows 2NH_3$$

Analyse von Ammoniak (qualitativ) 46

Zielstellung: Der Versuch soll zeigen, daß Ammoniak eine Verbindung von Stickstoff und Wasserstoff ist.

Instrumentarium: Apparat 2, Verbrennungsrohr, Apparat 7, 2 Reagenzglasständer, Glasstab, Spatel, Brenner, Holzspan

Chemikalien: Natriumhydroxid, Ammoniumchloridlösung gesättigt, Kupfer(II)-oxid pulv., Kupfer(II)-sulfat wasserfrei, Wasser

Durchführung: In den Apparat 2 werden 2 Spatel Natriumhydroxid gegeben. Der Halbmikro-Tropfer wird mit gesättigter Ammoniumchloridlösung gefüllt. In ein Verbrennungsrohr führt man bis etwa zur Mitte einen Asbestwollepfropfen ein. Dann füllt man von der einen Seite eine etwa 3 cm lange, dünne Schicht Kupfer(II)-oxidpulver ein. Von der anderen Seite gibt man etwa 2 cm weit in das Verbrennungsrohr wasserfreies Kupfer(II)-sulfat. Ein Reagenzglas wird mit Wasser gefüllt und in der „pneumatischen Wanne" über das Ausgleichrohr gestülpt.
Zuerst wird das Kupfer(II)-oxid erhitzt, dann tropft man 2···4 Tropfen Ammoniumchloridlösung auf das Natriumhydroxid. Wenn die Gasentwicklung nachläßt, wird tropfenweise Ammoniumchloridlösung hinzugegeben. Ist das Reagenzglas gefüllt, nimmt man das Ausgleichrohr aus dem Wasser und entfernt den Brenner. Das Gas wird mit einem brennenden Holzspan geprüft.

Ergebnis: Das aus Ammoniumchlorid und Natriumhydroxid entstehende Ammoniak (↗ Versuch 47) reduziert Kupfer(II)-oxid zu metallischem Kupfer. Bei dieser Reaktion entsteht Wasser, das durch wasserfreies Kupfer(II)-sulfat nachgewiesen wird. In dem pneumatisch aufgefangenen Gas erlischt ein brennender Span. Es handelt sich um Stickstoff. Ammoniak ist eine Stickstoff-Wasserstoff-Verbindung:

$$2NH_3 + 3CuO \rightarrow N_2\uparrow + 3Cu + 3H_2O$$

Zielstellung

Die Schüler stellen Ammoniak durch Verdrängungsreaktionen aus Ammoniumsalzen dar. Sie weisen die Löslichkeit in Wasser nach.

Bemerkungen

Das Experiment gelingt nur, wenn die zum Auffangen des Ammoniaks benutzten Geräte völlig trocken sind. Außerdem ist es wesentlich, daß die Füllung der Halbmikro-Reagenzgläser mit Ammoniak durch die später aufgesetzten Rohre eines Halbmikro-Tropfers erfolgt. Das verbleibende Luftvolumen wäre im Vergleich zum Ammoniakvolumen sonst zu groß.

Instrumentarium a

Apparat 1, Reagenzglasgestell, Winkelrohr, Apparat 2, (ohne Halbmikro-Tropfer), zur Spitze ausgezogenes Glasrohr (Durchmesser 8 mm, Länge 150 mm), Spatel, Aktivkohleadsorptionsrohr

Chemikalien a

Natriumhydroxid, Ammoniumchlorid, Wasser, Phenolphthaleinlösung

Durchführung a

Im Apparat 1 gibt man zu 2 Schuppen Natriumhydroxid einen Spatel Ammoniumchlorid. Der Halbmikro-Tropfer wird mit wenig Wasser gefüllt und dann der Apparat 1 verschlossen. An das seitliche Ansatzrohr schließt man ein trockenes Winkelrohr an, das noch mit einem zur Spitze ausgezogenen Glasrohr verbunden ist (Abb. 69a). Die Spitze darf nicht zu eng sein! Dieses Glasrohr ist durch ein 30 mm langes Schlauchstück hindurchzuführen. Ein über die Spitze gestülptes trockenes Halbmikro-Reagenzglas muß damit luftdicht verschlossen werden können. Zunächst wird das Reagenzglas nur locker aufgesetzt. Nun drückt man 5···6 Tropfen Wasser aus dem Halbmikro-Tropfer und wartet, bis das Halbmikro-Reagenzglas mit Ammoniak gefüllt ist. Ammoniak wird durch Geruchsprobe festgestellt. Dann verschließt man das Reagenzglas mit dem oberen Ende des Schlauchstückes, löst das zur Spitze ausgezogene Glasrohr vom Apparat 1 und führt es in das Reagenzglas des Apparates 2 ein, das mit einer wäßrigen Phenolphthaleinlösung gefüllt ist. Dabei wird das Reagenzglas des Apparates 2 durch das andere Ende des Schlauches verschlossen (Abb. 69b). Man beobachtet 1···2 min. Nach dieser Zeit wird eventuell durch vorsichtiges Blasen ein Tropfen der wäßrigen Phenolphthaleinlösung in das Halbmikro-Reagenzglas hochgedrückt. An den Apparat 1 schließt man nach Beendigung des Versuchs ein Aktivkohleadsorptionsrohr an.

Ergebnis a

Durch Einwirkung von Natriumhydroxidlösung auf Ammoniaklösung entsteht Ammoniak (↗ Versuch 46). Es wurde im nach unten gerichteten

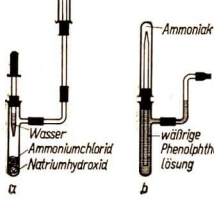


Abb. 69 Löslichkeit von Ammoniak in Wasser
a) Darstellung von Ammoniak für den Springbrunnenversuch
b) Nachweis der Löslichkeit von Ammoniak in Wasser (Durchführung a)

Reagenzglas aufgefangen und ist demzufolge leichter als Luft. Die wäßrige Ammoniaklösung färbt Phenolphthalein rot. Es sind Ammonium-Ionen und Hydroxid-Ionen entstanden:

$$NH_3 + H_2O \rightarrow NH_4^+ + OH^-$$

Ammoniak löst sich sehr gut im Wasser. Durch das Lösen des Ammoniaks im Wasser entsteht im Reagenzglas ein Unterdruck. Der äußere Luftdruck gleicht diesen Unterdruck aus und drückt die Lösung nach oben (Ammoniakspringbrunnen).

Instrumentarium b Apparat 1, Reagenzglasständer, Winkelrohr, Rohr eines Halbmikro-Tropfers, Kristallisierschale, Spatel, Aktivkohleadsorptionsrohr

Chemikalien b ↗ Chemikalien a

Durchführung b Ammoniak wird wie bei Durchführung a hergestellt. An das Winkelrohr wird ein durch ein 30 mm langes Schlauchstück geführtes trockenes Rohr eines Halbmikro-Tropfers angeschlossen. Das Ammoniak leitet man in ein Halbmikro-Reagenzglas ein. Ist dieses mit Ammoniak gefüllt (erkennbar am Geruch!), so wird es durch das Rohr des Halbmikro-Tropfers verschlossen und in die mit wäßriger Phenolphthaleinlösung gefüllte Kristallisierschale eingetaucht (Abb. 70). An den Apparat 1 schließt man ein Aktivkohleadsorptionsrohr an.

Ergebnis b ↗ Ergebnis a



Abb. 70 Nachweis der Löslichkeit von Ammoniak in Wasser (Durchführung b)

Nachweis des Ammoniaks in Ammoniumverbindungen 48

Zielstellung Die Schüler lernen analytische Nachweisreaktionen für Ammoniak kennen, das aus Ammoniakverbindungen durch Verdrängungsreaktionen dargestellt wurde.

Instrumentarium a 2 Uhrglasschalen, Spatel

Chemikalien a Ammoniumchlorid, Natriumhydroxidlösung, Unitestpapier

Durchführung a Eine reichliche Spatelspitze Ammoniumchlorid wird auf einer Uhrglasschale mit 5 Tropfen konzentrierter Natriumhydroxidlösung versetzt und mit einer zweiten Uhrglasschale überdeckt, auf deren Innenseite sich ein Stück angefeuchtetes Unitest-Indikatorpapier befindet.

Ergebnis a Ammoniak wird durch Natriumhydroxidlösung aus Ammoniumchlorid verdrängt:

$$NH_4Cl + NaOH \rightarrow NH_3\uparrow + H_2O + NaCl$$

Die Blaufärbung des Unitest-Indikatorpapiers deutet darauf hin, daß Ammoniak mit dem Wasser des angefeuchteten Papiers zum Teil wieder Ammonium-Ionen und Hydroxid-Ionen bildet.

Instrumentarium b Freiberger Mörser mit Pistill, Spatel, Glasstab

Chemikalien b Ammoniumchlorid, Natriumhydroxid, Salzsäure konz.

Durchführung b Eine reichliche Spatelspitze Ammoniumchlorid wird in einem Freiberger Mörser mit der gleichen Menge Natriumhydroxid verrieben. Dabei stellt man den Geruch fest. Dann hält man einen mit konzentrierter Salzsäure befeuchteten Glasstab darüber.

Ergebnis b Das durch Verdrängungsreaktion hergestellte Ammoniak riecht stechend und bildet mit Salzsäuredämpfen weißen Rauch:

$$NH_3 + HCl \rightarrow NH_4Cl$$

Darstellung von Ammoniumsulfat 49

Zielstellung Die Schüler lernen das Prinzip der technischen Ammoniumsulfatgewinnung kennen. Die entsprechenden Reaktionsgleichungen werden erarbeitet.

Instrumentarium Apparat 2, Apparat 6, Reagenzglasgestell, Aktivkohleadsorptionsrohr, 2 Halbmikro-Reagenzgläser, Filterröhrchen, Tamponträger, Spatel, Halbmikro-Tropfer, Ablage für Halbmikro-Tropfer, Pinzette

Chemikalien Kalziumkarbonat, Salzsäure konz., Kalziumsulfat gefällt, Ammoniaklösung konz., Wasser, Bariumhydroxidlösung, Watte

Durchführung Der Apparat 2 wird mit einem gehäuften Spatel Kalziumkarbonat gefüllt. In den Halbmikro-Tropfer nimmt man konzentrierte Salzsäure auf. In den Apparat 6 gibt man einen Spatel Kalziumsulfat, 15 Tropfen Wasser und 10 Tropfen konzentrierte Ammoniaklösung. Er wird mit dem Apparat 2 verbunden. An den Apparat 6 schließt man noch ein Aktivkohleadsorptionsrohr an (Abb. 71). Durch langsames Auftropfen der konzentrierten Salzsäure auf das Kalziumkarbonat erzeugt man im Apparat 2 einen gleichmäßigen Strom von Kohlendioxid.
Nach etwa 10 min nimmt man die Apparate auseinander, verbindet den Apparat 2 mit dem Aktivkohleadsorptionsrohr und filtriert die Gipslösung durch 1 oder 2 Filterröhrchen. Der Rückstand wird in den gesäuberten Apparat 2 übertragen. An den Apparat 2 wird der ebenfalls gesäuberte und mit 10 Tropfen Bariumhydroxidlösung gefüllte Apparat 6 angeschlossen. Auf den Filterrückstand tropft man konzentrierte Salzsäure.

Ergebnis Beim Auftropfen von Salzsäure auf den Filterrückstand entsteht ein Gas, das mit Bariumhydroxidlösung einen Niederschlag bildet. Es handelt sich um Kohlendioxid. Aus Kalziumsulfat, Kohlendioxid und Ammoniaklösung ist Kalziumkarbonat entstanden. Kalziumsulfat allein reagiert nicht mit dem Kohlendioxid. Das Säureanhydrid Kohlendioxid verbindet sich aber mit dem Ammoniak:

$$2NH_3 \cdot H_2O + CO_2 \rightarrow (NH_4)_2CO_3 + H_2O$$



Abb. 71 Darstellung von Ammoniumsulfat

Während in Ammoniaklösung nur verhältnismäßig wenig Hydroxid- und Ammonium-Ionen vorhanden sind und auch die Kohlensäure nur wenig Wasserstoff- und Karbonat-Ionen bildet, dissoziiert das gut lösliche Salz Ammoniumkarbonat nahezu vollständig in Ammonium- und Karbonat-Ionen. Kalziumsulfat ist zwar schwer löslich, bildet aber in bestimmtem Maße Kalzium- und Sulfat-Ionen:

$$CaSO_4 \rightleftarrows Ca^{2+} + SO_4^{2-}$$

Nach der Reaktion des Kohlendioxids mit der Ammoniaklösung sind demnach im Apparat 6 folgende Ionen vorhanden: NH_4^+, CO_3^{2-}, Ca^{2+}, SO_4^{2-}. Kalziumkarbonat ist schwerer löslich als Kalziumsulfat. Die im Überschuß vorhandenen Karbonat-Ionen verbinden sich daher mit den Kalzium-Ionen:

$$2NH_4^+ + CO_3^{2-} + Ca^{2+} + SO_4^{2-} \rightarrow 2NH_4^+ + SO_4^{2-} + CaCO_3\downarrow$$

Die entsprechend dem Dissoziationsgleichgewicht des Kalziumsulfats vorhandenen Kalzium-Ionen werden also laufend aus dem Gleichgewicht entfernt. Das Gleichgewicht muß sich ständig neu einstellen. Kalziumsulfat geht in Lösung. Die Lösung reichert sich mit Ammonium-Ionen und Sulfat-Ionen an.

Darstellung der Salpetersäure nach dem Ostwaldverfahren 50

Zielstellung

Die Schüler lernen die Aufeinanderfolge und die Abhängigkeit der beim Ostwaldverfahren ablaufenden Reaktionen kennen.

Bemerkungen

Als Katalysatoren benötigt man für die Durchführung des Ostwaldverfahrens Platinasbest oder den Mischkatalysator nach P. Lange[1] oder Eisen(III)-oxid auf Asbestwolle. Sie können folgendermaßen hergestellt werden:

Metallisches Platin wird mit einer entsprechenden Menge Königswasser, das Salzsäure im Überschuß enthält, versetzt und so lange erhitzt, bis es sich vollständig gelöst hat.

Anschließend gibt man noch etwas konzentrierte Salzsäure hinzu und vertreibt durch Erhitzen den größten Teil der Salpetersäure. Die eingeengte Lösung verdünnt man auf das Doppelte ihres Volumens und gibt eine entsprechende Menge Asbestwolle hinzu. Diese Lösung versetzt man mit festem Ammoniumchlorid, etwas Äthanol und macht mit Ammoniaklösung schwach ammoniakalisch. Gelbes Ammonium-hexachloroplatinat(IV) $(NH_4)_2[PtCl_6]$ fällt aus. Der Rückstand wird abfiltriert, gewaschen und verglüht. Das Ammonium-hexochloroplatinat(IV) zersetzt sich beim Erhitzen auf schwache Rotglut vollständig. Dabei wird feinverteiltes, katalytisch sehr wirksames Platin auf dem Asbest niedergeschlagen.

Da Platin den Schulen im allgemeinen schwer zugänglich ist, kann der von P. Lange beschriebene Mischkatalysator besonders empfohlen werden. Man erhält ihn aus 20 g Kobaltnitrat-6-Wasser $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, das in 100 ml Wasser gelöst und mit einer Lösung von 20 g Natriumkarbonat in 100 ml Wasser vermischt wird. Der Niederschlag wird auf der Nutsche abgesaugt und mit destilliertem Wasser gründlich gewaschen. Den gewaschenen Niederschlag schlämmt man in 50 ml Wasser auf und versetzt ihn mit einer heißen

[1] Lange, P.: Chemie in der Schule, 1961 Heft 2, S. 96

Lösung von 9 g Äthandisäure (Oxalsäure) in 100 ml Wasser. Der neu entstandene Niederschlag wird wieder abgesaugt, gewaschen und feucht in einer Reibschale mit 25 g gepulvertem, kristallinem Aluminiumsulfat-18-Wasser $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ verrieben. Der Brei wird in einem Porzellantiegel auf 900 °C erhitzt, bis keine weißen Nebel mehr entweichen. Am wenigsten wirksam ist der durch gründliches Verreiben von Eisen(III)-oxid mit Asbestwolle erhaltene Katalysator. Er ist dafür aber am bequemsten herzustellen.

Instrumentarium a — Gummidoppelgebläse, Quetschhahn, 2 Apparate 8, Verbrennungsrohr, 2 T-Stücke, Aktivkohleadsorptionsrohr, Brenner, 3 Reagenzglasständer, Stativ mit Klemme und Muffe, Sifonsauger, Spatel, Halbmikro-Tropfer klein, Freiberger Mörser mit Pistill, Glasstab, Uhrglasschale, Halbmikro-Reagenzglas

Chemikalien a — Ammoniaklösung konz., Natriumhydroxidlösung konz., Platinasbest oder Mischkatalysator nach Lange oder Eisen(III)-oxid, Asbestwolle, destilliertes Wasser, Zink pulv., Äthansäure (Essigsäure) verd., 4-Aminobenzolsulfonsäure- (Sulfanilsäure-)lösung, 1-Aminonaphthalin- (α-Naphthylamin-)lösung, Eisen(II)-sulfat, Schwefelsäure konz., Bimsstein

Durchführung a — Der Apparat 8 wird mit 20 Tropfen konzentrierter Ammoniaklösung gefüllt, sein Gaseinleitungsrohr mit einem Gummidoppelgebläse verbunden. An den Apparat 8 schließt man einen zweiten, mit 20 Tropfen konzentrierter Natriumhydroxidlösung gefüllten Apparat 8 an. In das Verbrennungsrohr wird eine 2···3 cm breite, lockere Katalysatorschicht eingeführt. Es wird auf der einen Seite mit dem Apparat 8 und auf der anderen Seite mit einem der beiden turmartig aufeinanderstehenden T-Stücke verbunden. Die T-Stücke sind mit körnigem Bimsstein gefüllt. Das untere T-Stück wird mit einem Sifonsauger, das obere mit einem kleinen Halbmikro-Tropfer verschlossen. Vor der Versuchsdurchführung wird der Bimsstein gründlich angefeuchtet. Außerdem ist der Halbmikro-Tropfer mit Wasser gefüllt. An das obere T-Stück wird schließlich noch ein Aktivkohleadsorptionsrohr angeschlossen (Abb. 72).

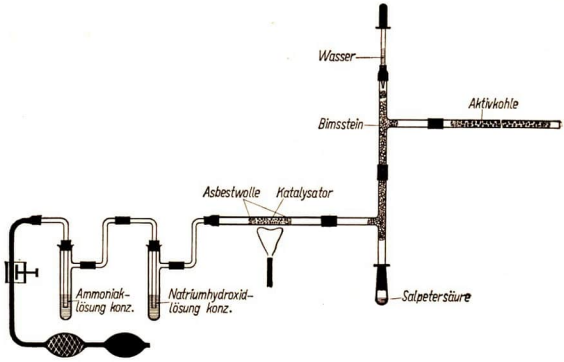


Abb. 72 Darstellung der Salpetersäure nach dem Ostwaldverfahren (Durchführung a)

Nach dem Zusammenstellen der Apparatur wird der Katalysator erhitzt und dann aus dem Gummidoppelgebläse ein reichlicher, nicht zu kräftiger Gasstrom entnommen. Die Verweilzeit der Gase am Katalysator soll gering sein. Während der Versuchsdurchführung wird den Gasen aus dem Halbmikro-Tropfer Wasser entgegengedrückt. Nach etwa 5 min stellt man das Erhitzen und die Luftzufuhr ein.
Die Flüssigkeit aus dem Sifonsauger wird in ein Halbmikro-Reagenzglas übertragen. Außerdem spült man den Bimsstein noch mit wenig Wasser aus und läßt davon etwa 5 Tropfen der Lösung im Reagenzglas zufließen. Diese Lösung untersucht man auf Anwesenheit von Salpetersäure beziehungsweise Nitrat (↗ Versuch 51).

Ergebnis a

Die Nachweisreaktionen auf Nitrat-Ionen fallen positiv aus. Durch katalytische Oxydation ist aus Ammoniak Salpetersäure hergestellt worden:

$$4NH_3 + 5O_2 \rightarrow 4NO + 6H_2O$$

$$4NO + 2O_2 \rightarrow 4NO_2$$

$$4NO_2 + 2H_2O + O_2 \rightarrow 4HNO_3$$

Vergleicht man das Experiment mit der technischen Darstellung der Salpetersäure nach dem Ostwaldverfahren, dann entspricht der mit Natriumhydroxidlösung gefüllte Apparat 8 der Ammoniak-Luft-Vermischungsanlage, das mit dem Katalysator beschickte Verbrennungsrohr dem Ammoniak-Verbrennungsofen und die mit Bimsstein gefüllten T-Stücke dem Absorptionsturm. Im Absorptionsturm bewegen sich das Wasser und die nitrosen Gase im Gegenstrom zueinander.

Instrumentarium b Gummidoppelgebläse, Quetschhahn, 2 Apparate 8, Apparat 12, Aktivkohleadsorptionsrohr, 3 Reagenzglasständer, Brenner, Ablage für Halbmikro-Tropfer, Spatel, Halbmikro-Reagenzglas, Freiberger Mörser mit Pistill, Glasstab, Uhrglasschale

Chemikalien b ↗ Chemikalien a

Durchführung b Die Zusammenstellung der Apparatur und die Versuchsdurchführung erfolgen entsprechend der Durchführung a. Im Anschluß an den zweiten Apparat 8 wird der Apparat 12 eingesetzt. Das Reagenzglas des Apparates 12 enthält 20 Tropfen destilliertes Wasser (Abb. 73).

Ergebnis Wie bei Durchführung a entsteht Salpetersäure. Die Apparatur ist in ihrem Aufbau und in ihrer Handhabung einfacher, die entstehenden nitrosen Gase werden aber schlechter absorbiert. Außerdem kann das Gegenstromprinzip nicht veranschaulicht werden.

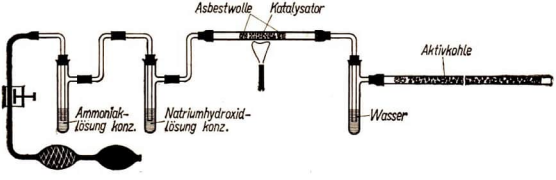


Abb. 73 Darstellung der Salpetersäure nach dem Ostwaldverfahren (Durchführung b)

Zielstellung

Die Schüler lernen analytische Nachweisreaktionen auf Nitrate kennen.

Bemerkungen

Die Experimente können gut als entwickelnde und erarbeitende Schülerübungsexperimente in getrennt gemeinschaftlicher Arbeitsweise nach dem „verwebenden Verfahren" eingesetzt werden. Für die Reaktionen der Durchführung b können die Schüler keine Gleichung aufstellen.

Instrumentarium a

Uhrglasschale, Spatel, Filtrierpapier

Chemikalien a

Salpetersäure verd. (oder Nitratlösung), Eisen(II)-sulfat, Schwefelsäure verd., Schwefelsäure konz.

Durchführung a

Auf einer Uhrglasschale gibt man zu einem kleinen Eisen(II)-sulfatkristall 3 Tropfen verdünnte Schwefelsäure und 2 Tropfen verdünnte Salpetersäure oder Nitratlösung. Dann fügt man noch 5 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure hinzu und beobachtet gegen einen weißen Hintergrund (Filtrierpapier).

Ergebnis a

Um den Eisen(II)-sulfatkristall bildet sich eine braun-violette Zone. Salpetersäure und Nitrate werden in saurer Lösung durch Eisen(II)-sulfat reduziert: Es entsteht ein brauner Farbkomplex:

$$\underset{+2}{8\,FeSO_4} + \underset{+5}{2\,HNO_3} + 3\,H_2SO_4 \rightarrow \underset{+2\ +2}{2\,Fe[(NO)SO_4]} + 3\,Fe_2(SO_4)_3 + 4\,H_2O$$

$6e^-$

Nitrosoeisen(II)-sulfat

Instrumentarium b

Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Spatel

Chemikalien b

Zink pulv., Äthansäure (Essigsäure) verd., 1-Aminonaphthalin-(α-Naphthylamin-) lösung, 4-Aminobenzolsulfonsäure- (Sulfanilsäure-)lösung, Salpetersäure verd. (oder Nitratlösung)

Durchführung b

In einem Halbmikro-Reagenzglas gibt man zu einer Spatelspitze Zinkpulver je 5 Tropfen verdünnte 4-Aminobenzolsulfonsäure, Äthansäure und 1-Aminonaphthalinlösung und versetzt dieses Gemisch mit 2 Tropfen verdünnter Salpetersäure oder Nitratlösung.

Ergebnis b

Salpetersäure und Nitrate können mit einer Lösung, die Äthansäure, Zink, 4-Aminobenzolsulfonsäure und 1-Aminonaphthalin enthält, nachgewiesen werden. Die Lösung färbt sich intensiv rot.

Erhitzen von Nitraten 52

Zielstellung

Es soll erkannt werden, daß Alkalimetallnitrate beim Erhitzen Sauerstoff abgeben, aus Schwermetallnitraten dagegen außerdem noch Stickstoffdioxid entsteht.

Bemerkungen

Die Experimente können gut als entwickelnde und erarbeitende Schülerübungsexperimente in getrennt gemeinschaftlicher Arbeitsweise nach dem „verwebenden Verfahren" eingesetzt werden.

Instrumentarium

Spatel, Halbmikro-Reagenzglas, Brenner, Reagenzglashalter, Reagenzglasständer, Holzspan, Apparat 1, Apparat 9, Stativ mit Klemme und Muffe, Aktivkohleadsorptionsrohr

Chemikalien: Natriumnitrat, Kaliumnitrat, Blei(II)-nitrat, Kupfer(II)-nitrat

Durchführung: Ein Halbmikro-Reagenzglas wird mit einem Spatel Natriumnitrat oder Kaliumnitrat gefüllt und in der Brennerflamme 3···4 min erhitzt. Anschließend wird ein glimmender Holzspan in das Reagenzglas eingeführt.
Danach wird das Verhalten der Schwermetallsalze beim Erhitzen untersucht. Dazu füllt man den Gasentwickler des Apparates 1 mit einer Spatelspitze Blei(II)-nitrat beziehungsweise Kupfer(II)-nitrat, befestigt ihn an einem Stativ und verbindet ihn mit dem Apparat 9. An den seitlichen Ansatz des Apparates 9 wird ein Aktivkohleadsorptionsrohr angeschlossen. Das Nitrat wird erhitzt.

Ergebnis: Der Span leuchtet auf. Natriumnitrat und Kaliumnitrat geben beim Erhitzen Sauerstoff ab:

$$2\,NaNO_3 \rightarrow 2\,NaNO_2 + O_2\uparrow$$

Blei(II)-nitrat und Kupfer(II)-nitrat zerfallen beim Erhitzen. Es entsteht ein braunes Gas:

$$2\,Pb(NO_3)_2 \rightarrow 2\,PbO + 4\,NO_2\uparrow + O_2\uparrow$$

Einwirkung von konzentrierter Salpetersäure auf Kupfer 53

Zielstellung: Die Schüler sollen die oxydierende Wirkung der konzentrierten Salpetersäure erkennen. Sie lernen eine Möglichkeit der Darstellung von Stickstoffmonoxid beziehungsweise von Stickstoffdioxid kennen und stellen die entsprechenden Reaktionsgleichungen auf.

Instrumentarium: Apparat 2, Apparat 7, 2 Reagenzglasständer, 3 Halbmikro-Reagenzgläser mit Stopfen, Reagenzglasgestell, Spatel, Aktivkohleadsorptionsrohr, Filtrierpapier

Chemikalien: Salpetersäure konz., Kupferspäne, Wasser

Durchführung: Die Apparate 2 und 7 werden miteinander verbunden. Im Apparat 2 läßt man auf eine Spatelspitze Kupferspäne konzentrierte Salpetersäure tropfen. Der Apparat 7 ist leer. In ihm wird die Farbe des Gases gegen einen weißen Hintergrund beobachtet. Mit dem entweichenden Gas werden 3 Halbmikro-Reagenzgläser pneumatisch gefüllt und sofort mit einem Gummistopfen verschlossen (Abb. 74). Nach Abschluß des Versuches nimmt man das Ausgleichrohr aus der „pneumatischen Wanne" und verbindet es mit einem Aktivkohleadsorptionsrohr. Die Reagenzgläser werden gegen einen weißen Hintergrund (Filtrierpapier) gehalten. Dabei entfernt man die Stopfen für kurze Zeit.

Ergebnis: Konzentrierte Salpetersäure reagiert mit Kupfer. Sie wirkt oxydierend und

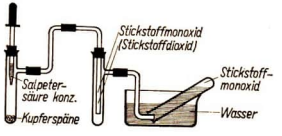


Abb. 74 Einwirkung von konzentrierter Salpetersäure auf Kupfer

wird zu farblosem Stickstoffmonoxid reduziert, das sich an der Luft zu braunem Stickstoffdioxid umsetzt:

$$3\,Cu + 2\,HNO_3 \rightarrow 3\,CuO + H_2O + 2\,NO\uparrow$$
$$3\,CuO + 6\,HNO_3 \rightarrow 3\,Cu(NO_3)_2 + 3\,H_2O$$

$$3\,CuO + 8\,HNO_3 \rightarrow 3\,Cu(NO_3)_2 + 4\,H_2O + 2\,NO\uparrow$$

$$\overset{\pm 0}{3\,Cu} + 2\,H^+ + \overset{+5}{2\,NO_3^-} \rightarrow 3\,CuO + \overset{+2}{2\,NO}\uparrow + H_2O$$

$3\,(2e^-)$

Die braune Farbe des Stickstoffdioxids verschwindet beim Einleiten des Gases in Wasser. Es reagiert mit dem Wasser unter Disproportionierung:

$$\overset{+4}{2\,NO_2} + H_2O \rightarrow \overset{+3}{HNO_2} + \overset{+5}{HNO_3}$$

Stickstoffmonoxid wird von dem Wasser nicht aufgenommen.

Einwirkung von salpetriger Säure auf Kohlensäurediamid (Harnstoff) 54

Zielstellung

Die Schüler lernen als eine Möglichkeit der Beseitigung der salpetrigen Säure die Umsetzung mit Kohlensäurediamid kennen. Sie sollen die Bedeutung dieser Reaktion für die analytische Chemie erkennen, wenn Nitrat und Nitrit nebeneinander nachgewiesen werden müssen. Dabei wird verdeutlicht, daß sich salpetrige Säure gegenüber Kohlensäurediamid wie ein Oxydationsmittel verhält.

Instrumentarium

Apparat 5, Stativ mit Klemme und Muffe, Spatel, Erlenmeyerkolben, Brenner, Holzspan

Chemikalien

Kohlensäurediamid (Harnstoff), Natriumnitrit, Äthansäure (Essigsäure) verd., Wasser

Durchführung

Im Apparat 5 mischt man einen Spatel Kohlensäurediamid mit der gleichen Menge Natriumnitrit. In den Halbmikro-Tropfer wird verdünnte Äthansäure aufgenommen. Der Apparat 5 wird an einem Stativ befestigt. Nach Verschluß des Apparates läßt man die Säure langsam zutropfen, erwärmt sie ein wenig in der Flamme eines Brenners und fängt das entweichende Gas in einem Erlenmeyerkolben pneumatisch auf. Ist der Erlenmeyerkolben mit dem Gas gefüllt, wird ein glimmender Holzspan eingeführt.

Ergebnis

Der glimmende Holzspan erlischt in dem entstandenen Gas:

$$\begin{array}{l} \overset{-3}{NH_2} + \overset{+3}{O{=}N{-}O{-}H} \\ \diagup \\ O{=}C \\ \diagdown \\ \underset{-3}{NH_2} + \underset{+3}{O{=}N{-}O{-}H} \end{array} \qquad \overset{\pm 0}{\rightarrow} 2\,N_2\uparrow + 3\,H_2O + CO_2\uparrow$$

Der positiv dreiwertige Stickstoff der salpetrigen Säure nimmt bei dieser Reaktion von den beiden Stickstoffatomen eines Kohlensäurediamidmoleküls insgesamt sechs Elektronen auf.

Nachweis von Phosphat-Ionen **55**

Zielstellung: Die Schüler lernen eine analytische Nachweisreaktion auf Phosphat-Ionen kennen und stellen die Reaktionsgleichung auf.

Instrumentarium: Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Glasstab, Spatel

Chemikalien: Natriumphosphat, destilliertes Wasser, Ammoniumchlorid, Ammoniaklösung verd., Magnesiumchloridlösung

Durchführung: Eine Spatelspitze Natriumphosphat wird in einem Halbmikro-Reagenzglas in 20 Tropfen destilliertem Wasser gelöst und mit einer kleinen Spatelspitze Ammoniumchlorid versetzt. Dann gibt man 5 Tropfen Magnesiumchloridlösung hinzu und macht mit verdünnter Ammoniaklösung schwach ammoniakalisch.

Ergebnis: Es entsteht ein Niederschlag von Ammoniummagnesiumphosphat:

$$Na_3PO_4 + NH_4Cl + MgCl_2 \rightarrow 3NaCl + NH_4MgPO_4\downarrow$$

3.2.6. Chalkogene

Erhitzen von Schwefel **56**

Zielstellung: Die Veränderungen des Aggregatzustandes sollen beobachtet werden.

Instrumentarium: Spatel, Brenner, Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Reagenzglashalter

Chemikalien: Schwefel pulv.

Durchführung: Ein Halbmikro-Reagenzglas wird etwa 1 cm hoch mit Schwefelpulver gefüllt und dann in der Flamme eines Brenners langsam und vorsichtig erhitzt.

Ergebnis: Schwefel schmilzt. Die Schmelze ist zunächst blaßgelb und dünnflüssig, bei weiterem Erhitzen wird sie dunkler, dann braun und zähflüssig und schließlich wieder dünnflüssig. Schwefeldämpfe sublimieren.

Löslichkeit des Schwefels **57**

Zielstellung: Die unterschiedliche Löslichkeit des Schwefels in Wasser und in Kohlendisulfid soll erkannt werden.

Bemerkungen: *Vorsicht!* Kohlendisulfid ist giftig und leicht entzündbar. Reagenzgläser, die Kohlendisulfid enthalten, werden nicht am Arbeitsplatz der Schüler, sondern vom Lehrer unter dem Abzug gereinigt.

Instrumentarium: Spatel, 2 Halbmikro-Reagenzgläser, 2 Reagenzglasständer, Stopfen für Reagenzgläser

Chemikalien: Schwefel pulv., Wasser, Kohlendisulfid (Schwefelkohlenstoff)

Durchführung: Eine Spatelspitze Schwefelpulver wird in einem Halbmikro-Reagenzglas mit 5 Tropfen Wasser versetzt und geschüttelt.
Zu einer Spatelspitze Schwefelpulver gibt man im Halbmikro-Reagenzglas

5 Tropfen Kohlendisulfid, verschließt sofort mit einem Stopfen und schüttelt.

Ergebnis — Schwefel ist unlöslich in Wasser, löslich in Kohlendisulfid.

Gewinnung von Schwefelkristallen 58

Zielstellung — Der in Kohlendisulfid gelöste Schwefel wird kristallin abgeschieden. Die Kristallform wird bestimmt.

Bemerkungen — *Vorsicht!* Kohlendisulfid ist giftig und leicht entzündbar.

Instrumentarium — Spatel, Gummidoppelgebläse mit Quetschhahn, Apparat 6, Aktivkohleadsorptionsrohr, Reagenzglasständer, Ablage für Halbmikro-Tropfer, Filtrierpapier, Lupe

Chemikalien — Schwefel pulv., Kohlendisulfid (Schwefelkohlenstoff)

Durchführung — Eine Spatelspitze Schwefelpulver wird im Apparat 6 mit 5 Tropfen Kohlendisulfid versetzt. Danach wird der Apparat sofort (!) verschlossen. Das Gaseinleitungsrohr ist bis etwa 1 cm über die Flüssigkeitsoberfläche eingeführt. An das Gaseinleitungsrohr wird ein Gummidoppelgebläse angeschlossen und der seitliche Ansatz des Apparates 6 mit einem Aktivkohleadsorptionsrohr verbunden (Abb. 75). Mit Hilfe eines Quetschhahnes entnimmt man aus dem Gummigebläse einen kontinuierlichen, nicht zu kräftigen Luftstrom und treibt das Kohlendisulfid langsam in die Aktivkohle über. Die entstandenen Schwefelkristalle werden auf einem Blatt Filtrierpapier mit der Lupe betrachtet.

Ergebnis — Schwefel kristallisiert in rhombischen Kristallen. Kohlendisulfid verdunstet leicht. Aktivkohle adsorbiert Kohlendisulfid.

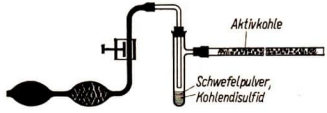


Abb. 75 Gewinnung von Schwefelkristallen

Darstellung von Eisen(II)-sulfid 59

Zielstellung — Die Schüler sollen die Reaktionsfähigkeit des Schwefels bei der Synthese von Eisen(II)-sulfid aus den Elementen erkennen.
Am Experiment können auch die Begriffe „Gemenge" und „Verbindung" erarbeitet werden.

Bemerkungen — Das Eisen(II)-sulfid wird auch für den Versuch 60 benutzt.

Instrumentarium — Spatel, Halbmikro-Reagenzglas, Becherglas, Brenner, Reagenzglashalter, Filtrierpapier, Magnet

Chemikalien — Eisen pulv., Schwefel pulv.

Durchführung — Auf einem Blatt Filtrierpapier vermischt man einen Spatel feines Eisenpulver mit 2 Spatel Schwefelpulver. Das Gemisch kann man mit einem

Magneten prüfen. Das Schwefel-Eisen-Gemisch füllt man in ein Halbmikro-Reagenzglas und erhitzt den Boden des Reagenzglases am Flammensaum einer Brennerflamme. Wenn die Reaktion eintritt, nimmt man das Reagenzglas aus der Flamme heraus. Sobald das Gemisch durchgeglüht ist, wird das Reagenzglas durch Eintauchen in ein mit Wasser gefülltes Becherglas zerstört. An das Eisen(II)-sulfid kann ein Magnet gehalten werden.

Ergebnis

Schwefel reagiert beim Erhitzen mit Eisen. Es entsteht Eisen(II)-sulfid, das nicht ferromagnetisch ist:

$$Fe + S \rightarrow FeS$$

Darstellung und Eigenschaften von Schwefelwasserstoffwasser 60

Zielstellung

Die Kenntnisse der Schüler über Verdrängungsreaktionen werden vertieft. Die Schüler weisen einige Eigenschaften des Schwefelwasserstoffs nach und formulieren die entsprechenden Reaktionsgleichungen.

Bemerkungen

Vorsicht! Schwefelwasserstoff ist sehr giftig! Es muß auf einen guten Verschluß der Apparatur während der Versuchsdurchführung geachtet werden. Man kann das Eisen(II)-sulfid von Versuch 59 benutzen.

Instrumentarium

Apparat 2, Apparat 6, Aktivkohleadsorptionsrohr, Pinzette, Halbmikro-Reagenzglas, Stopfen, Halbmikro-Tropfer, Ablage für Halbmikro-Tropfer, 2 Blatt Filtrierpapier

Chemikalien

Eisen(II)-sulfid, Salzsäure verd., Wasser, Blei(II)-nitratlösung, Kadmiumsulfatlösung, Schwefelwasserstoffwasser, *p*H-Papier

Durchführung

Eisen(II)-sulfid wird in den Apparat 2 übertragen. An den Apparat 2 ist der Apparat 6 und daran ein Aktivkohleadsorptionsrohr angeschlossen (Abb. 76). Der Apparat 6 ist zur Hälfte mit Wasser gefüllt. Nachdem die Apparatur zusammengesetzt ist, läßt man aus dem Halbmikro-Tropfer verdünnte Salzsäure auf das Eisen(II)-sulfid tropfen. Wenn die Gasentwicklung beendet ist, wird das Wasser aus dem Apparat 6 mit einem Halbmikro-Tropfer in ein Halbmikro-Reagenzglas übertragen. Das Reagenzglas und der Apparat 6 werden sofort (!) verschlossen. Bei diesen Arbeiten wird der Geruch des Gases festgestellt. 1 Tropfen Schwefelwasserstoffwasser wird auf *p*H-Papier gegeben. Ein weiterer Tropfen wird auf Filtrierpapier mit einem Tropfen Blei(II)-nitratlösung oder Kadmiumsulfatlösung versetzt.

Ergebnis

Durch Einwirkung von verdünnter Salzsäure auf Eisen(II)-sulfid entsteht Schwefelwasserstoff:

$$FeS + 2HCl \rightarrow FeCl_2 + H_2S\uparrow$$

$$FeS + 2H^+ \rightarrow Fe^{2+} + H_2S\uparrow$$

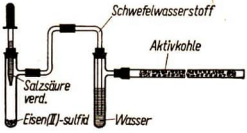


Abb. 76 Darstellung von Schwefelwasserstoffwasser

Schwefelwasserstoff ist ein unangenehm riechendes Gas, das sich in Wasser wenig löst. Die wäßrige Lösung reagiert schwach sauer, da Schwefelwasserstoff in geringem Maße dissoziiert:

$$H_2S \rightleftarrows H^+ + HS^-$$

$$HS^- \rightleftarrows H^+ + S^{2-}$$

Blei(II)-nitrat und Kadmiumsulfatlösung bilden mit Schwefelwasserstoffwasser charakteristisch gefärbte Niederschläge:

$$Pb(NO_3)_2 + H_2S \rightarrow PbS\downarrow + 2\,HNO_3$$

$$Pb^{2+} + S^{2-} \rightarrow PbS\downarrow$$

$$CdSO_4 + H_2S \rightarrow CdS\downarrow + H_2SO_4$$

$$Cd^{2+} + S^{2-} \rightarrow CdS\downarrow$$

Darstellung von Schwefelwasserstoff aus Schwefel und Paraffin 61

Zielstellung

Die Schüler lernen am Beispiel der Reaktionen von Schwefel und Paraffin eine weitere Möglichkeit zur Darstellung von Schwefelwasserstoff kennen.

Bemerkungen

Vorsicht! Schwefelwasserstoff ist sehr giftig!
Das Paraffin-Schwefel-Gemisch wird folgendermaßen hergestellt: Paraffin und Schwefel werden im Masseverhältnis 3:1 vermischt und auf einem siedenden Wasserbad geschmolzen. Die Mischung wird durch Rühren homogenisiert, wobei gleichzeitig noch etwas Asbestwolle untergemischt wird.
Die Darstellung von Schwefelwasserstoff aus einem Paraffin-Schwefel-Gemisch kann sehr gut im qualitativ-analytischen Schülerpraktikum durchgeführt werden. Sie hat den besonderen Vorteil, daß die Reaktion sehr schnell zum Stillstand zu bringen ist.

Instrumentarium

Reagenzglas 12 mm × 100 mm mit durchbohrtem Stopfen, Glasrohr (Länge 5 cm, Durchmesser 5 mm), Stativ mit Klemme und Muffe, Apparat 9, Reagenzglasständer, Brenner, Freiberger Mörser mit Pistill, Spatel, Pinzette, Aktivkohleadsorptionsrohr

Chemikalien

Paraffin-Schwefel-Gemisch, Asbestwolle, Blei(II)-nitratlösung

Durchführung

Das Reagenzglas wird mit einer 2···3 cm hohen Schicht des Paraffin-Schwefel-Gemisches gefüllt. Darüber gibt man noch etwas Asbestwolle, verschließt das Reagenzglas mit dem durchbohrten Stopfen und spannt es in ein Stativ ein. Der Apparat 9 wird mit 20 Tropfen Blei(II)-nitratlösung gefüllt und mit dem im Stativ eingespannten Reagenzglas verbunden. An das seitliche Ansatzrohr des Apparates 9 wird ein Aktivkohleadsorptionsrohr angeschlossen. Nun erhitzt man das Paraffin-Schwefel-Gemisch. Nach dem Erhitzen wird die Verbindung zwischen Reagenzglas und Apparat 9 gelöst.

Ergebnis

Aus einem Paraffin-Schwefel-Gemisch entsteht beim Erhitzen Schwefelwasserstoff, der mit Blei(II)-nitrat nachgewiesen wird. Entfernt man das Reagenzglas aus der Flamme, dann wird damit die Schwefelwasserstoffentwicklung unterbrochen. Schwefel reagiert in der Hitze mit dem im Paraffin an Kohlenstoff gebundenen Wasserstoff.

Zielstellung

Durch Verbrennen von Schwefel oder durch Abrösten von Pyrit stellen die Schüler Schwefeldioxid dar. Sie setzen das Schwefeldioxid zur schwefligen Säure um und weisen es durch Fällung nach.

Instrumentarium

Gummidoppelgebläse, Quetschhahn, Stativ mit Klemme und Muffe, Brenner, Apparat 12, Apparat 10, Aktivkohleadsorptionsrohr, Ablage für Halbmikro-Tropfer, 2 Reagenzglasständer, Spatel, Glasstab

Chemikalien

Schwefel pulv., Pyrit, Asbestwolle, Wasser, Methylorangelösung, Bariumhydroxidlösung

Durchführung

Das Reagenzglas mit seitlichem Ansatzrohr des Apparates 12 wird mit 10 Tropfen Wasser und 5 Tropfen Methylorangelösung gefüllt. Anschließend bringt man eine Spatelspitze Schwefelpulver oder gut zerkleinerten Pyrit in das Verbrennungsrohr, schließt die Substanz von beiden Seiten mit einem kleinen Asbestwollepfropfen ein, setzt den Apparat 12 zusammen und spannt das Verbrennungsrohr unweit des offenen Endes in ein Stativ ein. An das offene Ende des Verbrennungsrohres wird ein Gummidoppelgebläse angeschlossen. Der so gehalterte Apparat 12 wird mit dem Apparat 10 und dieser mit einem Aktivkohleadsorptionsrohr verbunden (Abb. 77).
In den Apparat 10 gibt man 10 Tropfen Bariumhydroxidlösung.
Der Schwefel beziehungsweise der Pyrit wird mit der Flamme eines Brenners erhitzt. Aus dem Gummidoppelgebläse wird ein gleichmäßiger, nicht zu kräftiger Luftstrom entnommen. Nach 3···4 min stellt man das Erhitzen ein. Die Apparatur wird auseinander genommen. Die Lösung im Reagenzglas des Apparates 12 wird 2···3 min im Sieden gehalten. Ein Glasstab ist in das Reagenzglas einzuführen.

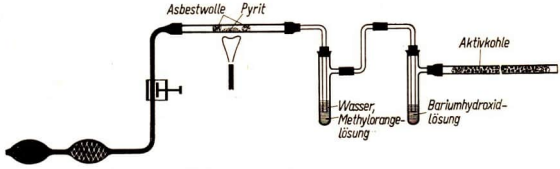


Abb. 77 Darstellung und Nachweis des Schwefeldioxids

Ergebnis

Die Methylorangelösung färbt sich rot. Es ist eine Säure entstanden. Schweflige Säure kann durch Reaktion von Schwefeldioxid mit Wasser entstehen. Durch Überleiten von Luft über den erhitzten Schwefel beziehungsweise den erhitzten Pyrit ist Schwefeldioxid entstanden:

$$S + O_2 \rightarrow SO_2\uparrow$$

beziehungsweise

$$4FeS_2 + 11O_2 \rightarrow 2Fe_2O_3 + 8SO_2\uparrow$$

Die Reaktionen verlaufen in beiden Fällen stark exotherm. Das beim Abrösten des Pyrits entstehende Eisen(III)-oxid ist an der rostroten Färbung zu erkennen. Im Apparat 10 bildet sich ein Niederschlag. Schwefeldioxid kann mit Bariumhydroxidlösung nachgewiesen werden:

$$Ba(OH)_2 + SO_2 \rightarrow BaSO_3\downarrow + H_2O$$

Es hat sich nur ein Teil des Schwefeldioxids im Apparat 12 mit dem Wasser zur schwefligen Säure umgesetzt:

$$SO_2 + H_2O \rightleftarrows H_2SO_3$$

Beim Sieden der Lösung des Apparates 12 entsteht wieder die ursprüngliche Färbung des Indikators. Schweflige Säure zerfällt beim Sieden in ihr Anhydrid und Wasser. Sie ist wenig beständig.

Nachweis der Reduktionswirkung des Schwefeldioxids — 63

Zielstellung Die Schüler lernen die Reduktionswirkung des Schwefeldioxids kennen und vertiefen beziehungsweise festigen ihre Kenntnisse über Redox-Reaktionen.

Instrumentarium Apparat 2, Apparat 6, Spatel

Chemikalien Natriumsulfit, Schwefelsäure konz., Schwefelsäure verd., Wasser, Kaliumpermanganatlösung 1 n

Durchführung Die Apparate 2 und 6 werden miteinander verbunden. Der Apparat 6 enthält 10 Tropfen 1 n Kaliumpermanganatlösung und 5 Tropfen verdünnte Schwefelsäure. Im Apparat 2 läßt man auf einen Spatel Natriumsulfit konzentrierte Schwefelsäure auftropfen.

Ergebnis Das Kaliumpermanganat wird entfärbt:

$$\underset{+7}{2MnO_4^-} + \underset{+4}{5SO_3^{2-}} + 6H^+ \rightarrow \underset{+2}{2Mn^{2+}} + \underset{+6}{5SO_4^{2-}} + 3H_2O$$

$$\underset{5(2e^-)}{\uparrow}$$

Das Mangan im Kaliumpermanganat wird von der Oxydationsstufe +7 zur Oxydationsstufe +2 reduziert. Der Schwefel mit der Oxydationsstufe +4 im Sulfit-Ion wird oxydiert und liegt im Sulfat-Ion mit der Oxydationsstufe +6 vor.

Nachweis von Sulfiten — 64

Zielstellung Die Schüler lernen eine analytische Nachweisreaktion für Sulfite kennen und vertiefen ihre Kenntnisse über Verdrängungsreaktionen.

Instrumentarium Apparat 2, Apparat 6, Aktivkohleadsorptionsrohr, Spatel

Chemikalien Natriumsulfit (oder Natriumhydrogensulfit), Schwefelsäure konz., Wasser, Bariumhydroxidlösung

Durchführung Die Apparate 2 und 6 werden miteinander verbunden. An den Apparat 6 wird ein Aktivkohleadsorptionsrohr angeschlossen. In den Apparat 6 werden 10 Tropfen Bariumhydroxidlösung gegeben. Im Apparat 2 läßt man auf einen halben Spatel Natriumsulfit (oder Natriumhydrogensulfit) konzentrierte Schwefelsäure auftropfen.

Ergebnis Die schwerer flüchtige Schwefelsäure verdrängt die schweflige Säure, die infolge ihrer Unbeständigkeit in Wasser und Schwefeldioxid zerfällt.

$$Na_2SO_3 + H_2SO_4 \rightarrow Na_2SO_4 + H_2SO_3$$
$$H_2SO_3 \rightarrow H_2O + SO_2\uparrow$$

Die schweflige Säure bildet mit Bariumhydroxidlösung einen weißen Niederschlag von Bariumsulfit:

$$Ba(OH)_2 + H_2SO_3 \rightarrow BaSO_3\downarrow + 2H_2O$$

Nachweis der Karbonate und Sulfite nebeneinander 65

Zielstellung

Die Schüler werden mit der Problematik des Nachweises zweier miteinander vermischter Verbindungen vertraut gemacht, die beide beim Ansäuern gasförmige Reaktionsprodukte bilden.

Bemerkungen

Bei der Verwendung von Wasserstoffperoxidlösung als Oxydationsmittel muß beachtet werden, daß sie Phosphorsäure als Stabilisator enthalten kann. Die Phosphat-Ionen bilden mit Bariumhydroxidlösung einen Niederschlag. Der Sulfitnachweis würde dann in jedem Falle positiv ausfallen. Die Phosphat-Ionen müssen daher vor der Versuchsdurchführung durch Zugabe eines Überschusses an Bariumhydroxidlösung ausgefällt werden. Der entstandene Niederschlag wird abfiltriert.

Instrumentarium

Apparat 2, Apparat 6, Spatel

Chemikalien

Natriumsulfit, Natriumkarbonat, Schwefelsäure konz., Bariumhydroxidlösung, Wasserstoffperoxidlösung 3%ig, Salzsäure konz., Bromwasser

Durchführung a

Sulfitnachweis: Im Apparat 2 vermischt man eine reichliche Spatelspitze Natriumsulfit mit der gleichen Menge Natriumkarbonat und schließt den mit 10 Tropfen Bariumhydroxidlösung gefüllten Apparat 6 an. Auf das Gemisch im Apparat 6 läßt man konzentrierte Schwefelsäure einwirken. Zu dem im Apparat 6 entstandenen Niederschlag gibt man 5 Tropfen Bromwasser oder 5 Tropfen 3%ige phosphatfreie Wasserstoffperoxidlösung, schüttelt gut durch und gibt dann 5 Tropfen konzentrierte Salzsäure zu.

Ergebnis a

Der zunächst entstandene Niederschlag kann aus Bariumsulfit oder aus Bariumkarbonat oder sogar aus beiden Salzen bestehen. Bariumsulfit wird durch Bromwasser oder Wasserstoffperoxidlösung zu Bariumsulfat oxydiert, das von konzentrierter Salzsäure nicht gelöst wird:

$$BaSO_3 + Br_2 + H_2O \rightarrow BaSO_4 + 2HBr$$
$$BaSO_3 + H_2O_2 \rightarrow BaSO_4 + H_2O$$

Bariumkarbonat reagiert nicht mit Wasserstoffperoxidlösung oder Bromwasser. Es wird durch konzentrierte Salzsäure zersetzt:

$$BaCO_3 + 2HCl \rightarrow BaCl_2 + H_2O + CO_2\uparrow$$

Der verbleibende Niederschlag von Bariumsulfat ist ein Beweis dafür, daß Sulfit anwesend war.

Durchführung b

Karbonatnachweis: Im Apparat 2 löst man je eine reichliche Spatelspitze Natriumkarbonat und Natriumsulfit in 10 Tropfen Wasser und fügt noch 10 Tropfen Bromwasser oder 10 Tropfen 3%ige Wasserstoffperoxidlösung hinzu. Der Apparat 6 wird mit 10 Tropfen Bariumhydroxidlösung gefüllt.

Auf die Lösung im Apparat 2 läßt man konzentrierte Schwefelsäure einwirken.

Ergebnis b

Durch das Bromwasser oder die Wasserstoffperoxidlösung wird das Sulfit zu Sulfat oxydiert (↗ Ergebnis a). Bei der nachfolgenden Zugabe von Schwefelsäure wird nur das Karbonat zersetzt:

$$Na_2CO_3 + H_2SO_4 \rightarrow Na_2SO_4 + H_2O + CO_2\uparrow$$

Der Niederschlag in der Vorlage kann daher nur aus Bariumkarbonat bestehen:

$$Ba(OH)_2 + CO_2 \rightarrow BaCO_3\downarrow + H_2O$$

Darstellung der Schwefelsäure nach dem Kontaktverfahren 66

Zielstellung

Die Schüler lernen die Aufeinanderfolge und die Abhängigkeit der beim Kontaktverfahren ablaufenden Reaktionen modellhaft kennen. Sie üben das Ausführen eines komplizierten technologischen Experimentes mit dem Instrumentarium der Halbmikrotechnik.

Bemerkungen

Als Katalysatoren benutzt man Chrom(III)-oxid auf Asbestwolle, Eisen(III)-oxid auf Asbestwolle oder auf Bimsstein oder Vanadin(V)-oxid auf Asbestwolle. Die Katalysatoren können folgendermaßen hergestellt werden:
Für halbmikrotechnische Arbeiten eignet sich von diesen drei Katalysatoren am besten Chrom(III)-oxid auf Asbestwolle. In einem Freiberger Mörser wird pulverförmiges Chrom(III)-oxid mit Asbestwolle innig verrieben. Man braucht dann nicht so stark zu erhitzen.
Bei Verwendung von Eisen(III)-oxid muß dieses auch mit Asbestwolle verrieben werden. Die katalytische Wirksamkeit ist aber geringer. Außerdem muß stärker erhitzt werden.
Eine größere katalytische Wirksamkeit des Eisen(III)-oxids erreicht man, wenn man den Katalysator auf Bimsstein niederschlägt. Zu diesem Zweck wird körniger Bimsstein mit einer Eisen(II)-sulfatlösung getränkt und in einer Abdampfschale geglüht, bis eine vollständige Umsetzung zu Eisen(III)-oxid erreicht ist.
Wird Vanadin(V)-oxid als Katalysator benutzt, so kann hier die katalytische Wirksamkeit durch vorheriges Schmelzen mit Natriumhydroxid und anschließendes Pulverisieren und Verreiben mit Asbestwolle erhöht werden.
Ein sehr großer katalytischer Effekt kann erzielt werden, wenn man zu einem der erwähnten Katalysatoren eine geringe Menge festes Silbernitrat hinzufügt. Allerdings entspricht diese Katalyse dann nicht mehr der technischen Durchführung des Kontaktverfahrens, da die Kontaktwirkung durch nitrose Gase hervorgerufen wird.

Instrumentarium a

Gummidoppelgebläse, Quetschhahn, Apparat 8, Apparat 12, Aktivkohleadsorptionsrohr, 2 Reagenzglasständer, Brenner, Spatel, Glasstab, Pinzette

Chemikalien a

Schwefelsäure konz., Pyrit, Asbestwolle, Chrom(III)-oxid, Vanadin(V)-oxid, Eisen(III)-oxid, Bariumhydroxidlösung 0,1 n, Salzsäure konz., Wasser, Bimsstein

Durchführung a

In den Apparat 8 gibt man 20 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure und verbindet das Gaseinleitungsrohr mit einem Gummidoppelgebläse. Dieser Apparat hat die Aufgabe, die Luft vorzutrocknen. Außerdem kann hier erkannt werden, wieviel Luft aus dem Gummidoppelgebläse eintritt. Das

Verbrennungsrohr des Apparates 12 beschickt man vom offenen Ende mit einem Spatel feinkörnigem Pyrit. Der Pyrit wird von beiden Seiten durch je einen Asbestwollepfropfen locker eingeschlossen. Anschließend führt man von der anderen Seite aus eine lockere, etwa 2 cm lange Schicht des Katalysators ein. In das Reagenzglas des Apparates 12 gibt man 10 Tropfen 0,1 n Bariumhydroxidlösung und 10 Tropfen konzentrierte Salzsäure. An das seitliche Ansatzrohr des Apparates 12 schließt man ein Aktivkohleadsorptionsrohr an und verbindet beide Apparate miteinander (Abb. 78a). Nun wird zuerst der Katalysator etwa 2 min stark erhitzt, dann erhitzt man auch den Pyrit und entnimmt dem Gummidoppelgebläse einen zügigen Luftstrom.

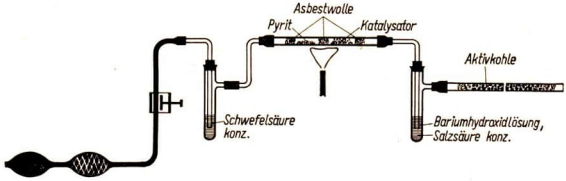


Abb. 78a Darstellung der Schwefelsäure nach dem Kontaktverfahren (Durchführung a)

Ergebnis a

Nach etwa 3···5 min ist in der stark salzsauren Bariumchloridlösung ein Niederschlag zu erkennen. Dieser Niederschlag kann nur aus Bariumsulfat bestehen, da Bariumsulfit von der konzentrierten Salzsäure gelöst würde. Das beim Abrösten des Pyrits entweichende Schwefeldioxid (↗ Versuch 62) muß nachträglich zu Schwefeltrioxid oxydiert worden sein. Schwefeltrioxid verbindet sich in geringem Maße mit Wasser zu Schwefelsäure, die sich mit Bariumchloridlösung umsetzt:

$$2SO_2 + O_2 \rightarrow 2SO_3$$

$$SO_3 + H_2O \rightarrow H_2SO_4$$

Vergleicht man das Experiment mit der technischen Herstellung der Schwefelsäure nach dem Kontaktverfahren, dann entspricht der mit dem Pyrit beschickte Teil des Verbrennungsrohres dem „Röstofen", während der mit dem Katalysator gefüllte Teil des Verbrennungsrohres mit dem „Kontaktofen" verglichen werden kann. Die zwischen dem Pyrit und dem Katalysator befindliche Schicht Asbestwolle übernimmt die Aufgabe der „Flugstaubkammer".

Instrumentarium b

Gummidoppelgebläse, Quetschhahn, Apparat 8, Verbrennungsrohr, Ausgleichrohr, 2 T-Stücke, Aktivkohleadsorptionsrohr, Brenner, Stativ mit Klemme und Muffe, Reagenzglasständer, Spatel, Glasstab, Pinzette, Sifonsauger

Chemikalien b

↗ Chemikalien a

Durchführung b

Die Apparatur wird in gleicher Weise wie bei der Durchführung a zusammengesetzt. Lediglich der Apparat 12 wird auseinandergenommen. An das Verbrennungsrohr wird ein „Waschturm" – bestehend aus 2 miteinander verbundenen und mit körnigem Bimsstein gefüllten T-Stücken – angeschlossen. Das obere T-Stück verschließt man mit einem kleinen, mit

destilliertem Wasser gefüllten Halbmikro-Tropfer und verbindet es mit einem Aktivkohleadsorptionsrohr (Abb. 78b). Das untere T-Stück wird mit einem Sifonsauger verschlossen. Vor der Versuchsdurchführung durchnäßt man den Bimsstein im „Waschturm" mit Wasser.

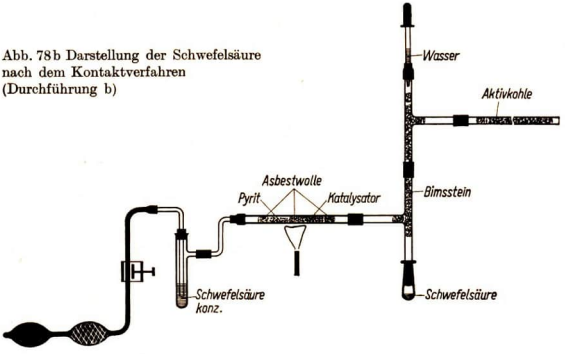


Abb. 78b Darstellung der Schwefelsäure nach dem Kontaktverfahren (Durchführung b)

Der Katalysator wird 2 min kräftig erhitzt. Anschließend erhitzt man auch den Pyrit und entnimmt dann dem Gummidoppelgebläse einen zügigen Luftstrom. Während der Versuchsdurchführung wird den Gasen im „Waschturm" Wasser entgegengedrückt.
Nach 3···5 min ist der Versuch zu beenden. Der „Waschturm" wird abgenommen. Man läßt noch so viel Wasser hindurchlaufen, daß im Sifonsauger etwa 10 Tropfen enthalten sind. Diese überführt man in ein Halbmikro-Reagenzglas, säuert mit 10 Tropfen konzentrierter Salzsäure an und gibt dann 10 Tropfen 0,1 n Bariumhydroxidlösung hinzu.

Ergebnis b

Es ist Schwefelsäure entstanden (↗ Durchführung a). Durch den Einsatz des „Waschturmes" verbindet sich das Schwefeltrioxid besser mit dem Wasser. Außerdem wird in dieser Anlage das Gegenstromprinzip deutlich.

Darstellung der Schwefelsäure nach dem Bleikammerverfahren 67

Zielstellung

Die Schüler lernen die Aufeinanderfolge und die Abhängigkeit der beim Bleikammerverfahren ablaufenden Reaktionen modellhaft kennen.

Instrumentarium

Stativ mit Klemme und Muffe, Gummidoppelgebläse, Quetschhahn, Apparat 12, Ausgleichrohr, 3 T-Stücke, 2 Halbmikro-Tropfer, Sifonsauger, Glasrohr (Länge 10 cm, Durchmesser 8 mm), Reagenzglas mit seitlichem Ansatzrohr, Apparat 10, Aktivkohleadsorptionsrohr, Brenner, Reagenzglasgestell, Reagenzglasständer, Ablage für Halbmikro-Tropfer, Pinzette, Glasstab, Spatel

Chemikalien

Pyrit, Asbestwolle, Aktivkohle gekörnt, Salpetersäure konz., destilliertes Wasser, Schwefelsäure konz., Salzsäure konz., Bariumchloridlösung

Durchführung

Das Verbrennungsrohr des Apparates 12 beschickt man mit 2 Spatel feinkörnigem Pyrit, der auf beiden Seiten durch Asbestwollepfropfen locker

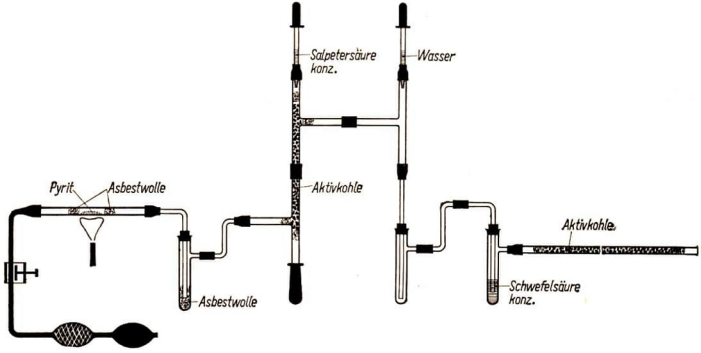
eingeschlossen wird. In das Reagenzglas des Apparates 12 gibt man etwas Asbestwolle. Die freie Öffnung des Verbrennungsrohres, das in ein Stativ eingespannt ist, wird mit einem Gummidoppelgebläse verbunden. An das seitliche Ansatzrohr des Apparates 12 ist ein Ausgleichrohr angeschlossen, das die Verbindung zu zwei turmartig angeordneten T-Stücken herstellt. Die T-Stücke werden mit körniger Aktivkohle gefüllt. Das untere T-Stück verschließt man mit einem Sifonsauger, das obere mit einem kleinen, mit konzentrierter Salpetersäure gefüllten Halbmikro-Tropfer. Vor der Versuchsdurchführung wird die Aktivkohle mit konzentrierter Salpetersäure getränkt. Der mittlere Schenkel des oberen T-Stückes wird mit dem mittleren Schenkel eines weiteren T-Stückes verbunden. Dieses T-Stück wird nach unten durch ein Glasrohr verlängert. Das Glasrohr reicht bis etwa 1 cm über den Boden eines Reagenzglases mit seitlichem Ansatzrohr und verschließt das Reagenzglas gleichzeitig. Oben wird dieses T-Stück durch einen kleinen, mit destilliertem Wasser gefüllten Halbmikro-Tropfer verschlossen. Den Abschluß der Versuchsanordnung bilden der mit 20 Tropfen konzentrierter Schwefelsäure gefüllte Apparat 10 und ein Aktivkohleadsorptionsrohr (Abb. 79). T-Stücke und Apparat 10 werden durch ein Reagenzglasgestell gehaltert. Wenn die Apparatur zusammengestellt ist, wird das Verbrennungsrohr in der Flamme eines Brenners erhitzt und aus dem Gummidoppelgebläse ein gleichmäßiger, nicht zu kräftiger Luftstrom entnommen. Die beiden Halbmikro-Tropfer werden langsam ausgedrückt. Nach 3···4 min stellt man das Erhitzen ein.

Die Lösung im vorletzten Reagenzglas mit seitlichem Ansatzrohr wird mit konzentrierter Salzsäure angesäuert und mit 10 Tropfen Bariumchloridlösung versetzt.

Ergebnis

In der Lösung ist Schwefelsäure enthalten. Das beim Abrösten des Pyrits entstandene Schwefeldioxid wurde unter dem katalytischen Einfluß des aus konzentrierter Salpetersäure freigewordenen Stickstoffdioxids zu Schwefeltrioxid oxydiert. Stickstoffdioxid wird dabei zu Stickstoffmonoxid

Abb. 79 Darstellung der Schwefelsäure nach dem Bleikammerverfahren



reduziert, nimmt aber aus der Luft wieder Sauerstoff auf. Es wirkt bei dieser Reaktion als Sauerstoffüberträger:

$$2NO_2 + 2SO_2 \rightarrow 2SO_3 + 2NO$$
$$2NO + O_2 \rightarrow 2NO_2$$
$$\overline{2SO_2 + O_2 \rightarrow 2SO_3}$$

Das Schwefeltrioxid hat sich mit dem Wasser zum Teil zu Schwefelsäure umgesetzt (↗ S. 102, Versuch 66).
Vergleicht man das Experiment mit der technischen Herstellung der Schwefelsäure nach dem Bleikammerverfahren, dann entspricht das mit Pyrit gefüllte Verbrennungsrohr dem „Röstofen", das daran angeschlossene, Asbestwolle enthaltende Reagenzglas mit seitlichem Ansatzrohr der „Flugstaubkammer", die mit Aktivkohle gefüllten T-Stücke dem „Gloverturm" und das darauffolgende T-Stück mit dem Reagenzglas der „Bleikammer". Auf eine Nachbildung des Gay-Lussac-Turmes wurde verzichtet.

Reaktionen der verdünnten und der konzentrierten Schwefelsäure 68

Zielstellung

Die Schüler sollen aus den Experimenten folgern, daß mit verdünnter Schwefelsäure die für Säuren typischen Reaktionen ausgeführt werden können und daß die konzentrierte Schwefelsäure eine hygroskopische, oxydierende Säure ist.

Bemerkungen

Die Experimente können gut als entwickelnde und erarbeitende Schülerübungsexperimente in getrennt gemeinschaftlicher Arbeitsweise nach dem „verwebenden Verfahren" eingesetzt werden.
Vorsicht! Es muß auf die Gefahren beim Umgang mit konzentrierter Schwefelsäure hingewiesen werden.

Instrumentarium

Apparat 1, Apparat 10, Gaseinleitungsrohr, Spatel, 3 Halbmikro-Reagenzgläser, Brenner, Reagenzglasständer, Reagenzglashalter, Glasstab, Becherglas, Aktivkohleadsorptionsrohr

Chemikalien

Zink pulv., Eisen pulv., Kupferspäne, Kupfer(II)-oxid, Sacharose (Rohrzucker), Schwefelsäure verd., Schwefelsäure konz., Wasser, Bariumhydroxidlösung, Salzsäure konz.

Durchführung a

Im Apparat 1 läßt man auf eine reichliche Spatelspitze Zink- oder Eisenpulver verdünnte Schwefelsäure tropfen. An das seitliche Ansatzrohr wird ein Gaseinleitungsrohr so angeschlossen, daß es nach oben gerichtet ist. Darüber wird ein Halbmikro-Reagenzglas gestülpt. Dieses wird nach einiger Zeit abgenommen, mit dem Daumen verschlossen und dann mit der Öffnung gegen die Flamme eines Brenners gerichtet. *Vorsicht!*

Ergebnis a

Durch Einwirkung von verdünnter Schwefelsäure auf Zink- oder Eisenpulver entstehen Wasserstoff und das entsprechende Salz:

$$Zn + 2H^+ + SO_4^{2-} \rightarrow Zn^{2+} + SO_4^{2-} + H_2\uparrow$$
$$Fe + 2H^+ + SO_4^{2-} \rightarrow Fe^{2+} + SO_4^{2-} + H_2\uparrow$$

Hält man ein Wasserstoff-Luft-Gemisch gegen eine Flamme, dann verpufft es (Knallgasprobe).

Durchführung b

In einem Halbmikro-Reagenzglas gibt man zu einer Spatelspitze Kupfer(II)-oxid 5··· 10 Tropfen verdünnte Schwefelsäure und einen Glasstab. Das Reagenzglas wird vorsichtig erwärmt.

Ergebnis b

Durch Einwirkung verdünnter Schwefelsäure auf Kupfer(II)-oxid entsteht Kupfer(II)-sulfat:

$$CuO + H_2SO_4 \rightarrow CuSO_4 + H_2O$$

Durchführung c

Der Apparat 1 wird in der Hand gehalten und mit 10 Tropfen Wasser gefüllt. In den Halbmikro-Tropfer nimmt man konzentrierte Schwefelsäure auf, verschließt den Apparat und gibt allmählich 10··· 15 Tropfen Säure in das Wasser.

Ergebnis c

Beim Verdünnen von konzentrierter Schwefelsäure wird Wärme frei. Man verdünnt daher, indem man die konzentrierte Schwefelsäure vorsichtig dem Wasser zufügt und gleichzeitig gut verrührt.
Gibt man Wasser in konzentrierte Schwefelsäure, so schwimmt es infolge seiner geringeren Dichte auf der Säure. An der Berührungsfläche des Wassers mit der Säure wird Wärme frei und diese kann das Wasser bis zum Sieden erhitzen. Der entstehende Wasserdampf reißt beim Entweichen leicht einen Teil der Lösung mit aus dem Gefäß heraus, so daß die Gefahr der Säureverätzung besteht! *Vorsicht!* Beim Verdünnen einer größeren Menge konzentrierter Schwefelsäure muß in jedem Fall mit einer Schutzbrille gearbeitet werden!

Durchführung d

In einem Halbmikro-Reagenzglas stellt man aus 2 gehäuften Spateln Sacharose und 15 Tropfen Wasser eine konzentrierte Lösung her. Dann gibt man 40 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure zu, schüttelt das Reagenzglas und stellt es in ein Becherglas.

Ergebnis d

Aus der Sacharoselösung wird durch Einwirkung der konzentrierten Schwefelsäure elementarer Kohlenstoff abgeschieden, der das ganze Reagenzglas ausfüllt.

Durchführung e

Im Apparat 1 läßt man auf eine Spatelspitze Kupferspäne konzentrierte Schwefelsäure tropfen. An das seitliche Ansatzrohr ist der Apparat 10 angeschlossen, der 20 Tropfen Bariumhydroxidlösung enthält. Ein Aktivkohleadsorptionsrohr schließt die Apparatur ab. Wenn die Apparatur zusammengestellt ist, wird der Gasentwickler des Apparates 1 kurze Zeit in der Brennerflamme erwärmt. Nach Abschluß der Reaktion gibt man zu der Bariumhydroxidlösung tropfenweise konzentrierte Salzsäure bis zur deutlich sauren Reaktion.

Ergebnis e

Konzentrierte Schwefelsäure löst Kupfer. Sie wirkt gegenüber Kupfer zunächst als Oxydationsmittel und wird dabei selbst zur schwefligen Säure reduziert:

$$Cu + H_2SO_4 \rightarrow CuO + H_2SO_3$$

Kupfer(II)-oxid wird von Schwefelsäure gelöst:

$$CuO + H_2SO_4 \rightarrow CuSO_4 + H_2O$$

Die entstehende schweflige Säure zerfällt:

$$H_2SO_3 \rightarrow H_2O + SO_2\uparrow$$

Das Schwefeldioxid entweicht und bildet mit Bariumhydroxidlösung schwerlösliches Bariumsulfit:

$$SO_2 + Ba(OH)_2 \rightarrow BaSO_3\downarrow + H_2O$$

Die schwerflüchtige Salzsäure verdrängt die leichter flüchtige schweflige Säure aus dem Bariumsulfit:

$$BaSO_3 + 2\,HCl \rightarrow BaCl_2 + H_2O + SO_2\uparrow$$

3.2.7. Halogene

Fluorwasserstoff ätzt Glas — 69

Zielstellung Die Schüler lernen die Darstellung von Fluorwasserstoff und die Umsetzung mit Siliziumdioxid kennen.

Bemerkungen *Vorsicht!* Fluorwasserstoff kann schwere Hornhautschäden der Augen verursachen!

Instrumentarium Kochbecher aus Plast (Einsatz von Photoentwicklerflaschen), Ständer für Halbmikro-Kochgläser, Spatel, Objektträger, Halbmikro-Tropfer

Chemikalien Kalziumfluorid, Schwefelsäure konz., destilliertes Wasser

Durchführung In den Kochbecher werden 2 Spatel Kalziumfluorid gegeben. Man fügt etwa 10 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure hinzu. Entwickeln sich weiße Nebel, so wird der Objektträger aufgelegt. Nach einigen Minuten entfernt man den Objektträger wieder und spült ihn mit Wasser ab. Mit dem Fingernagel wird über seine Oberfläche gestrichen.

Ergebnis Aus Kalziumfluorid und konzentrierter Schwefelsäure entsteht Fluorwasserstoff, der mit dem Siliziumdioxid des Glases unter Bildung von gasförmigem Siliziumtetrafluorid reagiert. Dadurch entstehen im Glas Unebenheiten, die mit dem Fingernagel zu fühlen sind:

$$CaF_2 + H_2SO_4 \rightarrow 2\,HF\uparrow + CaSO_4$$

$$4\,HF + SiO_2 \rightarrow SiF_4\uparrow + 2\,H_2O$$

Darstellung und Nachweis von Chlorwasserstoff — 70

Zielstellung Die Schüler sollen erkennen, daß aus Natriumchlorid und Schwefelsäure durch Verdrängungsreaktion Chlorwasserstoff entsteht. Sie lernen Nachweisreaktionen kennen.

Instrumentarium Halbmikro-Kochglas, Ständer für Halbmikro-Kochgläser, Spatel, Glasstab, Brenner

Chemikalien Natriumchlorid, Schwefelsäure konz., Lackmuspapier, Wasser, Silbernitratlösung, Ammoniaklösung konz.

Durchführung In einem Halbmikro-Kochglas gibt man zu einer Spatelspitze Natriumchlorid 2···3 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure. Über die Öffnung des Halbmikro-Kochglases hält man ein Stück angefeuchtetes Lackmuspapier und jeweils an einem sauberen Glasstab einen Tropfen Silbernitratlösung

beziehungsweise einen Tropfen konzentrierte Ammoniaklösung. Anschließend erwärmt man das Halbmikro-Kochglas.

Ergebnis

Durch Einwirkung von Schwefelsäure auf Natriumchlorid entsteht ein Gas, das mit Wasser eine Säure bildet. Die schwerer flüchtige Schwefelsäure verdrängt den leichter flüchtigen Chlorwasserstoff, der Feuchtigkeit aus der Luft aufnimmt und deshalb Nebel bildet:

$$NaCl + H_2SO_4 \rightarrow NaHSO_4 + HCl\uparrow$$

Beim Erwärmen setzt erneut eine Gasentwicklung ein:

$$NaCl + NaHSO_4 \rightarrow Na_2SO_4 + HCl\uparrow$$

Chlorwasserstoff bildet mit Silbernitratlösung einen schwerlöslichen Niederschlag:

$$HCl + AgNO_3 \rightarrow AgCl\downarrow + HNO_3$$

und mit dem aus konzentrierter Ammoniaklösung entweichenden Ammoniak weißen Rauch:

$$NH_3 + HCl \rightarrow NH_4Cl$$

Vergleich der Reaktionsfähigkeit von Halogenen gegenüber Wasserstoff 71

Zielstellung

Die Schüler sollen die unterschiedliche Oxydierbarkeit (Reduktionswirkung) der Halogenwasserstoffe erkennen.

Instrumentarium

4 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasgestell, Spatel, Halbmikro-Tropfer

Chemikalien

Kalziumfluorid, Natriumchlorid, Kaliumbromid, Kaliumjodid, Schwefelsäure konz., destilliertes Wasser, Lackmuspapier blau, Bleiäthanat-(Bleiazetat-)papier

Durchführung

In 4 Halbmikro-Reagenzgläsern gibt man je 2···3 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure zu je einem Spatel Kalziumfluorid, Natriumchlorid, Kaliumbromid und Kaliumjodid.
Die entweichenden Gase werden mit angefeuchtetem blauen Lackmuspapier geprüft. Gleichzeitig stellt man Farbe und Geruch der Gase fest. *Vorsicht!* Anschließend hält man ein angefeuchtetes Stück Bleiäthanatpapier nacheinander über die einzelnen Reagenzgläser.

Ergebnis

In allen 4 Reagenzgläsern entstehen durch Verdrängungsreaktionen die entsprechenden Halogenwasserstoffe, die feuchtes blaues Lackmuspapier röten. Aus Bromiden und Jodiden entweicht außerdem elementares Brom beziehungsweise Jod. Bromwasserstoff und Jodwasserstoff werden durch die konzentrierte Schwefelsäure teilweise oxydiert. Sie selbst wirken reduzierend:

$$2HBr + H_2SO_4 \rightarrow H_2SO_3 + H_2O + Br_2$$
$$H_2SO_3 \rightarrow H_2O + SO_2\uparrow$$

Über dem Kaliumjodid und Schwefelsäure enthaltenden Reagenzglas wird das Bleiäthanatpapier teilweise geschwärzt. Die Reduktionswirkung des Jodwasserstoffs ist so groß, daß die Schwefelsäure zum Teil bis zu Schwefelwasserstoff reduziert wird.

Zielstellung

Die Schüler sollen die unterschiedliche Elektronenaffinität der Halogene Chlor, Brom und Jod erkennen. Sie stellen die entsprechenden Redoxgleichungen auf.

Bemerkungen

Die Experimente können gut als entwickelnde und erarbeitende Schülerübungsexperimente in getrennt gemeinschaftlicher Arbeitsweise nach dem „verwebenden Verfahren" eingesetzt werden.

Instrumentarium a

3 Halbmikro-Reagenzgläser, 3 Reagenzglasständer, Glasstab

Chemikalien

Kaliumjodidlösung 0,1 n, Kaliumbromidlösung, Chlorwasser, Bromwasser, Tetrachlormethan (Tetrachlorkohlenstoff)

Durchführung

Zu 10 Tropfen Kaliumjodidlösung gibt man in einem Halbmikro-Reagenzglas 5 Tropfen Tetrachlormethan und 5 Tropfen Chlorwasser und rührt mit einem Glasstab kräftig um.
Der Versuch wird in der gleichen Weise mit Bromwasser an Stelle von Chlorwasser durchgeführt.
Den Versuch führt man dann mit Kaliumbromidlösung an Stelle von Kaliumjodidlösung durch.

Ergebnis

Es entsteht Jod, das sich in Tetrachlormethan mit rotvioletter Farbe löst. Jodide werden durch Chlor- oder Bromwasser oxydiert:

$$2J^- + Cl_2 \rightarrow J_2 + 2Cl^-$$

$$2J^- + Br_2 \rightarrow J_2 + 2Br^-$$

Durch Einwirkung von Chlorwasser auf Bromide entsteht Brom:

$$2Br^- + Cl_2 \rightarrow Br_2 + 2Cl^-$$

Die Elektronenaffinität der Halogene nimmt in der Reihenfolge Chlor, Brom, Jod ab.

3.3. Elektrolyse

Untersuchung der Leitfähigkeit von Flüssigkeiten und Lösungen 73

Zielstellung

Die Schüler sollen erkennen, daß die wäßrigen Lösungen von Säuren, Basen und Salzen den elektrischen Strom leiten.

Bemerkungen

Die Experimente können gut als entwickelnde und erarbeitende Schülerübungsexperimente in getrennt gemeinschaftlicher Arbeitsweise nach dem „verwebenden Verfahren" eingesetzt werden. Bei Einhaltung der angegebenen Bedingungen beträgt der Stromfluß für jede Versuchsapparatur zwischen 60 mA und 150 mA.

Instrumentarium a

Leitfähigkeitsprüfer, Glühlampe (6 V, 0,07 A), Wechselstromquelle (6···8 V), Stromzuleitungen, Uhrglasschale, Kristallisierschale, Rundfilter

Chemikalien a

Schwefelsäure verd., Salzsäure verd., Phosphorsäure verd., Natriumhydroxidlösung verd., Kupfer(II)-sulfatlösung 5%ig, Natriumchloridlösung 10%ig, Tetrachlormethan (Tetrachlorkohlenstoff), Benzin, Äthanol (Äthylalkohol), destilliertes Wasser

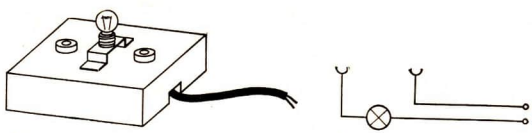


Abb. 80 Leitfähigkeitsprüfer a) Gerät; b) Schaltbild

Durchführung a

5 Tropfen der zu untersuchenden Lösungen werden auf eine Uhrglasschale gegeben. Dann schließt man den Leitfähigkeitsprüfer (Abb. 80) an die Wechselstromquelle an und untersucht auf Leitfähigkeit. Nach jeder Prüfung werden beide Prüfelektroden in die mit destilliertem Wasser gefüllte Kristallisierschale getaucht und anschließend abgewischt. Auf die gesäuberte Uhrglasschale bringt man die nächste zu prüfende Lösung.

Ergebnis a

Die in Wasser gelösten Säuren, Basen und Salze leiten den elektrischen Strom, weil sie dissoziiert vorliegen.

Instrumentarium b

Leitfähigkeitsprüfer, Glühlampe (6 V, 0,7 A), Wechselstromquelle (6···8 V), Stromzuleitungen, 2···5 Uhrglasschalen, Spatel, Halbmikro-Tropfer, Kristallisierschale, Rundfilter

Chemikalien b

Natriumchlorid, Ammoniumsulfat, Eisen(II)-sulfat, Kaliumnitrat, Kaliumchlorid, destilliertes Wasser

Durchführung b

Auf eine Uhrglasschale wird eine kleine Spatelspitze der zu prüfenden Festsubstanz gegeben. Die Prüfelektroden werden so aufgelegt, daß sich die Festsubstanz zwischen den Drähten befindet. Anschließend wird die Substanz in 20 Tropfen destilliertem Wasser gelöst. Jetzt wird erneut geprüft. Bevor der nächste Stoff untersucht wird, säubert man die Uhrglasschale und die Prüfelektroden.

Ergebnis b

Die untersuchten Festsubstanzen leiten den elektrischen Strom nicht. In ihren Lösungen liegen sie dagegen dissoziiert vor und leiten den elektrischen Strom.

Vergleich der Leitfähigkeit gleichkonzentrierter Säuren und Basen 74

Zielstellung

Die Schüler sollen die unterschiedliche Leitfähigkeit von gleichkonzentrierten Säuren und Basen erkennen. Die Begriffe „starke, mittelstarke und schwache Elektrolyte" werden erarbeitet.

Bemerkungen

Die zu untersuchenden Substanzen sollten etwa 2 n sein.

Instrumentarium

Leitfähigkeitsprüfer, Glühlampe (6 V, 0,07 A), Wechselstromquelle (6···8 V), Stromzuleitungen, 7 Uhrglasschalen, Kristallisierschale, Rundfilter

Chemikalien

Salzsäure verd., Schwefelsäure verd., Phosphorsäure verd., Äthansäure (Essigsäure) verd., Natriumhydroxidlösung verd., Ammoniaklösung verd., Bariumhydroxidlösung, destilliertes Wasser, Indikator M

Durchführung

Auf 4 Uhrglasschalen gibt man jeweils 10 Tropfen annähernd gleichkonzentrierter verdünnter Salzsäure, Schwefelsäure, Phosphorsäure und Äthansäure. Der Leitfähigkeitsprüfer wird an die Wechselstromquelle (6···8 V)

angeschlossen. Zur Kontrolle der Funktionstüchtigkeit werden die beiden Prüfelektroden kurzzeitig mit einem metallischen Gegenstand überbrückt. Nun taucht man die Prüfelektroden in die erste Substanz. Die Leuchtintensität wird beobachtet und mit der Intensität der Funktionsprobe verglichen. Nach dem Säubern der Prüfelektrode prüft man die anderen Substanzen in der gleichen Weise. Leuchtet die Lampe nicht auf, so wird zur Substanz ein Tropfen Indikator M gegeben.
Auf 3 Uhrglasschalen gibt man jeweils 10 Tropfen annähernd gleichkonzentrierter verdünnter Natriumhydroxidlösung, Ammoniaklösung und Bariumhydroxidlösung. Dann wird der Versuch wie bei der Untersuchung der Säuren fortgesetzt.

Ergebnis

Beim Eintauchen der Prüfelektroden in Salzsäure, Schwefelsäure und Natriumhydroxidlösung leuchtet die Lampe mit voller Intensität auf. Es handelt sich um starke Elektrolyte. Bei der Prüfung von Phosphorsäure und Ammoniaklösung glüht die Lampe nur schwach. Diese Stoffe zählen zu den mittelstarken Elektrolyten. Beim Eintauchen in Äthansäure und Bariumhydroxidlösung ist kein oder nur ein schwaches Glimmen der Lampe zu beobachten. Es sind schwache Elektrolyte. Durch Zugabe eines Tropfens Indikatorlösung kann aber bewiesen werden, daß in der Lösung Ionen vorhanden sein müssen. Die Unterschiede in der Leitfähigkeit beruhen auf dem unterschiedlichen Dissoziationsgrad der Substanzen.

Abhängigkeit der Leitfähigkeit von der Verdünnung 75

Zielstellung

Die Schüler sollen die Zunahme der Leitfähigkeit beim Verdünnen von konzentrierter Schwefelsäure erkennen.

Instrumentarium

Leitfähigkeitsprüfer, Glühlampe (6 V, 3 W), Uhrglasschale, Wechselstromquelle (6···8 V), Halbmikro-Tropfer, Stromzuleitungen

Chemikalien

Schwefelsäure konz., destilliertes Wasser

Durchführung

Auf eine Uhrglasschale werden 2 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure gegeben. Dann schließt man den Leitfähigkeitsprüfer an die Wechselstromquelle an. Die Prüfelektroden werden in die Schwefelsäure getaucht. Mit einem Halbmikro-Tropfer gibt man langsam 8 Tropfen destilliertes Wasser hinzu. Dabei wird die Lampe genau beobachtet.

Ergebnis

Die Lampe glüht beim Eintauchen der Prüfelektroden in konzentrierte Schwefelsäure nicht oder nur wenig auf. Mit steigender Verdünnung nimmt die Leitfähigkeit zu. Das läßt auf eine Zunahme der Ionenzahl schließen.
Dieses Verhalten zeigen im engeren Sinne nur die schwachen Elektrolyte. Die starken Elektrolyte, zu denen auch Schwefelsäure zählt, sind stets vollständig dissoziiert. Bei hohen Konzentrationen ist allerdings die gegenseitige Beeinflussung der Ionen und ihrer Hydrathüllen so groß, daß eine Abnahme der Äquivalentleitfähigkeit mit steigender Konzentration zu beobachten ist.

Elektrolyse verdünnter Salzsäure 76

Zielstellung

Die Schüler elektrolysieren Salzsäure und weisen die Abscheidungsprodukte Wasserstoff und Chlor nach.

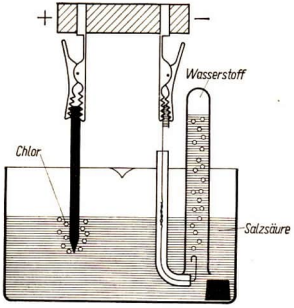


Abb. 81 Elektrolyse verdünnter Salzsäure

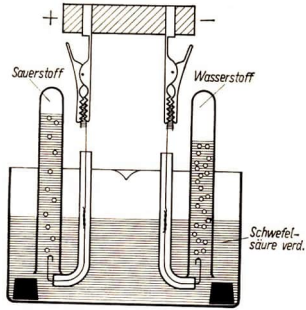


Abb. 82 Elektrolyse verdünnter Schwefelsäure

Bemerkungen

Bei Einhaltung der angeführten Versuchsbedingungen fließt bei einer Spannung von 6 V ein Strom von etwa 150 mA.

Instrumentarium

Elektrodenhalter, Kohlenelektrode, Drahtelektrode, Gleichstromquelle (6···8 V), Stromzuleitungen, Kristallisierschale als pneumatische Wanne, Halbmikro-Reagenzglas mit Stopfen, Spiritusbrenner, Pinzette, Halbmikro-Tropfer, Stativ mit Klemme und Muffe

Chemikalien

Salzsäure verd. 100 ml, Kaliumjodidstärkepapier

Durchführung

Die Elektrolyse wird in der vorbereiteten „pneumatischen Wanne" ausgeführt (↗ Versuch 82). Über die Katode (Drahtelektrode) wird ein gefülltes Halbmikro-Reagenzglas gestülpt. In die Nähe der Anode (Kohlenelektrode) hält man einen angefeuchteten Streifen Kaliumjodidstärkepapier (Abb. 81). Ist das Reagenzglas mit Gas gefüllt, wird der Stromfluß unterbrochen und das Gas auf Brennbarkeit untersucht.

Ergebnis

Bei der Elektrolyse von Salzsäure entsteht an der Katode Wasserstoff, an der Anode Chlor. Das Chlor setzt aus dem Kaliumjodid des Reagenzpapiers elementares Jod in Freiheit, das mit Stärke unter Bildung einer blauen Verbindung reagiert.

Elektrolyse verdünnter Schwefelsäure 77

Zielstellung

Die Schüler elektrolysieren verdünnte Schwefelsäure. Die Abscheidungsprodukte Sauerstoff und Wasserstoff werden quantitativ aufgefangen und nachgewiesen.

Bemerkungen

Bei Einhaltung der angeführten Versuchsbedingungen fließt bei einer Spannung von 6 V ein Strom von 100··· 150 mA.

Instrumentarium

Elektrodenhalter, 2 Drahtelektroden, Gleichstromquelle (6···8 V), Stromzuleitungen, Kristallisierschale als pneumatische Wanne, 2 Halbmikro-Reagenzgläser mit Stopfen, Spiritusbrenner, Pinzette, Stativ mit Klemme und Muffe

Chemikalien

100 ml Schwefelsäure verd., Holzspan

Durchführung

Die Elektrolyse wird in der vorbereiteten „pneumatischen Wanne" (↗ Versuch 82) ausgeführt. Über beide Elektroden stülpt man je ein gefülltes Halbmikro-Reagenzglas und schließt den Stromkreis (Abb. 82). Ist das Glas über der Katode mit Gas gefüllt, so wird der Stromfluß unterbrochen. Nun bestimmt man das Volumenverhältnis beider Gase. Das Gas im Katodenraum prüft man auf Brennbarkeit. In das Anodenglas wird ein glimmender Span gehalten.

Ergebnis

Bei der Elektrolyse von verdünnter Schwefelsäure entsteht an der Katode Wasserstoff. An der Anode bildet sich durch Entladung von Hydroxid-Ionen des Wassers, die eine niedrigere Abscheidungsspannung als die Sulfat-Ionen aufweisen, Sauerstoff (↗ Versuch 84). Das Volumenverhältnis Wasserstoff zu Sauerstoff beträgt 2:1.

Elektrolyse von verdünnter Natriumhydroxidlösung 78

Zielstellung

Die Schüler elektrolysieren Natriumhydroxidlösung und weisen die Abscheidungsprodukte nach. Sie bestimmen das Volumenverhältnis beider Gase.

Bemerkungen

Unter den angegebenen Versuchsbedingungen fließt bei einer Spannung von 6 V ein Strom von etwa 150 mA.

Instrumentarium

Elektrodenhalter, 2 Drahtelektroden, Gleichstromquelle (6···8 V), Stromzuleitungen, Kristallisierschale als „pneumatische Wanne", 2 Halbmikro-Reagenzgläser mit Stopfen, Spiritusbrenner, Pinzette, Stativ mit Klemme und Muffe

Chemikalien

Natriumhydroxidlösung verd. 100 ml, Holzspan

Durchführung

Die Elektrolyse wird in der vorbereiteten „pneumatischen Wanne" (↗ Versuch 82) ausgeführt. Über beide Elektroden stülpt man je ein gefülltes Halbmikro-Reagenzglas. Nun wird der Stromkreis geschlossen. Ist das Glas über der Katode mit Gas gefüllt, wird der Stromfluß unterbrochen und das Volumenverhältnis der Gase bestimmt. Anschließend untersucht man das Gas des Katodenraumes auf Brennbarkeit und das Gas des Anodenraumes mit der Spanprobe.

Ergebnis

In verdünnter Natriumhydroxidlösung sind Natrium-Ionen, Wasserstoff-Ionen und Hydroxid-Ionen vorhanden. Unter den Versuchsbedingungen werden an der Katode Wasserstoff-Ionen und an der Anode Hydroxid-Ionen entladen (↗ Versuch 84).

Darstellung von Natriumhydroxidlösung nach dem Amalgamverfahren 79

Zielstellung

Der Versuch soll das Prinzip des chemisch-technischen Verfahrens zur Herstellung von Natronlauge aus Natriumchlorid nach dem Amalgamverfahren zeigen. Die Reaktionsprodukte Wasserstoff, Chlor und Natriumhydroxidlösung werden nachgewiesen.

Bemerkungen

Folgende vorbereitende Arbeiten müssen vom Lehrer ausgeführt werden: Aus Kupferblech (etwa 0,1 mm stark) werden Streifen (50 mm × 5 mm) geschnitten, 10 mm werden davon abgewinkelt, damit die Streifen bei den nachfolgenden Arbeiten mit der Pinzette gefaßt werden können. Außerdem stellt man sich Schalen mit konzentrierter Salpetersäure, destilliertem Wasser

und metallischem Quecksilber bereit. Das Gefäß mit Quecksilber muß in einer Wanne (z. B. Fotoschale) stehen. Die Kupferblechstreifen werden in konzentrierte Salpetersäure bis zur beginnenden Gasentwicklung getaucht. Dann nimmt man sie sofort heraus und spült sie mit destilliertem Wasser ab. Anschließend werden die Kupferblechstreifen in Quecksilber getaucht. Sollten nach etwa 30 s einige Stellen noch nicht amalgamiert sein, wird der Reinigungsprozeß wiederholt. Zum Abschluß wischt man das überschüssige Quecksilber mit Filtrierpapier ab. Die so hergestellten Quecksilberelektroden sind etwa 2 h verwendungsfähig. Sie können mehrfach wiederverwendet werden. Zweckmäßigerweise bewahrt man sie in einer Flasche unter destilliertem Wasser auf. Vor der Wiederverwendung müssen sie erneut amalgamiert werden.

Instrumentarium: Elektrodenhalter, Kohlenelektrode, amalgamierte Kupferblechelektrode, Kristallisierschale, Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Pinzette, Gleichstromquelle (6···8 V), Stromzuleitungen, Spiritusbrenner, Halbmikro-Tropfer

Chemikalien: Natriumchloridlösung 10%ig 100 ml, Phenolphthaleinlösung, Kaliumjodidstärkepapier, destilliertes Wasser

Durchführung: Man füllt die Kristallisierschale bis 1 cm unter den Rand mit Natriumchloridlösung. Die Kohlenelektrode und die Quecksilberelektrode werden an dem Elektrodenhalter befestigt, in die Lösung getaucht und an die Gleichstromquelle angeschlossen (Polung beachten!). Die Kohlenelektrode sollte etwa 1 cm tief eintauchen. Während der Elektrolyse hält man einen angefeuchteten Streifen Kaliumjodidstärkepapier in die Nähe der Anode. Nach 3···4 min werden die unter Spannung stehenden Elektroden aus der Lösung genommen und die Quecksilberelektrode in ein mit destilliertem Wasser gefülltes Halbmikro-Reagenzglas übergeführt, dem einige Tropfen Phenolphthaleinlösung zugesetzt sind. Die Mündung hält man an eine Brennerflamme.

Ergebnis: Durch die Amalgamierung verhält sich die Kupferelektrode wie eine Quecksilberelektrode. In der Natriumchloridlösung befinden sich Natrium-Ionen, Chlorid-Ionen und durch Dissoziation von Wasser Wasserstoff-Ionen und Hydroxid-Ionen. Nach der Stellung der Ionen in der Spannungsreihe müßten sich an der Katode Wasserstoff-Ionen abscheiden. Doch an Quecksilber zeigen diese eine so hohe Überspannung, daß die Wasserstoff-Ionen elektronegativer als die Natrium-Ionen werden. Deshalb werden Natrium-Ionen entladen. Das elementare Natrium wird vom Quecksilber unter Bildung von Natriumamalgam aufgenommen, das mit Wasser reagiert:

$$2Na + 2H_2O \rightarrow 2NaOH + H_2\uparrow$$

Die entstandene Hydroxidlösung kann durch Phenolphthalein nachgewiesen werden. An der Anode werden Chlorid-Ionen entladen. Es entweicht Chlor.

Elektrolyse von Kupfer(II)-chloridlösung 80

Zielstellung: Die Schüler elektrolysieren Kupfer(II)-chloridlösung und weisen die Abscheidungsprodukte Kupfer und Chlor nach.

Bemerkungen: Bei Einhaltung der angeführten Versuchsbedingungen fließt bei 6 V ein Strom von etwa 400 mA.

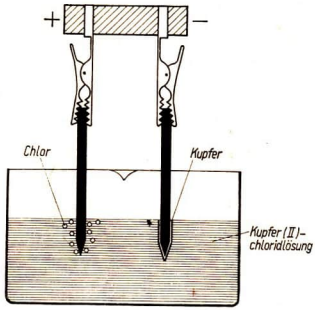


Abb. 83 Elektrolyse von Kupfer(II)-chloridlösung

Instrumentarium Elektrodenhalter, 2 Kohlenelektroden, Gleichstromquelle (6···8 V), Stromzuleitungen, Kristallisierschale, Halbmikro-Tropfer, Stativ mit Klemme und Muffe

Chemikalien Kupfer(II)-chloridlösung 5%ig 100 ml, Kaliumjodidstärkepapier, destilliertes Wasser

Durchführung Die Kristallisierschale wird bis etwa 1 cm unter den Rand mit Kupfer(II)-chloridlösung gefüllt. Die Kohlenelektroden werden an dem Halter befestigt und an die Gleichstromquelle angeschlossen (Abb. 83). Nun taucht man die Elektroden etwa 1 cm tief in die Lösung ein. Über die Anode hält man angefeuchtetes Kaliumjodidstärkepapier. Nach einigen Minuten wird der Stromfluß unterbrochen. Die Elektroden werden aus der Lösung herausgenommen. Man betrachtet das Reaktionsprodukt an der Katode.

Ergebnis Kupfer(II)-chlorid ist in wäßriger Lösung vollständig in positive Kupfer(II)-Ionen und negative Chlorid-Ionen dissoziiert. Bei der Elektrolyse scheidet sich an der Katode elementares Kupfer, an der Anode gasförmiges Chlor ab:

Vorgang an der Katode: $Cu^{2+} + 2e^- \rightarrow Cu$

Vorgang an der Anode: $Cl^- \rightarrow Cl + e^-$

$2\,Cl \rightarrow Cl_2$

Elektrolytische Reinigung von Rohkupfer **81**

Zielstellung Die Schüler lernen das Prinzip der elektrolytischen Raffination von Rohkupfer kennen.

Instrumentarium Elektrodenhalter, Kohlenelektrode, Kupferblechelektrode (50 mm × 5 mm), Stromzuleitungen, Gleichstromquelle (6···7 V), Kristallisierschale, Schülerhandwaage, 2 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasgestell, Halbmikro-Tropfer, Spatel, Rundfilter

Chemikalien Kupfer(II)-sulfatlösung 5%ig 100 ml, Ammoniaklösung verd., Seesand

Durchführung Die Kristallisierschale wird bis 1 cm unter den Rand mit Kupfer(II)-sulfatlösung gefüllt. In ein Halbmikro-Reagenzglas gibt man mit einem Halbmikro-Tropfer 10 Tropfen der Lösung und versetzt sie so lange tropfenweise mit Ammoniaklösung, bis der sich anfänglich bildende Niederschlag wieder voll-

ständig gelöst ist. Die Anzahl der Tropfen wird notiert. Dieses Glas läßt man zum Vergleich der Substanz stehen. Auf einer Schülerhandwaage wird nun die Kupferblechelektrode mit Seesand genau tariert und dann am Elektrodenhalter befestigt. Die Kohlenelektrode dient als Katode. Beide Elektroden werden in die Kupfersulfatlösung etwa 2 cm tief eingetaucht und an eine Gleichstromquelle angeschlossen. Nach einer Elektrolysedauer von etwa 5 min unterbricht man den Stromfluß. Die Elektroden werden aus der Lösung genommen. Die Farbe und die Beschaffenheit der Oberfläche werden überprüft. In ein anderes Halbmikro-Reagenzglas gibt man 10 Tropfen der verbliebenen Kupfer(II)-sulfatlösung und fügt die gleiche, in der Vergleichsprobe enthaltene Tropfenanzahl Ammoniaklösung hinzu. Die Farbtiefe beider Lösungen wird gegen einen hellen Hintergrund verglichen. Die mit einem Filtrierpapier getrocknete Kupferblechelektrode wird erneut gewogen.

Ergebnis

Die Anode ist leichter geworden. Die beiden Proben zeigen keinen Farbunterschied. Bei der Elektrolyse einer Kupfer(II)-sulfatlösung scheidet sich an der Katode Kupfer ab. Genau die gleiche Menge geht an der Anode in Lösung. Das Rohkupfer wird in der Industrie auf diese Weise gereinigt.

Elektrolyse von Natriumchloridlösung 82

Zielstellung

Die Schüler elektrolysieren Natriumchloridlösung. Die Abscheidungsprodukte Wasserstoff und Chlor werden nachgewiesen.

Bemerkungen

Folgende vorbereitende Arbeiten müssen ausgeführt werden:
Eine „pneumatische Wanne" wird mit der zu elektrolysierenden Lösung bis 1 cm unter den Rand gefüllt. Die Elektroden werden an dem Elektrodenhalter befestigt und in die Lösung getaucht, bis die Drahtelektrode den Boden der Wanne berührt. Sollen gasförmige Reaktionsprodukte aufgefangen werden, füllt man 1 oder 2 Halbmikro-Reagenzgläser mit dem gleichen Elektrolyten und stellt die Reagenzgläser mit der Öffnung nach unten über die entsprechende Elektrode. Die Reagenzgläser werden dabei zunächst mit Stopfen verschlossen, welche dann in der Lösung mit einer Pinzette entfernt werden.
Bei Einhaltung der angegebenen Versuchsbedingungen fließt bei einer Spannung von 6 V ein Strom von etwa 150 mA.

Instrumentarium

Elektrodenhalter, Kohlenelektrode, Drahtelektrode, Gleichstromquelle (6···8 V), Stromzuleitungen, Kristallisierschale als pneumatische Wanne, Halbmikro-Reagenzglas mit Stopfen, Spiritusbrenner, Pinzette, Halbmikro-Tropfer, Stativ mit Klemme und Muffe

Chemikalien

Natriumchloridlösung 10%ig 100 ml, Kaliumjodidstärkepapier, Phenolphthaleinlösung

Durchführung

Die Elektrolyse wird in der vorbereiteten „pneumatischen Wanne" ausgeführt. Über die Katode stülpt man ein gefülltes Halbmikro-Reagenzglas. In die Nähe der Anode hält man einen angefeuchteten Streifen Kaliumjodidstärkepapier. An der Katode gibt man der Lösung 2···3 Tropfen Phenolphthaleinlösung zu. Ist das Reagenzglas mit Gas gefüllt, wird der Stromfluß unterbrochen und das Gas auf Brennbarkeit geprüft.

Ergebnis

In einer wäßrigen Natriumchloridlösung sind Natrium-Ionen, Wasserstoff-Ionen, Chlorid-Ionen und Hydroxid-Ionen vorhanden. Auf Grund ihrer

Stellung in der Spannungsreihe werden an der Katode Wasserstoff-Ionen und an der Anode Chlorid-Ionen entladen:

Vorgang an der Katode: $H^+ + e^- \rightarrow H$

$$2H \rightarrow H_2$$

Vorgang an der Anode: ↗ Versuch 80

Durch das Entladen von Wasserstoff-Ionen an der Katode wird das Ionengleichgewicht des Wassers gestört und es findet eine Dissoziation von Wasser statt. Die Hydroxid-Ionen reichern sich im Katodenraum an. Das kann durch Zugabe eines Indikators nachgewiesen werden.

Herstellung und Anwendung von Polreagenzpapier **83**

Zielstellung: Der Versuch zeigt die Herstellung von Polreagenzpapier aus Natriumchlorid- und Phenolphthaleinlösung und die Polsuche.

Instrumentarium: Uhrglasschale, Rundfilter, Stromzuleitungen, Gleichstromquelle (6···8 V)

Chemikalien: Natriumchloridlösung, Phenolphthaleinlösung

Durchführung: Ein Rundfilter wird auf einer Uhrglasschale mit 3 Tropfen Natriumchloridlösung angefeuchtet. 3 Tropfen Phenolphthaleinlösung werden gleichmäßig auf dem Papier verteilt. An eine Gleichstromquelle schließt man die Stromzuleitungen an. Mit den Bananensteckern an den freien Enden der Zuleitungen (*Vorsicht!* Kurzschlußgefahr!) führt man auf dem Filtrierpapier kleine Kreise aus.

Ergebnis: Auf dem feuchten Polreagenzpapier werden an der Katode Wasserstoff-Ionen entladen. Dadurch entsteht ein Überschuß an Hydroxid-Ionen, die eine Rotfärbung des Phenolphthaleins verursachen (↗ Versuch 82). An der Anode entsteht Chlor.

Elektrolyse von Natriumsulfat **84**

Zielstellung: Die Schüler elektrolysieren Natriumsulfatlösung und weisen die Abscheidungsprodukte Wasserstoff und Sauerstoff und die Bildung von Säure und Base in den Elektrodenräumen nach.

Bemerkungen: In destilliertem Wasser wird eine entsprechende Menge chemisch reines Natriumsulfat gelöst. Auf 100 ml Lösung setzt man 5···8 Tropfen Indikator M hinzu. Die Lösung soll einen grauen Farbton haben (Farbumschlagspunkt von Indikator M). Zeigt die Lösung saure Reaktion, so wird durch tropfenweise Zugabe einer sehr verdünnten Natriumkarbonatlösung der Farbumschlagspunkt eingestellt. Reagiert die Lösung basisch, so wird mit einigen Tropfen Säure angesäuert und dann wie oben verfahren. Bei Einhaltung der Versuchsbedingungen fließt bei einer Spannung von 6 V ein Strom von etwa 150 mA.

Instrumentarium: Elektrodenhalter, 2 Drahtelektroden, Gleichstromquelle (6···8 V), Stromzuleitungen, Kristallisierschale als „pneumatische Wanne", 2 Halbmikro-Reagenzgläser mit Stopfen, Spiritusbrenner, Pinzette, Stativ mit Klemme und Muffe

Chemikalien: Natriumsulfatlösung 10%ig 100 ml, Indikator M, Holzspan

Durchführung Die Elektrolyse wird in der vorbereiteten „pneumatischen Wanne" (↗ Versuch 82) ausgeführt. Über beide Elektroden stülpt man je ein gefülltes Halbmikro-Reagenzglas und schließt dann den Stromkreis. Ist das Glas über der Katode mit Gas gefüllt, so wird der Stromfluß unterbrochen. Beide Reagenzgläser werden unter der Sperrflüssigkeit mit Stopfen verschlossen und herausgenommen. Das Gas im Katodenraum wird auf Brennbarkeit geprüft. In das Anodenglas hält man einen glimmenden Span.

Ergebnis Einige Sekunden nach Einschalten des Stromflusses schlägt der Indikator in den Reagenzgläsern über den Elektroden um. Die Lösung im Katodenraum reagiert basisch, die im Anodenraum sauer. Außerdem scheiden sich an der Katode Wasserstoff und an der Anode Sauerstoff ab.
In einer Natriumsulfatlösung liegen Natrium-Ionen und Sulfat-Ionen, ferner durch Dissoziation des Wassers Wasserstoff-Ionen und Hydroxid-Ionen vor. Unter den Versuchsbedingungen werden an der Katode Wasserstoff-Ionen und an der Anode Hydroxid-Ionen entladen.
Vorgang an der Katode: ↗ Versuch 82.
Durch weitergehende Dissoziation des Wassers reichern sich im Katodenraum Hydroxid-Ionen an, die eine basische Reaktion bewirken.

Vorgang an der Anode: $OH^- \rightarrow OH + e^-$

$$2\,OH \rightarrow H_2O + O$$

$$2\,O \rightarrow O_2$$

Im Anodenraum dissoziieren ebenfalls Wassermoleküle. Die dabei entstehenden Hydroxid-Ionen werden fortlaufend entladen. Hierdurch reichern sich Wasserstoff-Ionen an, die durch den Indikator nachgewiesen werden.

Nachweis der Ionenwanderung im elektrischen Feld 85

Zielstellung Der Versuch soll die Wanderung von Permanganat-Ionen zur Anode im elektrischen Feld zeigen.

Bemerkungen Als Elektrolyt wird ein Oxydationsmittel verwendet, um eine Reduktion des Permanganats zu verhindern. Die Konzentration des Elektrolyten soll nicht zu klein sein, damit das elektrische Feld eine genügende Stärke hat.

Instrumentarium Elektrodenhalter, 2 Kohlenelektroden, Gleichstromquelle (10 V), 2 elektrische Zuleitungen, Uhrglasschale, Pinzette, Halbmikro-Tropfer, Spatel, Rundfilter, Stativ mit Klemme und Muffe

Chemikalien Kaliumnitrat, Kaliumpermanganat, destilliertes Wasser

Durchführung Auf eine Uhrglasschale wird ein Spatel Kaliumnitrat gegeben und in destilliertem Wasser aufgelöst. Die Höhe des Wasserstandes sollte in der Mitte der Uhrglasschale etwa 5 mm betragen. Die Uhrglasschale wird auf einen weißen Untergrund gestellt. Nun befestigt man die Kohlenelektroden an dem Elektrodenhalter, taucht sie bis auf den Boden der Uhrglasschale ein und legt eine Gleichspannung an. Bei Stromfluß wird ein Kristall Kaliumpermanganat mit einer Pinzette möglichst in die Mitte zwischen die beiden Elektroden gebracht und in die Lösung fallen gelassen. Das Auflösen des Kristalls und die Wanderung der violetten Permanganat-Ionen wird beobachtet. Nach etwa 2 min wird der Stromfluß unterbrochen und die Ausbreitung der Permanganat-Ionen weiter verfolgt.

Ergebnis

Kaliumpermanganat löst sich in Wasser auf. Es liegen farblose Kalium-Ionen und violette Permanganat-Ionen vor. Die Wanderung der Permanganat-Ionen zur Anode läßt sich gut verfolgen. Erst nach dem Abschalten des Stromes breiten sich die violetten Ionen durch Diffusion nach allen Richtungen aus.

Bildung von Lokalelementen 86

Zielstellung

Es sollen die Reaktion eines Lokalelements aus Kupfer und Aluminium in Salzsäure geprüft und die Reaktionsprodukte nachgewiesen werden.

Bemerkungen

Es werden folgende vorbereitende Arbeiten ausgeführt: Ein etwa 5 cm langer Aluminiumdraht und ein gleich langer Kupferdraht werden an beiden Enden gut abisoliert und an einem Ende miteinander auf einer Länge von etwa 2 cm fest verdrillt.
Es können auch andere Metallkombinationen, zum Beispiel Aluminium – Eisen, Zink – Eisen und Kupfer – Eisen untersucht werden.

Instrumentarium

Uhrglasschale, Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Halbmikro-Tropfer, Spiritusbrenner

Chemikalien

Salzsäure verd., Ammoniaklösung konz., Aluminiumdraht, Kupferdraht, Lackmuspapier rot

Durchführung

Auf eine Uhrglasschale gibt man 20 Tropfen verdünnte Salzsäure und taucht getrennt voneinander zuerst das freie Ende des Kupferdrahtes, dann das freie Ende des Aluminiumdrahtes ein. Tritt hierbei keine Gasentwicklung auf, so erwärmt man das Ende und taucht erneut ein. Nun wird die Drahtkombination so gebogen, daß die freien Enden beider Drähte gleichzeitig in die Säure getaucht werden können. Es ist auf den Ort der Gasentwicklung zu achten. Nach etwa 2 min werden die Drähte herausgenommen und die Enden betrachtet. Ein Teil der Lösung wird mit einem Halbmikro-Tropfer in ein Halbmikro-Reagenzglas übergeführt und tropfenweise mit konzentrierter Ammoniaklösung versetzt, bis mit Lackmuspapier eine alkalische Reaktion nachgewiesen werden kann. Die Lösung wird nun schwach erwärmt.

Ergebnis

Beim Eintauchen des Kupferdrahtes in Säure scheidet sich kein Wasserstoff ab. Das elektronegative Aluminium geht dagegen in Lösung. Werden beide Metalle gleichzeitig eingetaucht, geht ebenfalls Aluminium in Lösung:

$$Al \rightarrow Al^{3+} + 3e^-$$

Die Elektronen fließen zum Kupfer. Hier scheidet sich Wasserstoff ab. Der Stromfluß in der Metallkombination könnte mit einem empfindlichen Meßinstrument nachgewiesen werden. In der Lösung werden die Aluminium-Ionen durch Ausfällung als Aluminiumhydroxid nachgewiesen (↗ Versuch 31). Wäre Kupfer in Lösung gegangen, würde bei Zugabe von Ammoniaklösung die tiefblaue Farbe des Tetramminkupfer(II)-komplexes entstehen (↗ Versuch 81). Die Regel, daß beim Eintauchen einer Metallkombination in Säure das elektronegativere Metall in Lösung geht, während sich am elektropositiveren Element Wasserstoff abscheidet, gilt für alle Metallkombinationen. Hierauf beruht beispielsweise die Verhinderung der Korrosion von Eisen durch Verzinken.

Zielstellung

Der Versuch soll die elektrische Leitfähigkeit verschiedener geschmolzener Salze und Hydroxide zeigen.

Bemerkungen

Zur Untersuchung sind alle Salze geeignet, die unterhalb von 700 °C ohne Zersetzung schmelzen.

Instrumentarium

Leitfähigkeitsprüfer, Glühlampe (6 V, 0,07 A), Wechselstromquelle (6···8 V), 2 elektrische Zuleitungen, 2···7 Porzellanschiffchen, Halbmikro-Tropfer, Stativ mit Klemme und Muffe, Brenner, Rundfilter

Chemikalien

Kupfer(II)-chlorid wasserfrei, Blei(II)-chlorid, Kaliumhydrogensulfat, Kaliumnitrat, Natriumhydroxid, Kaliumhydroxid, Bariumhydroxid, destilliertes Wasser

Durchführung

Das Porzellanschiffchen wird schräg entsprechend der Höhe des Brenners an einem Stativ befestigt. In das Ende des Schiffchens gibt man eine Spatelspitze der zu untersuchenden Substanz und erhitzt mit kleiner Flamme bis zur Schmelztemperatur. In der Zwischenzeit wird der Leitfähigkeitsprüfer an die Niederspannung angeschlossen. Ist die Substanz geschmolzen, werden die Prüfelektroden eingetaucht. Glüht die Lampe auf, nimmt man die Flamme weg und läßt abkühlen. Vor dem Herausnehmen der Elektroden wird noch einmal kurz erhitzt. Anschließend werden die Elektroden mit destilliertem Wasser gespült und mit Filtrierpapier abgewischt. Dann kann die nächste Substanz untersucht werden.

Ergebnis

Die elektrische Leitfähigkeit von Hydroxiden und Salzen wird durch Ionen hervorgerufen. Leiten wasserfreie Schmelzen dieser Stoffe den elektrischen Strom, so müssen auch im festen Zustand Ionen vorliegen, die durch das Schmelzen frei beweglich werden.

3.4. Reaktionen in wäßriger Lösung

Nachweis der Abhängigkeit der Reaktionsgeschwindigkeit von der Konzentration 88

Zielstellung

Mit den Experimenten wird der Nachweis erbracht, daß die Reaktionsgeschwindigkeit einer chemischen Umsetzung der Konzentration der Reaktionspartner direkt proportional ist.

Bemerkungen

Im folgenden Experiment wird die Konzentration der Kaliumjodidlösung verändert. Zu analogen Ergebnissen gelangt man, wenn bei konstanter Kaliumjodidlösung die Konzentration des Wasserstoffperoxids variiert wird.

Instrumentarium a

6 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasgestell, 3 Halbmikro-Tropfer (gleich lang), Filtrierpapier

Chemikalien a

Kaliumjodidlösung 0,1 n, Wasserstoffperoxidlösung 3%ig, Salzsäure 0,1 n, Wasser, Stärkelösung

Durchführung a

In 3 Halbmikro-Reagenzgläsern stellt man erstens aus 2 Tropfen 0,1 n Kaliumjodidlösung und 10 Tropfen Wasser, zweitens aus 2 Tropfen 0,1 n Kaliumjodidlösung und 20 Tropfen Wasser, drittens aus einem Tropfen 0,1 n

Kaliumjodidlösung und 40 Tropfen Wasser Lösungen verschiedener Konzentration her.
3 weitere Halbmikro-Reagenzgläser füllt man mit je einem Tropfen 3%iger Wasserstoffperoxidlösung, 10 Tropfen frisch bereiteter Stärkelösung und einem Tropfen 0,1 n Salzsäure. Diese Gemische werden in 3 gleich lange Halbmikro-Tropfer aufgenommen. Die Tropfer werden anschließend in die Halbmikro-Reagenzgläser mit den unterschiedlich konzentrierten Kaliumjodidlösungen gestellt. Die 3 Reagenzgläser werden mit der linken Hand gehalten, während man mit der rechten Hand die Halbmikro-Tropfer gleichzeitig ausdrückt. Man beobachtet gegen einen weißen Hintergrund (Filtrierpapier).

Ergebnis a

Die Lösungen färben sich blau. Die Blaufärbung tritt in Abhängigkeit von der Konzentration der Kaliumjodidlösung mit unterschiedlicher Geschwindigkeit und zunächst auch unterschiedlicher Intensität auf. Die Farbtöne gleichen sich allmählich aus. Die Färbung wird durch Anlagerung von elementarem Jod an Stärke hervorgerufen. Es kommt zu folgenden Umsetzungen:

$$2\,KJ + 2\,HCl \rightarrow 2\,KCl + 2\,HJ$$

$$2\,HJ + H_2O_2 \rightarrow J_2\downarrow + 2\,H_2O$$

Instrumentarium b

↗ Instrumentarium a

Chemikalien b

Kaliumpermanganatlösung etwa 0,2 n, Äthandisäure-(Oxalsäure-)lösung 1 n, Schwefelsäure verd., destilliertes Wasser

Durchführung b

In 3 Halbmikro-Reagenzgläser gibt man je 2 Tropfen etwa 0,2 n Kaliumpermanganatlösung. Die Lösung im ersten Reagenzglas bleibt unverdünnt, während sie im zweiten Reagenzglas mit 20 und im dritten Reagenzglas mit 40 Tropfen Wasser verdünnt wird. In 3 weiteren Halbmikro-Reagenzgläsern stellt man Gemische aus je 3 Tropfen Äthandisäure und je 15 Tropfen Schwefelsäure her, nimmt diese in 3 gleich lange Halbmikro-Tropfer auf und stellt die Tropfer in die Reagenzgläser mit den unterschiedlich konzentrierten Kaliumpermanganatlösungen ein. Die 3 Reagenzgläser werden mit der linken Hand gehalten, während man mit der rechten Hand die Halbmikro-Tropfer gleichzeitig ausdrückt.

Ergebnis b

Nach kurzer Zeit beginnt die violette Farbe des Kaliumpermanganats zu verblassen. Über braun und gelb entfärbt sich die Lösung in Abhängigkeit von der Konzentration des Kaliumpermanganats mit unterschiedlicher Geschwindigkeit (etwa 1···5 min). In saurer Lösung werden Äthandiat-Ionen durch Permanganat-Ionen zu Kohlendioxid oxydiert:

$$\underset{\uparrow\ 5\,(2\,e^-)}{\underset{+7}{2\,MnO_4^-}} + \underset{+2}{5\,C_2O_4^{2-}} + 16\,H^+ \rightarrow 2\,Mn^{2+} + 10\,CO_2 + 8\,H_2O$$

Abhängigkeit der Reaktionsgeschwindigkeit von der Temperatur 89

Zielstellung

Die Schüler erkennen, daß durch Temperaturerhöhung die Reaktionsgeschwindigkeit einer chemischen Umsetzung wesentlich beschleunigt werden kann.

Instrumentarium: 2 Halbmikro-Reagenzgläser, 2 Reagenzglasständer, Halbmikro-Tropfer, Reagenzglashalter, Glasstab, Brenner

Chemikalien: Kaliumpermanganatlösung 0,2 n, Äthandisäure-(Oxalsäure-)lösung 1 n, Schwefelsäure verd., destilliertes Wasser

Durchführung: In zwei Halbmikro-Reagenzgläsern stellt man je ein Gemisch aus 2 Tropfen Äthandisäurelösung, 10 Tropfen verdünnter Schwefelsäure und 20 Tropfen destilliertem Wasser her. In jedes dieser Gemische gibt man noch einen Tropfen Kaliumpermanganatlösung und rührt schnell durch. Ein Gemisch wird auf etwa 60 °C erwärmt.

Ergebnis: Die rot-violette Farbe des Kaliumpermanganats verschwindet in der erhitzten Lösung schneller. Mit steigender Temperatur vergrößert sich die Reaktionsgeschwindigkeit der Umsetzung (Gleichung ↗ Versuch 88). Bei einer Temperaturerhöhung um 10 °C ist mit einer Verdopplung oder sogar Verdreifachung der Reaktionsgeschwindigkeit zu rechnen.

Einfluß von Katalysatoren auf die Reaktionsgeschwindigkeit einer chemischen Umsetzung — 90

Zielstellung: Der Versuch soll die Abhängigkeit der Reaktionsgeschwindigkeit bei der Reduktion von Kaliumjodat mit Natriumsulfit von der Konzentration der katalytisch wirksamen Wasserstoff-Ionen zeigen.

Bemerkungen: Die Sulfit- und die Stärkelösung müssen stets frisch hergestellt werden.

Instrumentarium: 6 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasgestell, 3 Halbmikro-Tropfer

Chemikalien: Kaliumjodatlösung 2%ig, Natriumsulfitlösung 0,5%ig, Schwefelsäure verd., Stärkelösung 0,4%ig

Durchführung: 3 Halbmikro-Reagenzgläser werden mit je 25 Tropfen Kaliumjodatlösung gefüllt. In 3 weiteren Halbmikro-Reagenzgläsern werden je 20 Tropfen Natriumsulfitlösung und je 10 Tropfen Stärkelösung vermischt. Diesen Gemischen setzt man im ersten Reagenzglas einen Tropfen, im zweiten Reagenzglas 2 Tropfen und im dritten Reagenzglas 3 Tropfen verdünnte Schwefelsäure zu. Die Kaliumjodatlösungen werden in 3 gleich lange Halbmikro-Tropfer aufgenommen. Je ein Halbmikro-Tropfer wird in ein mit den vorbereiteten Lösungen gefülltes Reagenzglas eingestellt. Die 3 Reagenzgläser werden mit der linken Hand gehalten, während man mit der rechten Hand die Halbmikro-Tropfer gleichzeitig ausdrückt. Die Zeitdifferenzen bis zum Einsetzen der Reaktion in den einzelnen Gläsern werden ermittelt.

Ergebnis: Jodat-Ionen werden durch Sulfit-Ionen zu Jodid-Ionen reduziert. Dieser Vorgang wird durch Wasserstoff-Ionen katalysiert:

$$JO_3^- + 3SO_3^{2-} \rightarrow J^- + 3SO_4^{2-} \quad (1)$$

Die entstandenen Jodid-Ionen reagieren sofort mit Jodat-Ionen:

$$5J^- + JO_3^- + 6H^+ \rightarrow 3J_2 + 3H_2O \quad (2)$$

Solange noch Sulfit-Ionen vorhanden sind, reduzieren diese sofort das entstandene Jod zu Jodid-Ionen:

$$3J_2 + 3SO_3^{2-} + 3H_2O \rightarrow 6J^- + 6H^+ + 3SO_4^{2-} \quad (3)$$

Die nach Gleichung 3 entstehenden Wasserstoff-Ionen werden sofort durch die in Gleichung (2) beschriebene Reaktion verbraucht. Solange also noch Sulfit-Ionen vorhanden sind, ändert sich die Wasserstoff-Ionenkonzentration nicht und es entsteht auch kein elementares Jod, das mit Stärke eine intensiv blaue Einschlußverbindung bildet. Die Reaktionen (2) und (3) verlaufen sehr rasch, so daß die Geschwindigkeit der Gesamtreaktion von der Umsetzung zwischen Jodat- und Sulfit-Ionen abhängt. Die Zeitdifferenzen bis zur Blaufärbung der einzelnen Proben lassen erkennen, daß Katalysatoren die Reaktionsgeschwindigkeit vergrößern. Sie beeinflussen dagegen nicht die Lage des Gleichgewichts, denn alle Lösungen zeigen zum Schluß die gleiche Blaufärbung.

Modellversuch zum chemischen Gleichgewicht 91

Zielstellung

Der Modellversuch soll den Schülern die Begriffe chemisches Gleichgewicht als dynamisches Gleichgewicht und Reaktionsgeschwindigkeit als umgesetzte Stoffmenge je Zeiteinheit deutlich machen.

Instrumentarium

2 Meßzylinder (10 ml), 2 Glasrohre (20 cm lang, Durchmesser 5 mm beziehungsweise 8 mm), Stativ mit 2 Klemmen und 2 Muffen

Chemikalien

Wasser

Durchführung

An einem Stativ werden 2 Meßzylinder befestigt. In den ersten Zylinder füllt man 10 ml Wasser, der zweite Zylinder bleibt anfangs leer. Zweckmäßigerweise wird das Glasrohr mit dem größeren Durchmesser in den gefüllten Zylinder, das mit dem kleineren Durchmesser in den leeren Zylinder getan. Die Glasrohre haben die Funktion von Stechhebern. Mit den Zeigefingern werden nun beide Rohre verschlossen und herausgenommen. Das erste Glasrohr (größerer Durchmesser) wird in den leeren Zylinder, das zweite Glasrohr in den ersten Zylinder übergeführt. Durch Wegnahme der Finger läßt man die Rohre leerlaufen. Bei der ersten Überführung kann natürlich aus dem zweiten Glasrohr nichts herauslaufen. Die beiden Rohre werden nun leer herausgenommen und wieder in die Ausgangszylinder getan (Glasrohr 1 in Zylinder 1, Glasrohr 2 in Zylinder 2). Nun werden beide Rohre wieder mit den Fingern verschlossen, herausgenommen und das Wasser in den anderen Zylinder auslaufen gelassen. Es ist darauf zu achten, daß das Wasser mit dem ersten Glasrohr nur vom ersten Zylinder nach dem zweiten Zylinder und mit dem zweiten Glasrohr nur vom zweiten Zylinder nach dem ersten Zylinder transportiert wird und nicht umgekehrt. Nach jedem Hebervorgang wird der Wasserstand in beiden Zylindern abgelesen und in eine Tabelle eingetragen. Nach einer Reihe von Hebervorgängen ändert sich in beiden Zylindern der Wasserstand nicht mehr, obwohl laufend Wasser vom ersten Zylinder nach dem zweiten Zylinder und umgekehrt transportiert wird. Ist nach weiterem fünfmaligem Heberwechsel keine Niveauveränderung mehr eingetreten, kann der Versuch abgebrochen werden.

Ergebnis

Die Wassermenge im ersten Zylinder stellt die Konzentration der Ausgangsstoffe A + B dar. Da zu Beginn einer Reaktion zwischen den Stoffen A + B kein Reaktionsprodukt vorhanden ist, bleibt der zweite Zylinder anfangs leer. Ein Heberwechsel stellt die Zeiteinheit dar. Der Transport mit dem ersten Glasrohr vom ersten Zylinder nach dem zweiten Zylinder symbolisiert die

Hinreaktion, der Transport mit dem zweiten Glasrohr vom zweiten Zylinder nach dem ersten Zylinder die Rückreaktion.
Hinreaktion: Die Konzentration der Stoffe A + B ist zu Beginn der Reaktion am größten (Zylinder 1 ist voll gefüllt), die Reaktionsgeschwindigkeit, definiert als die in der Zeiteinheit umgesetzte Stoffmenge, ist demzufolge anfangs ebenfalls am größten, nimmt aber mit der Zeit ab. (Die in Glasrohr 1 transportierte Wassermenge nimmt von Vorgang zu Vorgang ab.)
Rückreaktion: Die Konzentration der Reaktionsprodukte C + D ist anfangs Null (der Zylinder 2 ist leer), die Reaktionsgeschwindigkeit ist demzufolge ebenfalls Null (Glasrohr 1 bleibt beim ersten Vorgang leer), nimmt aber mit der Zeit zu, da die Reaktionsprodukte C + D entstehen.
Gleichgewicht: Ist die Reaktionsgeschwindigkeit der Hinreaktion gleich der Reaktionsgeschwindigkeit der Rückreaktion, befindet sich das System im chemischen Gleichgewicht. Im Modellversuch liegt ein Gleichgewicht vor, wenn mit dem ersten Glasrohr und dem zweiten Glasrohr die gleiche Menge Wasser transportiert wird und sich demzufolge das Niveau in beiden Zylindern trotz weiterer Heberwechsel nicht mehr ändert. Die Lage des Gleichgewichts hängt außer von anderen Bedingungen (z. B. Druck, Temperatur), die in der Versuchsanordnung nicht symbolisiert werden können, von Stoffkonstanten ab. Die unterschiedlichen Rohrdurchmesser stellen die verschiedenen Stoffkonstanten (Reaktionsgeschwindigkeitskonstanten) dar.

Abhängigkeit der Lage eines chemischen Gleichgewichts von der Temperatur **92**

Zielstellung

Der Versuch soll die Temperaturabhängigkeit des Gleichgewichts zwischen Stärke und Jod zeigen.

Bemerkungen

Die Stärkelösung sollte stets frisch bereitet werden.

Instrumentarium

2 Halbmikro-Reagenzgläser, 2 Reagenzglasständer, Halbmikro-Tropfer, Reagenzglashalter, Brenner

Chemikalien

Stärkelösung 0,4%ig, Jodlösung

Durchführung

In ein Halbmikro-Reagenzglas werden 40 Tropfen Stärkelösung und 2 Tropfen Jodlösung gegeben. Es muß eine tiefblaue Färbung entstehen. Mit einem Halbmikro-Tropfer wird die Hälfte der Flüssigkeit in ein anderes Reagenzglas übertragen. Diese Lösung dient als Vergleichssubstanz. Der Inhalt des Reagenzglases wird nun über einer Brennerflamme langsam erhitzt. Nach jeweils 10 s wird das Reagenzglas aus der Flamme genommen und die Färbung mit der Vergleichsprobe verglichen. Es wird so lange erwärmt, bis die blaue Farbe verschwunden ist. Anschließend läßt man sofort außerhalb der Flamme abkühlen. Dabei wird wieder die Farbveränderung beobachtet.

Ergebnis

Stärke bildet mit Jod eine sogenannte Einschlußverbindung von intensiv blauer Farbe. Da es sich um eine relativ lockere Verbindung handelt, ist das Gleichgewicht zwischen Jod-Stärke und Jodstärke innerhalb eines kleinen Bereiches stark von der Temperatur abhängig. Bei Raumtemperatur liegt das Gleichgewicht auf der Seite der Jodstärke, bei etwa 60 °C ist die Verbindung vollständig in Jod und Stärke zerfallen. Wird weiter erhitzt oder die Lösung längere Zeit auf dieser Temperatur gehalten, so wird die Stärke abgebaut und die Reaktion ist nicht mehr rückläufig.

Zielstellung

Der Versuch soll die Wirkung von Blei(II)-Ionen und Chlorid-Ionen auf ein Gleichgewicht zwischen Blei(II)- und Chlorid-Ionen zeigen.

Bemerkungen

Es müssen folgende vorbereitende Arbeiten ausgeführt werden:
Zur Herstellung der gesättigten Blei(II)-salzlösungen erhitzt man 1 g Blei(II)-chlorid in 100 ml destilliertem Wasser und etwa 65 g Blei(II)-nitrat in 100 ml destilliertem Wasser bis zum beginnenden Sieden und läßt dann langsam abkühlen. Die Natriumchloridlösung sättigt man bei Raumtemperatur. Zum Abfüllen in die Halbmikro-Standflaschen wird das Vorratsgefäß gut umgeschüttelt, so daß in jede Flasche etwas von dem Bodenkörper gelangt.

Instrumentarium

3 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasgestell, Reagenzglashalter, Brenner

Chemikalien

Blei(II)-chloridlösung gesättigt, Natriumchloridlösung gesättigt, Blei(II)-nitratlösung gesättigt, Salzsäure konz.

Durchführung

In 3 Halbmikro-Reagenzgläser werden je 10 Tropfen Blei(II)-chloridlösung gegeben. Die Lösung im ersten Reagenzglas wird mit 2 Tropfen Natriumchloridlösung, im zweiten Reagenzglas mit 2 Tropfen konzentrierter Salzsäure und im dritten Reagenzglas mit 2 Tropfen Blei(II)-nitratlösung versetzt. Anschließend wird der Inhalt des ersten Reagenzglases über der Flamme bis zum beginnenden Sieden erhitzt.

Ergebnis

In allen 3 Reagenzgläsern entsteht ein Niederschlag aus Blei(II)-chlorid. Beim Erhitzen löst sich der Niederschlag im ersten Reagenzglas wieder auf. In der Blei(II)-chloridlösung befinden sich die Blei(II)- und die Chlorid-Ionen im Gleichgewicht mit dem Bodenkörper und dem undissoziierten Blei(II)-chlorid. Durch Zugabe von Blei(II)- oder Chlorid-Ionen wird das Gleichgewicht gestört. Es bildet sich undissoziiertes Blei(II)-chlorid, das ausfällt.
Würde es sich im ersten Reagenzglas um Natriumchlorid handeln, so würde bei einer Temperaturerhöhung keine Auflösung eintreten.

Hydrolyse einer wäßrigen Natriumkarbonatlösung 94

Zielstellung

Es sollen die Vorgänge bei der Hydrolyse eines Salzes einer schwachen Säure und einer starken Base am Beispiel einer Natriumkarbonatlösung erarbeitet werden.

Instrumentarium

Spatel, 2 Halbmikro-Reagenzgläser, 2 Reagenzglasständer, 2 Blatt Filtrierpapier

Chemikalien

Natriumkarbonat, Phenolphthaleinlösung, Methylrotlösung, Wasser

Durchführung

Zunächst wird eine Spatelspitze Natriumkarbonat in ein Halbmikro-Reagenzglas gegeben, in 10 Tropfen Wasser gelöst und mit einem Tropfen Phenolphthaleinlösung oder Methylrotlösung versetzt. Danach wird ein kleiner Natriumkarbonatkristall auf Filtrierpapier gegeben, mit 2 Tropfen Wasser benetzt und dann mit einem Tropfen Phenolphthaleinlösung oder Methylrotlösung versetzt.

Ergebnis

Die wäßrige Natriumkarbonatlösung färbt Phenolphthalein rot, Methylrot gelb. Sie reagiert basisch:

$$Na_2CO_3 \rightarrow 2Na^+ + CO_3^{2-}$$
$$H_2O \rightarrow H^+ + OH^-$$
$$2H^+ + CO_3^{2-} \rightleftarrows H_2CO_3$$

Die Kohlensäure ist als schwache Säure nur wenig dissoziiert. Ein Teil der Karbonat-Ionen des Natriumkarbonats setzen sich daher mit einem Teil der durch Dissoziation des Wassers entstehenden Wasserstoff-Ionen zu undissoziierter Kohlensäure um. Es überwiegen dann in der Lösung die Hydroxid-Ionen.

Hydrolyse einer wäßrigen Ammoniumchloridlösung 95

Zielstellung Es sollen die Vorgänge bei der Hydrolyse des Salzes einer starken Säure und einer schwachen Base am Beispiel einer Ammoniumchloridlösung erarbeitet werden.

Instrumentarium Spatel, Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Uhrglasschale, Filtrierpapier

Chemikalien Ammoniumchlorid, Methylrotlösung, Wasser

Durchführung Zunächst wird eine Spatelspitze Ammoniumchlorid in einem Halbmikro-Reagenzglas in 10 Tropfen Wasser gelöst und mit einem Tropfen Methylrotlösung versetzt.
Danach werden einige Körnchen Ammoniumchlorid auf einer Uhrglasschale mit 2···3 Tropfen Wasser und einem Tropfen Methylrotlösung versetzt (Hintergrund Filtrierpapier!).

Ergebnis Die wäßrige Ammoniumchloridlösung färbt die neutrale Methylrotlösung rot. Sie reagiert sauer:

$$NH_4Cl \rightarrow NH_4^+ + Cl^-$$
$$H_2O \rightarrow H^+ + OH^-$$
$$NH_4^+ + OH^- \rightleftarrows NH_3 \cdot H_2O$$
$$NH_3 \cdot H_2O \rightleftarrows NH_3 + H_2O$$

Ein Teil der Ammonium-Ionen vom Ammoniumchlorid setzen sich mit einem Teil der durch Dissoziation des Wassers entstehenden Hydroxid-Ionen zu undissoziiertem Ammoniakhydrat beziehungsweise zu Ammoniak und Wasser um. Es überwiegen in der Lösung dann die Wasserstoff-Ionen.

Säure — Base — Titrationen 96

Zielstellung Die Schüler stellen den Verlauf der Titration verschiedener Säuren mit verschiedenen Basen graphisch dar. Sie erkennen die Unterschiede bei der Titration einer starken Säure mit einer schwachen Base, einer starken Säure mit einer starken Base und einer schwachen Säure mit einer starken Base.

Instrumentarium 3 Halbmikro-Reagenzgläser, 3 Reagenzglasständer, Halbmikro-Tropfer, Glasstab, 3 Blatt Millimeterpapier

Chemikalien a Salzsäure 0,1 n (oder Schwefelsäure), Natriumhydroxidlösung 0,1 n, *p*H-Papier mit Vergleichsskale

Chemikalien b: Salzsäure 0,1 n (oder Schwefelsäure), Natriumhydroxidlösung 0,1 n, Unitestlösung I (pH 1···11), Vergleichsskale für Unitestindikator

Chemikalien c: Salzsäure 0,1 n (oder Schwefelsäure), Ammoniaklösung 0,1 n, Unitestlösung I (pH 1 bis 11), Vergleichsskale für Unitestindikator

Chemikalien d: Äthansäure (Essigsäure) 0,1 n, Natriumhydroxidlösung 0,1 n, Unitestlösung I (pH 1 bis 11), Vergleichsskale für Unitestindikator

Durchführung a: In ein Halbmikro-Reagenzglas werden 20 Tropfen 0,1 n Salzsäure einpipettiert. Hierzu wird eine Kapillarpipette verwendet. Ein Streifen pH-Papier und die Vergleichsskale werden auf den Tisch gelegt. Der Glasstab wird in die Säure getaucht. Die anhaftende Säure reicht aus, um durch Tüpfeln auf dem pH-Papier den pH-Wert der Lösung zu ermitteln. Nun wird mit den gesäuberten Halbmikro-Tropfern Natriumhydroxidlösung aufgenommen und ein Tropfen zur Säure gegeben. Die Lösung wird durchmischt und dann der pH-Wert durch Tüpfeln ermittelt. Nach der Zugabe eines jeden weiteren Tropfens wird der pH-Wert der Lösung in gleicher Weise festgestellt, bis der Endpunkt der Indikatorskale erreicht ist beziehungsweise 20 Tropfen Natriumhydroxidlösung zugegeben worden sind. Auf Millimeterpapier werden in einem Diagramm die pH-Werte (Ordinate) in Abhängigkeit von der Tropfenanzahl (Abszisse) eingetragen.

Durchführung b: In ein Halbmikro-Reagenzglas werden 20 Tropfen 0,1 n Salzsäure mit einem Halbmikro-Tropfer mit langer Spitze einpipettiert. Dann gibt man noch 2 Tropfen Unitestlösung I hinzu und bestimmt den pH-Wert der Lösung. Anschließend nimmt man in den Halbmikro-Tropfer Natriumhydroxidlösung auf, gibt einen Tropfen in die Säure und rührt die Lösung gut durch. Der pH-Wert wird bestimmt. Dann gibt man einen weiteren Tropfen Natriumhydroxidlösung hinzu. So wird fortgefahren, bis der Endpunkt der Indikatorskale erreicht ist beziehungsweise 20 Tropfen Natriumhydroxidlösung zugegeben worden sind. Auf Millimeterpapier werden in einem Diagramm die pH-Werte (Ordinate) in Abhängigkeit von der Tropfenzahl (Abszisse) eingetragen.

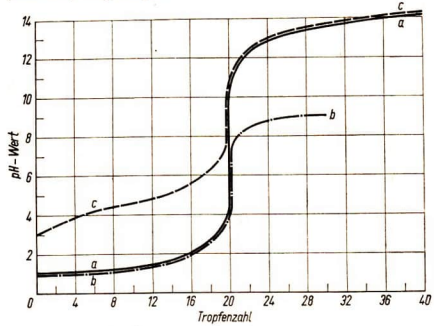


Abb. 84 Titrationskurven
a) Verlauf der Titration einer starken Säure mit einer starken Base;
b) Verlauf der Titration einer starken Säure mit einer schwachen Base;
c) Verlauf der Titration einer schwachen Säure mit einer starken Base

Durchführung c — Die Durchführung c entspricht der Durchführung b. An Stelle von Natriumhydroxidlösung wird Ammoniaklösung benutzt.

Durchführung d — Die Durchführung d entspricht der Durchführung b. An Stelle von Salzsäure benutzt man Äthansäure.

Ergebnis a, b, c, d — Die Titrationskurve der Durchführung a und b zeigt Abbildung 84a, die der Durchführung c Abbildung 84b und die der Durchführung d Abbildung 84c.

Bestimmung des Gehaltes einer Säure beziehungsweise einer Hydroxidlösung durch Titration 97

Zielstellung — Der Versuch soll das Prinzip der Titration zeigen und Werte für stöchiometrische Berechnungen bereitstellen.

Bemerkungen — Vor Beginn der Titration muß die mittlere Tropfenzahl je Milliliter eines Tropfers ermittelt werden. Hierzu wird Wasser in den Tropfer aufgenommen und in ein graduiertes Halbmikro-Reagenzglas getropft bis 3 ml aufgefüllt sind. Die Tropfen werden dabei gezählt. Hieraus wird die mittlere Tropfenzahl errechnet, die notwendig ist, um 1 ml aufzufüllen. Bei der Versuchsdurchführung ist es vorteilhafter, eine Hydroxidlösung unbekannter Konzentration vorzulegen, da die eingestellten Säuren längere Zeit unzersetzt haltbar sind als Hydroxid-Lösungen. Der Versuch eignet sich zur Durchführung in getrennt gemeinschaftlicher Arbeitsweise.

Instrumentarium — Graduiertes Halbmikro-Reagenzglas, Halbmikro-Tropfer, Glasstab, Reagenzglasständer

Chemikalien — Säure beziehungsweise Hydroxidlösung unbekannter Konzentration, Salzsäure 0,1 n oder Schwefelsäure beziehungsweise Natriumhydroxidlösung 0,1 n, Indikator M, destilliertes Wasser

Durchführung — In ein graduiertes Halbmikro-Reagenzglas wird genau 1 ml Säure beziehungsweise Hydroxidlösung unbekannter Konzentration gegeben und ein Tropfen Indikator M hinzugefügt. Mit dem Glasstab wird gut durchgemischt. In den im Vorversuch geeichten Halbmikro-Tropfer wird nun eingestellte Hydroxidlösung beziehungsweise Säure aufgenommen und tropfenweise in das Reagenzglas gegeben. Nach Zugabe jedes Tropfens wird gut durchmischt. Es wird bis zum Umschlag des Indikators titriert. Die zugesetzte Tropfenzahl wird notiert.

Ergebnis — Aus der Konzentration und den verbrauchten Millilitern der eingestellten Lösung läßt sich der Gehalt der vorgelegten Substanz errechnen:

$$a = v \cdot F \cdot T$$

(a ist die gesuchte Menge in mg, v sind die verbrauchten Milliliter, F ist der Umrechnungsfaktor und T der Titer der Normallösung). T ist gleich 1, wenn der Gehalt genau 0,1 n ist. Für die Umrechnungsfaktoren wurden folgende Werte errechnet:
1 ml 0,1 n Säure verbraucht bei der Neutralisation 4,005 mg Natriumhydroxid.
1 ml 0,1 n Natriumhydroxidlösung verbraucht bei der Neutralisation 3,6465 mg Chlorwasserstoffsäure oder 4,904 mg Schwefelsäure.

3.5. Qualitative Analyse

3.5.1. Nachweis der Anionen und des Wasserstoff-Ions

Folgende Anionen sollen nachgewiesen werden: Cl^-, NO_3^-, SO_4^{2-}, SO_3^{2-}, CO_3^{2-} *und* OH^- *(Gruppe I).*

Der Nachweis dieser Anionen nebeneinander kann durch Kationen gestört werden. So wird zum Beispiel die weiße Farbe von Bariumsulfat verdeckt, wenn in der mit Bariumchlorid zu prüfenden Lösung neben Sulfat-Ionen Kupfer(II)-Ionen enthalten sind. Derartige Störungen vermeidet man durch den Sodaauszug.

Sodaauszug. Man gibt einen Spatel feste Analysensubstanz in ein Halbmikro-Kochglas, löst in etwa 3···4 ml destilliertem Wasser auf und fügt 2···3 Spatel Natriumkarbonat zu. Das Halbmikro-Kochglas wird gehaltert. In die Lösung gibt man einen Glasstab und erhitzt dann vorsichtig etwa 5 min zum leichten Sieden. Die störenden Kationen setzen sich zu Karbonaten um, zum Beispiel verbinden sich Barium-Ionen mit Karbonat-Ionen:

$$Ba^{2+} + CO_3^{2-} \rightarrow BaCO_3\downarrow$$

Die Karbonatniederschläge werden abfiltriert und so aus der Lösung entfernt.
Das Filtrat nennt man Sodaauszug. Er soll farblos sein, hat er jedoch eine blaue Farbe, dann muß man 2···3 Blättchen Natriumhydroxid zugeben und noch einmal kurze Zeit erhitzen.
Zum Filtrieren nimmt man das Gemisch in einen Halbmikro-Tropfer auf und überträgt es in ein Filterröhrchen. Der Rückstand im Filterröhrchen wird verworfen. An das Reagenzglas mit dem Filtrat wird ein Etikett mit der Aufschrift „Sodaauszug" aufgeklebt. In dem Filtrat können jetzt nacheinander die Anionen Cl^-, NO_3^- und SO_4^{2-} nachgewiesen werden.

Chlorid-Ionen. 5 Tropfen vom Sodaauszug werden mit verdünnter Salpetersäure vorsichtig (!) angesäuert und anschließend mit 5 Tropfen Silbernitratlösung versetzt. Bei Anwesenheit von Chlorid-Ionen entsteht ein weißer Niederschlag.

Nitrat-Ionen. Auf einer Uhrglasschale wird ein Eisen(II)-sulfatkristall mit 3 Tropfen verdünnter Schwefelsäure versetzt. Dann gibt man 2 Tropfen Sodaauszug und anschließend 4···5 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure zu. Bei Anwesenheit von Nitrat-Ionen bildet sich um den Eisen(II)-sulfatkristall eine braun-violette Zone.

Sulfat-Ionen. 5 Tropfen des Sodaauszugs werden in einem Halbmikro-Reagenzglas vorsichtig (!) mit verdünnter Salzsäure angesäuert. Dann setzt man 5 Tropfen Bariumchloridlösung zu. Bei Anwesenheit von Sulfat-Ionen entsteht ein weißer Niederschlag.

Karbonat-Ionen. Man gibt einen Spatel Analysensubstanz in einen Halbmikro-Gasentwickler und fügt 5 Tropfen Wasser und 5 Tropfen 3%ige Wasserstoffperoxidlösung hinzu. Dann saugt man in den Halbmikro-Tropfer verdünnte Salzsäure und verschließt den Gasentwickler. An das seitliche Ansatzrohr wird ein Gaseinleitungsrohr (oder der Apparat 10) angeschlossen. Das Gaseinleitungsrohr wird in ein mit 10 Tropfen Barium-

hydroxidlösung gefülltes Halbmikro-Reagenzglas gestellt. Dann drückt man die Salzsäure aus der Pipette heraus. Bei Anwesenheit von Karbonaten in der Analysensubstanz entsteht in der Bariumhydroxidlösung ein weißer Niederschlag.

Sulfit-Ionen. Man gibt einen Spatel Analysensubstanz in einen Halbmikro-Gasentwickler, nimmt in den Halbmikro-Tropfer konzentrierte Salzsäure auf und gibt in die Vorlage 15 Tropfen Bariumhydroxidlösung. Der Apparat wird verschlossen und das seitliche Ansatzrohr mit einem Gaseinleitungsrohr verbunden, das in die Bariumhydroxidlösung eintaucht. Der Bariumhydroxidlösung setzt man noch 5 Tropfen 3%ige, phosphatfreie Wasserstoffperoxidlösung zu und drückt dann die Salzsäure aus dem Halbmikro-Tropfer heraus. Zu dem entstandenen Niederschlag gibt man 10 Tropfen konzentrierte Salzsäure. Bei Anwesenheit von Sulfiten in der Analysensubstanz wird der mit dem Bariumhydroxid gebildete weiße Niederschlag von der Salzsäure nicht gelöst.

Hydroxid- und Wasserstoff-Ionen. Man gibt eine Spatelspitze Analysensubstanz in ein Halbmikro-Reagenzglas, fügt 10 Tropfen destilliertes Wasser hinzu und rührt mit einem Glasstab gut um. Der Rückstand wird abfiltriert. Von dem Filtrat nimmt man etwas in einen Halbmikro-Tropfer auf und gibt 2 Tropfen davon auf Indikatorpapier. Es wird festgestellt, ob die Lösung basisch, neutral oder sauer reagiert.

3.5.2. Nachweis der Kationen

Es werden zunächst *die Kationen Ag^+, Fe^{3+} und Al^{3+} (Gruppe II)* nachgewiesen.
Die Analysensubstanz wird fein pulverisiert und gut durchmischt. Eine reichliche Spatelspitze dieser Substanz wird in einem Halbmikro-Reagenzglas mit 20 Tropfen verdünnter Salzsäure versetzt. Den eventuell entstandenen Rückstand (Rückstand 1) überträgt man zusammen mit der Lösung in ein Filterröhrchen und filtriert. Wenn kein Rückstand verbleibt, arbeitet man sofort so weiter, wie es unter „Behandlung des Filtrats 1" angegeben ist.

Behandlung des Rückstandes 1. Der Rückstand wird mit fünf Tropfen destilliertem Wasser gewaschen. Das Waschwasser wird verworfen. Nun gibt man auf den Rückstand 10 Tropfen verdünnte Ammoniaklösung und filtriert. Das Filtrat wird mit konzentrierter Salzsäure angesäuert. Bei Anwesenheit von Silber-Ionen entsteht ein weißer Niederschlag.

Behandlung des Filtrats 1. In das Filtrat stellt man einen Glasstab und erhitzt vorsichtig bis zum Sieden. Der heißen Lösung fügt man nur einen Tropfen konzentrierte Salpetersäure zu und versetzt anschließend mit konzentrierter Ammoniaklösung, bis die Lösung basisch reagiert. Falls ein Niederschlag entsteht, muß er nach gutem Durchmischen zusammen mit der verbleibenden Flüssigkeit in ein Filterröhrchen übertragen und filtriert werden. Ist kein Rückstand vorhanden und sollen außer Silber-, Eisen(III)- und Aluminium-Ionen noch andere Kationen nachgewiesen werden, arbeitet man entsprechend der Anweisung für die Gruppe III unter „Behandlung des Filtrats 2" weiter. Der schmierige Rückstand verklebt leicht die Watte.

Man darf daher nicht zu viel in ein Filterröhrchen hineingeben! Beim ersten Filtrieren bleibt das Filtrat im allgemeinen trüb. Man überträgt das Filtrat in ein zweites, sauberes Filterröhrchen und wiederholt das Filtrieren. Das Filtrat soll dabei langsam (!) abtropfen und muß klar und farblos sein. Trübe Filtrate müssen so lange durch immer neue Filterwatte gedrückt werden, bis sie vollständig klar sind.

Behandlung des Rückstandes 2. Der Rückstand kann aus Eisen(III)-hydroxid und Aluminiumhydroxid bestehen. Er wird mit 10 Tropfen Wasser gewaschen. Das Waschwasser wird verworfen. Anschließend gibt man 10 Tropfen halbkonzentrierte Salzsäure in das Filterröhrchen und drückt diese mit Hilfe eines Gummidoppelgebläses langsam durch. Wenn sich der Niederschlag noch nicht vollständig gelöst hat, wird der Vorgang wiederholt. (Wurden zwei oder mehr Filterröhrchen benutzt, müssen alle Niederschläge in der gleichen Weise behandelt werden. Die Filtrate werden vereinigt.) Das Filtrat nimmt man in einen Halbmikro-Tropfer auf und tropft es langsam und unter Umrühren in ein Halbmikro-Kochglas, in dem sich 3 ml konzentrierte heiße Natriumhydroxidlösung befinden. *(Vorsicht!* Bei den weiteren Arbeiten Schutzbrille tragen!) Die Lösung wird noch 2··· 3 min leicht (!) erwärmt. Wenn ein Rückstand verbleibt, wird er zusammen mit der Lösung in ein Filterröhrchen übertragen und filtriert (eventuell wie oben beschrieben mit 2 Filterröhrchen). Ist kein Rückstand vorhanden, wird sofort entsprechend der Anweisung unter „Behandlung des Filtrats 2a" weitergearbeitet.

Behandlung des Filtrates 2. s. Gruppe III

Behandlung des Rückstandes 2a. Der Rückstand wird mit 10 Tropfen destilliertem Wasser gewaschen. Das Waschwasser wird verworfen. Auf den Rückstand tropft man 10 Tropfen verdünnte Salzsäure und drückt diese mit dem Gummidoppelgebläse durch. Der Lösung fügt man 3 Tropfen Kaliumthiozyanatlösung zu. Bei Anwesenheit von Eisen(III)-Ionen entsteht eine dunkelrote Färbung.

Behandlung des Filtrats 2a. Dem Filtrat werden unter Umrühren 2 Spatel festes Ammoniumchlorid zugesetzt. Man erhitzt 2··· 3 min bis zum leichten Sieden. Bei Anwesenheit von Aluminium-Ionen entsteht ein flockiger, weißer Niederschlag. (Meist in geringer Menge!)
Es sollen *die Kationen,* Ba^{2+}, Ca^{2+} *und* NH_4^+ *(Gruppe III)* nachgewiesen werden.
Die Barium- und Kalzium-Ionen sind erst eindeutig zu identifizieren, wenn alle Ionen der Gruppe II bereits abgetrennt worden sind. Die Barium- und Kalzium-Ionen werden im Anschluß daran im Filtrat 2 nachgewiesen. Auf Ammonium-Ionen prüft man direkt aus der Analysensubstanz.

Behandlung des Filtrats 2. Das Filtrat versetzt man bis zur schwach sauren Reaktion tropfenweise mit Äthansäure. Dann fügt man 10 Tropfen Kaliumchromatlösung hinzu. Einen eventuell entstandenen gelben Niederschlag filtriert man ab. Er entsteht bei Anwesenheit von Barium-Ionen.
In das Filtrat wird tropfenweise konzentrierte Ammoniaklösung bis zur schwach basischen Reaktion gegeben. Die Lösung wird mit 5 Tropfen Äthandisäurelösung versetzt. Bei Anwesenheit von Kalzium-Ionen entsteht ein weißer Niederschlag.

Nachweis der Ammonium-Ionen. Ein Spatel Analysensubstanz wird in einem Freiberger Mörser mit 2 Schuppen Natriumhydroxid gründlich verrieben. Entweichendes Ammoniak wird am Geruch erkannt.

Der Ammoniaknachweis kann auch in der Halbmikro-Gaskammer durch Auftropfen von konzentrierter Natriumhydroxidlösung auf eine reichliche Spatelspitze Analysensubstanz erbracht werden. Auf die Innenseite der oberen Uhrglasschale wird ein Stückchen angefeuchtetes Unitestpapier gegeben.

4. Chemische Experimente aus dem Bereich der organischen Chemie

4.1. Qualitative Analyse organischer Substanzen

Verhalten organischer Stoffe beim Erhitzen 98

Zielstellung Die Schüler lernen das Verhalten nichtflüchtiger organischer Stoffe beim Erhitzen kennen.

Instrumentarium 4 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglashalter, Brenner

Chemikalien Holz, Zucker, Brot, Textilfasern

Durchführung Holz, Zucker, Brot und Textilfasern werden nacheinander in Halbmikro-Reagenzgläsern erhitzt.

Ergebnis Beim Erhitzen werden nichtflüchtige organische Stoffe zersetzt. Dabei scheidet sich Kohlenstoff ab. Außerdem entwickeln sich brenzlig riechende Gase. Organische Stoffe sind Verbindungen des Kohlenstoffs.

Nachweis von Kohlenstoff und Wasserstoff in organischen Verbindungen 99

Zielstellung Die Schüler sollen erkennen, daß organische Verbindungen Kohlenstoff und Wasserstoff enthalten.

Instrumentarium Apparat 14, Apparat 9, Apparat 10, Spatel, Brenner, Stativ mit Klemme und Muffe, weiße und schwarze Unterlage

Chemikalien Paraffinöl, Kupfer(II)-oxid, Kupfer(II)-sulfat, Bariumhydroxidlösung

Bemerkungen Das für den Versuch benötigte entwässerte Kupfer(II)-sulfat wird aus dem Kupfer(II)-sulfat-5-Wasser durch Erhitzen in einem Reagenzglas hergestellt. Das Wasser muß restlos verdampfen!

Durchführung Nachdem man in den Rundkolben des Apparates 14 zwei Spatel Kupfer(II)-oxid, in den Apparat 9 einen Spatel entwässertes Kupfer(II)-sulfat und in den Apparat 10...20 Tropfen Bariumhydroxidlösung gegeben hat, werden die Apparate miteinander verbunden (Abb. 85). Der Rundkolben wird erhitzt.



Abb. 85 Nachweis der Elemente Kohlenstoff und Wasserstoff

Auf das heiße Kupfer(II)-oxid läßt man aus dem Halbmikro-Tropfer, der bis zur Hälfte gefüllt ist, Paraffinöl fließen. Die Versuchsdauer beträgt etwa 45 s.

Ergebnis

Das schwarze Kupfer(II)-oxid wird zu elementarem Kupfer reduziert, das gesammelt wird. Das entwässerte Kupfer(II)-sulfat färbt sich blau. In der Bariumhydroxidlösung entsteht ein Niederschlag. Die in organischen Verbindungen enthaltenen Elemente Wasserstoff und Kohlenstoff werden zu Wasser beziehungsweise Kohlendioxid oxydiert:

$$CuO + 2H \rightarrow Cu + H_2O$$

$$2CuO + C \rightarrow 2Cu + CO_2\uparrow$$

Das Wasser bildet mit dem weißen wasserfreien Kupfer(II)-sulfat das blaue Kupfer(II)-sulfat-5-Wasser:

$$CuSO_4 + 5H_2O \rightarrow CuSO_4 \cdot 5H_2O$$

Kohlendioxid bildet mit Bariumhydroxidlösung einen Niederschlag von Bariumkarbonat.

Nachweis von Chlor in anorganischen und in organischen Verbindungen — 100

Zielstellung

Die Schüler sollen Nachweismöglichkeiten des heteropolar und homöopolar gebundenen Chlors kennenlernen.

Instrumentarium

Halter mit Kupferschlinge, 2 Uhrglasschalen, Glasstab, Brenner, schwarze Unterlage

Chemikalien

Tetrachlormethan (Tetrachlorkohlenstoff), Salzsäure verd., Salpetersäure verd., Silbernitratlösung

Bemerkungen

Vorsicht! Silbernitratlösung wirkt auf der Haut unter Abscheidung von dunklem Silber ätzend!

Durchführung

Auf eine Uhrglasschale gibt man 10 Tropfen verdünnte Salzsäure, 5 Tropfen verdünnte Salpetersäure sowie 10 Tropfen Silbernitratlösung und rührt die Flüssigkeiten um. Der gleiche Versuch wird mit 10 Tropfen Tetrachlormethan an Stelle der Salzsäure wiederholt.
Eine ausgeglühte Kupferschlinge wird mit 2 Tropfen Tetrachlormethan benetzt und in die Flamme gehalten.

Ergebnis

Das heteropolar gebundene Chlor reagiert mit Silber-Ionen zu dem schwerlöslichen Silberchlorid:

$$Cl^- + Ag^+ \rightarrow AgCl\downarrow$$

Das homöopolar gebundene Chlor zeigt diese Reaktion nicht. In der Wärme verbindet es sich mit Kupfer zu dem flüchtigen Kupfer(II)-chlorid, das die Flamme grün-blau färbt (Beilstein-Probe).

Nachweis von Stickstoff in organischen Verbindungen — 101

Zielstellung

Die Schüler lernen einen einfachen und ungefährlichen Nachweis des Stickstoffs in organischen Verbindungen kennen.

Instrumentarium: Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglashalter, Spatel, Brenner, Glasstab

Chemikalien: Kohlensäurediamid (Harnstoff), Unitestpapier, destilliertes Wasser, Salzsäure konz.

Durchführung: Ein halber Spatel Kohlensäurediamid wird in einem Halbmikro-Reagenzglas erhitzt. Über die Öffnung des Reagenzglases hält man einen angefeuchteten Streifen Unitestpapier und anschließend an einem Glasstab einen Tropfen konzentrierte Salzsäure.

Ergebnis: Kohlensäurediamid gibt beim Erhitzen Ammoniak ab. Das Ammoniak färbt das angefeuchtete Unitestpapier blau und bildet mit Salzsäure einen weißen Ammoniumchlorid-Rauch (↗ Versuch 48b).

Bemerkungen: Dieser einfache Nachweis gelingt nicht mit allen organischen Stickstoffverbindungen. Der Stickstoffnachweis nach Lassaigne kann auf Grund erhöhter Unfallgefahr nicht als Schülerexperiment durchgeführt werden.

Nachweis von Schwefel in organischen Verbindungen **102**

Zielstellung: Die Schüler lernen einen ungefährlichen Nachweis von Schwefel in organischen Verbindungen kennen.

Instrumentarium: Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglashalter, Brenner

Chemikalien: Haare, Bleiäthanat- (Bleiazetat-)papier, destilliertes Wasser

Durchführung: Ein kleines Büschel Haare wird in einem Halbmikro-Reagenzglas kräftig erhitzt. Über die Öffnung des Reagenzglases hält man einen angefeuchteten Streifen Bleiäthanatpapier.

Ergebnis: Die Haare zersetzen sich beim Erhitzen. Dabei bildet sich unter anderem Schwefelwasserstoff. Die Sulfid-Ionen reagieren mit den Blei(II)-Ionen zu dem schwarzglänzenden Bleisulfid:

$$Pb^{2+} + S^{2-} \rightarrow PbS\downarrow$$

Bemerkungen: Der beschriebene Nachweis kann nur mit leicht zersetzlichen organischen Schwefelverbindungen durchgeführt werden. Die Zersetzung organischer Verbindungen mit Hilfe von Kalium oder Natrium muß aus Sicherheitsgründen unterbleiben.

4.2. Experimente zu den Verbindungsgruppen

4.2.1. Alkane

Darstellung von Methan **103**

Zielstellung: Die Schüler stellen Methan aus Natriumäthanat(-azetat) und Natriumhydroxid her.

Instrumentarium: Stativ mit Klemme und Muffe, Reagenzglas mit seitlichem Ansatzrohr und Stopfen, Brenner, Gasableitungsrohr, Kristallisierschale als pneumatische Wanne, Erlenmeyerkolben, Reagenzglasständer, Spatel, Freiberger Mörser mit Pistill, Apparat 10

Chemikalien: Natriumhydroxid fest, Natriumäthanat(-azetat) wasserfrei, Wasser, Bariumhydroxidlösung, Salzsäure konz.

Durchführung

2 Hornspatel wasserfreies Natriumäthanat werden mit der gleichen Menge festem Natriumhydroxid im Freiberger Mörser gut verrieben und in ein Reagenzglas mit seitlichem Ansatzrohr gegeben. Das Reagenzglas wird dann mit einem Gummistopfen verschlossen und das seitliche Ansatzrohr mit einem Gasableitungsrohr verbunden. Das Reagenzglas spannt man schräg in ein Stativ ein und erhitzt es in der Brennerflamme. Das entweichende Gas wird pneumatisch in einem Erlenmeyerkolben aufgefangen (Abb. 86). (*Vorsicht!* Vor dem Abschluß des Erhitzens muß man das Gasableitungsrohr aus der „pneumatischen Wanne" herausnehmen!) Das Gas wird auf Brennbarkeit untersucht.

Der Erlenmeyerkolben wird danach mit 2 ml Bariumhydroxidlösung ausgespült. Nach dem Abkühlen stellt man aus dem Reagenzglas mit seitlichem Ansatzrohr einen Halbmikro-Gasentwickler her, schließt daran den mit 10 Tropfen Bariumhydroxidlösung gefüllten Apparat 10 an und läßt auf den Rückstand im Halbmikro-Gasentwickler konzentrierte Salzsäure einwirken.

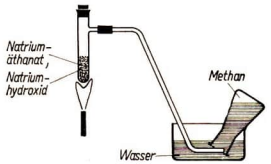


Abb. 86 Darstellung von Methan

Ergebnis

Aus Natriumäthanat und Natriumhydroxid entsteht beim Erhitzen ein brennbares Gas, das Methan:

$$CH_3{-}COONa + NaOH \rightarrow Na_2CO_3 + CH_4\uparrow$$

Das Natriumkarbonat wird durch die Einwirkung der konzentrierten Salzsäure zersetzt und das entweichende Kohlendioxid mit Bariumhydroxidlösung nachgewiesen. Beim Verbrennen des Methans entstehen Kohlendioxid und Wasser:

$$CH_4 + 2O_2 \rightarrow CO_2 + 2H_2O$$

4.2.2. Alkene

Darstellung und Eigenschaften von Äthen (Äthylen) 104

Zielstellung

Die Schüler lernen die Darstellung des Äthens aus Äthanol und konzentrierter Schwefelsäure und einige Nachweisreaktionen auf Doppelbindungen kennen.

Instrumentarium

Stativ mit Klemme und Muffe, Apparat 14, Gasableitungsrohr, Kristallisierschale als pneumatische Wanne, Erlenmeyerkolben, 2 Reagenzglasständer, Aktivkohleadsorptionsrohr, Brenner, 2 Halbmikro-Reagenzgläser, Siedesteine

Chemikalien

Schwefelsäure konz., Äthanol (Äthylalkohol), Wasser, Kaliumpermanganatlösung, Natriumkarbonatlösung 10%ig, Bromwasser

Durchführung

In den Apparat 14 gibt man einen Siedestein und 2 ml konzentrierte Schwefelsäure. Die Tropfpipette wird mit 1···2 ml Äthanol gefüllt. An den Apparat 14 schließt man ein nach unten gerichtetes Gasableitungsrohr an. Bei leichtem Schütteln des Kolbens läßt man Äthanol in die Schwefelsäure einfließen. Dann spannt man den Apparat 14 in ein Stativ ein und erwärmt den Rundkolben vorsichtig in der Brennerflamme. Das entweichende Gas wird pneumatisch in einem Erlenmeyerkolben (oder in einem Reagenzglas der Größe 100 mm × 12 mm) und in 2 Halbmikro-Reagenzgläsern aufgefangen (Abb. 87). Wenn die Geräte gefüllt sind, wird das Gasableitungsrohr aus der „pneumatischen Wanne" herausgenommen, mit einem Aktivkohleadsorptionsrohr verbunden und dann erst das Erhitzen beendet.
Das erhaltene Gas wird auf seine Eigenschaften untersucht. Zunächst hält man den Erlenmeyerkolben mit der Öffnung an eine Flamme. Danach werden die Reagenzgläser unter Wasser mit einem Stopfen verschlossen. In das 1. Reagenzglas gibt man schnell 1 ml Bromwasser, verschließt sofort wieder und schüttelt. In das 2. Reagenzglas gibt man schnell 10 Tropfen

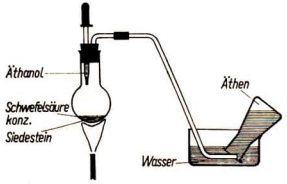


Abb. 87 Darstellung des Äthens

Baeyers Reagens, das man sich aus 5 Tropfen etwa 0,1 n Kaliumpermanganatlösung und 5 Tropfen 10%iger Natriumkarbonatlösung hergestellt hat. Das Reagenzglas wird sofort verschlossen und geschüttelt.

Ergebnis

Aus Äthanol und konzentrierter Schwefelsäure entsteht beim Erwärmen ein brennbares Gas, das Äthen:

$$C_2H_5{-}O\boxed{H+HO}SO_2OH \rightarrow H_2O + \underbrace{C_2H_5{-}O{-}SO_2OH}_{\text{Äthylschwefelsäure}}$$

$$C_2H_5{-}O{-}SO_2OH \rightarrow C_2H_4\uparrow + HOSO_2OH$$

Äthen entfärbt Bromwasser. Brom wird an das Äthen angelagert (addiert):

$$\begin{array}{l} H{-}C{=}C{-}H \\ \quad|\quad| \\ \quad H\ \ H \end{array} + Br_2 \rightarrow \begin{array}{l} \quad Br\ Br \\ \quad|\quad| \\ H{-}C{-}C{-}H \\ \quad|\quad| \\ \quad H\ \ H \end{array}$$

Äthen kann auch mit Baeyers Reagens nachgewiesen werden. Es entsteht dabei ein brauner Niederschlag. Das Kaliumpermanganat wird zu Mangan(IV)-oxidhydrat $MnO(OH)_2$ reduziert.

Zielstellung

Die Schüler lernen eine weitere Möglichkeit der Äthendarstellung und dadurch den Unterschied zwischen katalytischer Dehydratisierung in flüssiger (homogener) und gasförmiger (heterogener) Phase kennen. Darüber hinaus wird ihr praktisch-experimentelles Können in besonderem Maße entwickelt.

Instrumentarium a

Apparat 4, Apparat 6, Verbrennungsrohr, Apparat 9, Apparat 10, Aktivkohleadsorptionsrohr, Ablage für Halbmikro-Tropfer, 2 Brenner, Stativ mit Klemme und Muffe, 3 Reagenzglasständer, Spatel, Glasstab

Chemikalien a

Aluminiumoxid, Bimsstein, Asbestwolle, Kalziumkarbonat, Salzsäure, konz., Bromwasser, Kaliumpermanganatlösung, Natriumkarbonatlösung 10%ig, Äthanol (Äthylalkohol)

Bemerkungen

Den für diesen Versuch benötigten Katalysator stellt man folgendermaßen her:

Mit Ammoniakwasser wird Aluminiumhydroxid aus einer Aluminiumsalzlösung ausgefällt, gut gewaschen und dann mit etwa der gleichen Menge Bimsstein oder Asbestwolle vermischt. Dieses Gemisch wird in einer Abdampfschale etwa eine halbe Stunde über freier Flamme erhitzt (nicht glühen!).

Durchführung a

Der Apparat 4 wird mit einigen Stücken Kalziumkarbonat gefüllt. In den Halbmikro-Tropfer nimmt man möglichst viel konzentrierte Salzsäure auf. In den Apparat 6 gibt man 30 Tropfen Äthanol. Der Apparat 6 wird in ein Stativ eingespannt. Sein Gaseinleitungsrohr, das bis dicht über den Boden eingeführt ist, wird mit dem Apparat 4 verbunden. In ein Verbrennungsrohr wird eine etwa 5 cm lange Schicht des Katalysators locker eingeführt und auf beiden Seiten durch je einen kleinen Asbestwollepfropfen eingeschlossen. Das Verbrennungsrohr wird auf der einen Seite mit dem seitlichen Ansatzrohr des Apparates 6 verbunden. An die andere Seite schließt man den mit 20 Tropfen Bromwasser gefüllten Apparat 9 an, der seinerseits mit dem Apparat 10 verbunden wird. In den Apparat 10 gibt man 10 Tropfen 0,1 n Kaliumpermanganatlösung und 10 Tropfen 10%ige Natriumkarbonatlösung. Den Abschluß der Apparatur bildet ein Aktivkohleadsorptionsrohr (Abb. 88). Der Apparat 9 muß auf jeden Fall dem Apparat 10 vorgeschaltet werden. Der Nachweis des Äthens ist sonst nicht eindeutig, da Baeyers Reagens auch durch überdestillierendes Äthanol reduziert wird!

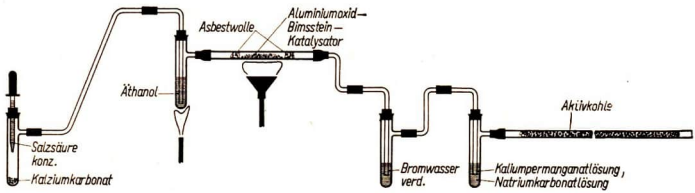


Abb. 88 Darstellung des Äthens durch katalytische Dehydratisierung von Äthanol (Durchführung a)

Das Verbrennungsrohr wird erhitzt. Man benutzt nach Möglichkeit einen Gasbrenner mit Schlitzaufsatz. Es kann auch mit einem Spiritusbrenner erhitzt werden. Die Reaktion dauert allerdings etwas länger. Gleichzeitig wird der mit Äthanol gefüllte Apparat 6 in der Flamme eines Brenners bis zum leichten Sieden erhitzt. Dann tropft man im Apparat 4 die Salzsäure auf das Kalziumkarbonat und erzeugt einen möglichst gleichmäßigen Gasstrom. Nach 3···4 min wird das Erhitzen eingestellt.

Ergebnis a

Im Apparat 4 wird aus Kalziumkarbonat und Salzsäure ein Kohlendioxidstrom erzeugt. Dieser spült Äthanoldämpfe über den erhitzten Katalysator. Äthanol wird dabei dehydratisiert:

$$C_2H_5{-}OH \xrightarrow{Al_2O_3} H_2O + C_2H_4\uparrow$$

Es entsteht Äthen, das durch Bromwasser und Baeyers Reagens nachgewiesen wird.

Instrumentarium b

Apparat 14, Apparat 11, Apparat 10, Ausgleichrohr, Kristallisierschale als pneumatische Wanne, Halbmikro-Reagenzglas, Spatel, Brenner, Stativ mit Klemme und Muffe, weiße Unterlage

Chemikalien b

Äthanol (Äthylalkohol) 96%ig, Aluminiumoxid, Bromwasser, Natriumkarbonatlösung 10%ig, Kaliumpermanganatlösung verd.

Durchführung b

In den Rundkolben des Apparates 14 gibt man einen halben Spatel Aluminiumoxid. An den Apparat 14 werden die Apparate 11 und 10 angeschlossen. Den Apparat 11 füllt man mit 20 Tropfen stark verdünntem Bromwasser. Das Gaseinleitungsrohr wird hier bis zum Boden des Reagenzglases eingeführt. In den Apparat 10 gibt man 20 Tropfen Baeyers Reagens (15 Tropfen Natriumkarbonatlösung und 5 Tropfen Kaliumpermanganatlösung). An die so entstandene Apparatur wird noch ein nach unten gerichtetes Ausgleichrohr, das in eine „pneumatische Wanne" eintaucht, angeschlossen (Abb. 89).

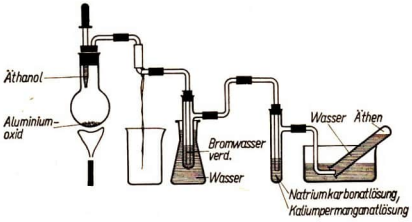


Abb. 89 Darstellung des Äthens (Durchführung b)

Nachdem man den Rundkolben kräftig erhitzt hat, steckt man den Halbmikro-Tropfer, dessen Spitze (nur diese!) mit Äthanol gefüllt ist, in das noch freie Stopfenloch. Ein Teil des Äthens wird pneumatisch in einem Halbmikro-Reagenzglas aufgefangen und auf Brennbarkeit untersucht.

Ergebnis b

↗ Ergebnis a

Darstellung von Äthanol (Äthylalkohol) durch katalytische Wasseranlagerung an Äthen (Äthylen) 106

Zielstellung

Die Schüler sollen eine petrolchemische Synthese des Äthanols aus Äthen kennenlernen.

Instrumentarium

Apparate zur Herstellung des Äthens (↗ Versuch 105b), außerdem 4 Halbmikro-Reagenzgläser, Halbmikro-Tropfer, Filterröhrchen, Glasstab, Reagenzglashalter, Spatel, Brenner, Siedesteinchen, weiße Unterlage, Tamponträger

Chemikalien

Äthen (Äthylen) (aus Versuch 105b), Silbersulfat, Schwefelsäure verd., Salpetersäure verd., Salzsäure verd., Natriumhydroxidlösung verd., Jod-Kaliumjodidlösung verd., Unitestpapier

Durchführung

Das Ausgangsprodukt Äthen wird durch katalytische Dehydratisierung (↗ Versuch 105b) hergestellt. An Stelle von Baeyers Reagens gibt man in den Apparat 10 eine reichliche Spatelspitze Silbersulfat und 10 Tropfen verdünnte Schwefelsäure. Vor der Versuchsdurchführung wird die Lösung im Apparat 10 vorsichtig bis zum Sieden erhitzt. Am Ende der Äthenentwicklung wird die klare Lösung mit Hilfe eines Halbmikro-Tropfers abgesaugt. Zu der Lösung gibt man 3 Tropfen verdünnte Salpetersäure und 6 Tropfen verdünnte Salzsäure. Das ausgefällte Silberchlorid wird abfiltriert. Diese Arbeitsoperation wird so oft durchgeführt, bis die Lösung völlig klar ist. Zu der Lösung werden dann noch einmal 2···3 Tropfen verdünnte Salzsäure gegeben; bei erneuter Trübung ist das Filtrieren zu wiederholen. Anschließend wird die Lösung mit verdünnter Natriumhydroxidlösung alkalisch gemacht. Unter ständigem Reiben mit dem Glasstab an den inneren Wänden des Reagenzglases fügt man tropfenweise verdünnte Jod-Kaliumjodidlösung (höchstens 5 Tropfen) hinzu. Vor der Jodzugabe müssen die Silber-Ionen restlos entfernt werden, da sich sonst gelbes Silberjodid bildet und den Nachweis des Äthanols stört. Das Äthanol läßt sich durch die Jodoformprobe (↗ Versuch 119) nachweisen.

Ergebnis

Unter dem katalytischen Einfluß des Silbersulfats bildet sich aus Äthen und Schwefelsäure Äthylschwefelsäure:

$$H_2C{=}CH_2 + HOSO_2OH \xrightarrow{Ag_2SO_4} CH_3{-}CH_2{-}O{-}SO_2OH$$

In der Wärme wird Äthylschwefelsäure verseift:

$$CH_2{-}CH_2{-}O{-}SO_2OH + HOH \rightarrow CH_3{-}CH_2{-}OH + HOSO_2OH$$

Kracken 107

Zielstellung

Der Versuch soll den Schülern die endotherme Dehydrierung und Spaltung langkettiger Alkane zu ungesättigten und benzinähnlichen Stoffen zeigen.

Instrumentarium

Apparat 14, Apparat 9, Apparat 10, Ausgleichrohr, Kristallisierschale als pneumatische Wanne, Halbmikro-Reagenzglas, Glasstab, Brenner, Stativ mit Muffe und Klemme, 2 Reagenzglasständer

Chemikalien

Paraffinöl (DAB 7), Bromwasser verd., Natriumkarbonatlösung 10%ig, Kaliumpermanganatlösung verd., Aktivkohle gekörnt

Bemerkungen

Vor der Versuchsdurchführung überzeugt man sich, daß das Paraffinöl weder mit 20 Tropfen stark verdünntem Bromwasser noch mit 20 Tropfen Baeyers Reagens reagiert.

Durchführung

In den im Stativ eingespannten Apparat 14 gibt man etwa 30 Körner Aktivkohle, entfernt den Halbmikro-Tropfer aus dem Stopfen und schließt einen mit 20 Tropfen verdünntem Bromwasser gefüllten Apparat 9 an. 5 Tropfen Kaliumpermanganatlösung werden im Apparat 10 mit 15 Tropfen 10%iger Natriumkarbonatlösung vermischt. An das seitliche Ansatzrohr des Apparates 10 wird ein nach unten in das Wasser einer Kristallisierschale gerichtetes Ausgleichrohr angeschlossen. Anschließend verbindet man die Apparate 9 und 10 miteinander, erhitzt die Aktivkohle im Rundkolben kräftig und führt dann den mit Paraffinöl gefüllten Halbmikro-Tropfer in das noch offene Stopfenloch ein (Abb. 90). Nach dem Auftropfen des Paraffinöls auf die Aktivkohle wird noch 2··· 3 min erhitzt. Die entweichenden Gase werden pneumatisch aufgefangen und auf Geruch und Brennbarkeit untersucht.

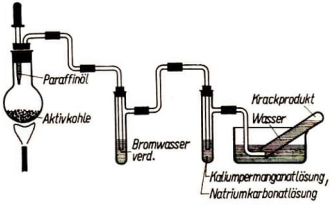


Abb. 90 Kracken

Ergebnis

Bromwasser wird entfärbt. In Baeyers Reagens entsteht ein brauner Niederschlag. Durch die Hitze und durch die katalytische Wirkung der Aktivkohle sind aus dem Paraffin Verbindungen mit Mehrfachbindungen entstanden. Die Alkanmoleküle werden gespalten und dehydriert. Krackprodukte sind brennbar und besitzen einen benzinähnlichen Geruch.

4.2.3. Alkine

Darstellung und Eigenschaften von Äthin (Azetylen) 108

Zielstellung

Die Schüler untersuchen das aus Kalziumkarbid und Wasser hergestellte und pneumatisch aufgefangene Gas.

Bemerkungen

Vorsicht! Äthin-Luft-Gemische sind sehr explosibel!

Instrumentarium a

Apparat 3, Erlenmeyerkolben, 2 Halbmikro-Reagenzgläser mit Stopfen, Brenner, Spatel

Chemikalien a

Kalziumkarbid, Wasser, Kaliumpermanganatlösung, Natriumkarbonatlösung 10%ig, Phenolphthaleinlösung, Unitestpapier

Durchführung a

Im Apparat 3 wird auf eine etwa 1 cm hohe Schicht Kalziumkarbid Wasser aufgetropft und das entweichende Gas, nachdem die Luft aus dem Apparat verdrängt ist, pneumatisch in einem Erlenmeyerkolben und in zwei Halbmikro-Reagenzgläsern aufgefangen. Die Öffnung des mit Gas gefüllten Erlen-

meyerkolbens wird gegen eine Flamme gehalten. Die beiden Halbmikro-Reagenzgläser werden unter Wasser mit Stopfen verschlossen. In das eine gibt man 1 ml Baeyers Reagens (hergestellt aus 5 Tropfen Kaliumpermanganatlösung und 15 Tropfen 10%iger Natriumkarbonatlösung), in das zweite 1 ml Bromwasser. Beide Reagenzgläser werden sofort verschlossen und geschüttelt. In den Apparat 3 gibt man nach Abschluß der Reaktion 1 ··· 2 Tropfen Phenolphthaleinlösung.

Ergebnis a

Aus Kalziumkarbid und Wasser entsteht ein brennbares Gas, welches mit stark rußender Flamme verbrennt. Das Gas reagiert mit Baeyers Reagens und mit Bromwasser. Baeyers Reagens färbt sich braun, Bromwasser wird entfärbt. Das Gas enthält Mehrfachbindungen im Molekül. Es ist Äthin entstanden. Das zweite Reaktionsprodukt aus Kalziumkarbid und Wasser ist Kalziumhydroxid, das basisch reagiert:

$$CaC_2 + 2H_2O \rightarrow H{-}C{\equiv}C{-}H\uparrow + Ca(OH)_2$$

Instrumentarium b

Apparat 14, Apparat 9, Apparat 10, Ausgleichrohr, Kristallisierschale als pneumatische Wanne, Spatel, Stativ mit Klemme und Muffe, weiße Unterlage

Chemikalien b

↗ Chemikalien a

Durchführung b

In den Rundkolben des Apparates 14 gibt man ein kleines Stück Kalziumkarbid. Der Halbmikro-Tropfer wird mit Wasser gefüllt. An den Apparat 14 wird der mit 20 Tropfen Bromwasser gefüllte Apparat 9 und daran der mit 20 Tropfen Baeyers Reagens (15 Tropfen Natriumkarbonatlösung und 5 Tropfen verdünnte Kaliumpermanganatlösung) gefüllte Apparat 10 angeschlossen. Das seitliche Ansatzrohr des Apparates 10 wird mit einem nach unten in das Wasser einer Kristallisierschale gerichteten Ausgleichrohr verbunden. Das Wasser wird langsam auf das Kalziumkarbid getropft. Den in der „pneumatischen Wanne" aufsteigenden Gasblasen nähert man vorsichtig ein brennendes Zündholz. Der im Rundkolben verbleibende Rest wird mit angefeuchtetem Unitestpapier untersucht.

Ergebnis b

↗ Ergebnis a.

Katalytische Wasseranlagerung an Äthin (Azetylen) 109

Zielstellung

Die Schüler stellen analog zum technischen Verfahren durch katalytische Wasseranlagerung an Äthin Äthanal (Azetaldehyd) her. Ihr praktisch-experimentelles Können wird auf Grund des komplizierten Versuchsaufbaues in besonderem Maße entwickelt.

Instrumentarium

Apparat 4, Apparat 6, Apparat 9, Apparat 10, Aktivkohleadsorptionsrohr, Ablage für Halbmikro-Tropfer, Brenner, 3 Reagenzglasständer, Stativ mit Muffe und Klemme, Spatel

Chemikalien

Quecksilber(II)-oxid, Schwefelsäure konz., Wasser, Kalziumkarbid, Schiffs Reagens

Durchführung

Der Apparat 4 wird mit einer etwa 1 cm hohen Schicht Kalziumkarbid gefüllt. In den Halbmikro-Tropfer wird Wasser aufgenommen. Eine kleine Spatelspitze Quecksilber(II)-oxid, 10 Tropfen Wasser und 10 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure vermischt man im Apparat 6, dessen Gaseinleitungsrohr bis dicht über den Boden des Reagenzglases eingeführt ist. *Vorsicht!* Quecksilbersalze sind sehr giftig! Der Apparat 6 wird in ein Stativ

eingespannt und mit dem Apparat 4 verbunden. An den Apparat 6 wird ein leerer Apparat 9 angeschlossen. Er hat die Aufgabe, eventuell übergehende Lösung aus dem Apparat 6 aufzunehmen. In den Apparat 10 gibt man 10 Tropfen Schiffs Reagens und verbindet ihn mit dem Apparat 9. Den Abschluß der Apparatur bildet ein Aktivkohleadsorptionsrohr (Abb. 91). Wenn die Apparatur zusammengestellt ist, werden 2 Tropfen Wasser auf das Kalziumkarbid getropft und zunächst die Luft aus der Apparatur verdrängt. Nach 1··· 2 min erwärmt man den Apparat 6 in der Brennerflamme nicht ganz bis zum Sieden der Flüssigkeit und erzeugt durch weiteres Auftropfen von Wasser auf Kalziumkarbid einen gleichmäßigen Äthinstrom. Nach 3··· 5 min liegt ein deutliches Versuchsergebnis vor.

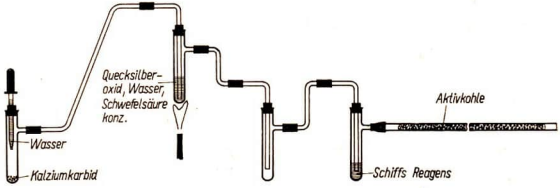


Abb. 91 Katalytische Wasseranlagerung an Äthin

Bemerkungen

Der Apparat 6 mit dem giftigen Quecksilber(II)-sulfat darf nicht von den Schülern gesäubert werden. Er ist nach der Versuchsdurchführung an den Lehrer abzugeben!

Ergebnis

Schiffs Reagens färbt sich rot. Es ist Äthanal entstanden. Quecksilber(II)-sulfat katalysiert die Anlagerung von Wasser an Äthin:

$$C_2H_2 + H_2O \xrightarrow{HgSO_4} CH_3{-}CHO$$

4.2.4. Ringförmige Kohlenwasserstoffe

Eigenschaften des Benzols 110

Zielstellung

Die Löslichkeit des Benzols, seine Fähigkeit andere Stoffe zu lösen und die Brennbarkeit werden untersucht.

Bemerkungen

Vorsicht! Benzoldämpfe sind sehr giftig! Die Experimente können gut als entwickelnde und erarbeitende Schülerübungsexperimente in getrennt gemeinschaftlicher Arbeitsweise nach dem „verwebenden Verfahren" eingesetzt werden.

Instrumentarium

5 Halbmikro-Reagenzgläser mit Stopfen, Spatel, Uhrglasschale, Reagenzglasgestell

Chemikalien

Benzol, Wasser, Öl, Äthanol (Äthylalkohol), Äthoxyäthan (Diäthyläther), Jodkristalle

Durchführung

In 5 Halbmikro-Reagenzgläsern mit je 5 Tropfen Benzol gibt man 5 Tropfen Wasser, 5 Tropfen Äthanol, 5 Tropfen Äthoxyäthan, 5 Tropfen Öl beziehungsweise einen Jodkristall. Die Reagenzgläser werden sofort mit Stopfen ver-

schlossen und geschüttelt. Auf einer Uhrglasschale wird ein Tropfen Benzol verbrannt.

Ergebnis

Benzol löst sich nicht in Wasser. Es hat eine geringere Dichte als Wasser und ist in Äthanol und Äthoxyäthan löslich. Benzol löst selbst Öl und Jod und verbrennt mit stark rußender Flamme.

Einwirkung von Brom und Baeyers Reagens auf Benzol 111

Zielstellung

Es wird experimentell nachgewiesen, daß sich Benzol gegenüber Brom und Baeyers Reagens anders verhält als ungesättigte kettenförmige Kohlenwasserstoffe.

Bemerkungen

Vorsicht! Benzoldämpfe sind sehr giftig!

Instrumentarium

2 Halbmikro-Reagenzgläser, 2 Stopfen, 2 Reagenzglasständer

Chemikalien

Benzol, Bromwasser, Natriumkarbonatlösung 10%ig, Kaliumpermanganatlösung

Durchführung

In 2 Halbmikro-Reagenzgläsern werden je 5 Tropfen Benzol erstens mit 2 Tropfen Bromwasser, zweitens mit 5 Tropfen 10%iger Natriumkarbonatlösung und 2 Tropfen verdünnter Kaliumpermanganatlösung versetzt. Die Reagenzgläser werden sofort mit Stopfen verschlossen und kräftig geschüttelt.

Ergebnis

Die Farbe des Bromwassers bleibt erhalten. Brom wird nicht addiert. Benzol reagiert nicht mit Baeyers Reagens.

Einwirkung von konzentrierter Schwefelsäure auf Benzol 112

Zielstellung

Die Schüler lernen die Bildung der Benzolsulfonsäure kennen und stellen als wichtige Eigenschaft die Wasserlöslichkeit fest.

Bemerkungen

Vorsicht! Benzoldämpfe sind sehr giftig! An Stelle des Benzols kann auch Aminobenzol sulfoniert und 4-Aminobenzolsulfonsäure (Sulfanilsäure) hergestellt werden!

Instrumentarium

Brenner, 2 Halbmikro-Reagenzgläser, 2 Reagenzglasständer, Reagenzglashalter, Glasstab, Halbmikro-Tropfer

Chemikalien

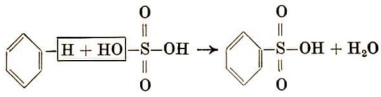
Benzol, Schwefelsäure konz., Wasser

Durchführung

In ein Halbmikro-Reagenzglas wird ein Glasstab mit der abgeplatteten Seite nach unten eingestellt. Dann gibt man 5 Tropfen Benzol und 10 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure zu und erhitzt das Reagenzglas vorsichtig bei ständigem Schütteln etwa 2 min in der Brennerflamme. Der Inhalt des Reagenzglases wird nach dem Abkühlen in einen Halbmikro-Tropfer aufgenommen und in ein zweites Halbmikro-Reagenzglas, in dem sich 15··· 20 Tropfen Wasser befinden, vorsichtig eingetropft.

Ergebnis

Während Benzol in Wasser nicht löslich ist, löst sich das Reaktionsprodukt aus Benzol und Schwefelsäure in Wasser. Es ist Benzolsulfonsäure entstanden.



In den Sulfonsäuren ist der Schwefel direkt mit dem Kohlenstoff verbunden. Im Unterschied dazu liegt bei den Alkylsulfaten (↗ Versuche 106 und 156) eine C–O–S-Bindung vor!

Darstellung von Natriumbenzolsulfonat **113**

Zielstellung Die Schüler lernen die Benzolsulfonierungsreaktion kennen.

Bemerkungen In gleicher Weise kann auch Aminobenzol sulfoniert und das Natriumsalz der 4-Aminobenzolsulfonsäure (Sulfanilsäure) hergestellt werden.

Instrumentarium Apparat 15, Stativ mit Klemme und Muffe, Brenner, Glasstab

Chemikalien Benzol, Schwefelsäure konz., Natriumhydroxidlösung konz., Unitestpapier

Durchführung Im Apparat 15 läßt man auf 20 Tropfen Benzol langsam 40 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure auftropfen. Der Apparat 15 wird in ein Stativ eingespannt und die Lösung etwa 2 min nicht ganz bis zum Sieden erwärmt. Anschließend nimmt man in den Halbmikro-Tropfer konzentrierte Natriumhydroxidlösung auf und läßt diese bei verschlossenem Kolben langsam zutropfen, bis die Lösung alkalisch reagiert. Dann kühlt man den Kolben ab.

Ergebnis Aus Benzol und konzentrierter Schwefelsäure entsteht Benzolsulfonsäure (↗ Versuch 112), die sich mit Natriumhydroxidlösung zu Natriumbenzolsulfonat umsetzt:

$$C_6H_5{-}SO_3H + NaOH \rightarrow C_6H_5{-}SO_3Na\downarrow + H_2O$$

Das Natriumbenzolsulfonat kristallisiert beim Abkühlen aus.

Einwirkung von Baeyers Reagens auf Methylbenzol (Toluol) **114**

Zielstellung Im Unterschied zu Benzol reagiert Methylbenzol mit Baeyers Reagens. An Hand dieses Experiments wird noch einmal auf die besonderen Bindungsverhältnisse im Benzolkern eingegangen.

Bemerkungen *Vorsicht!* Methylbenzol ist feuergefährlich!

Instrumentarium Brenner, Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglashalter, Reagenzglasständer, Glasstab

Chemikalien Methylbenzol (Toluol), Natriumkarbonatlösung 10%ig, Kaliumpermanganatlösung

Durchführung 5 Tropfen 10%ige Natriumkarbonatlösung werden in einem Halbmikro-Reagenzglas mit 5 Tropfen verdünnter Kaliumpermanganatlösung und 5 Tropfen Methylbenzol versetzt. In das Reagenzglas wird ein Glasstab mit der abgeplatteten Seite nach unten eingestellt. Es wird bei ständigem Schütteln in der Brennerflamme vorsichtig erhitzt.

Ergebnis Die violette Farbe des Kaliumpermanganats verschwindet. Es entsteht ein

brauner Niederschlag aus Mangan(IV)-oxidhydrat. Methylbenzol wird durch Baeyers Reagens zu Benzolkarbonsäure (Benzolsäure) oxydiert. Es entsteht das Kaliumbenzoat:

$$C_6H_5{-}CH_3 + 2KMnO_4 + H_2O \rightarrow C_6H_5{-}COOK + 2MnO(OH)_2\downarrow + KOH$$

Wasserdampfdestillation von Methylbenzol (Toluol) 115

Zielstellung: Die Schüler sollen das Wasserdampfdestillieren kennenlernen.

Bemerkungen: *Vorsicht!* Methylbenzol ist feuergefährlich!

Instrumentarium: Rundkolben, Destillationsaufsatz mit einfach durchbohrtem Stopfen und Thermometer, Einsatzrohr zum Wasserdampfdestillieren, Gasableitungsrohr, Apparat 11, Stativ mit Klemme und Muffe, Siedesteine, Brenner, Halbmikro-Tropfer

Chemikalien: Methylbenzol (Toluol), Wasser

Durchführung: Ein im Stativ eingespannter Rundkolben wird bis etwa zu einem Drittel mit Wasser gefüllt und mit einigen Siedesteinchen versehen. Der Destillationsaufsatz (↗ S. 33) wird mit dem Stopfen des zum Wasserdampfdestillieren benutzten Einsatzrohres (↗ S. 34) verschlossen. In den Destillationsaufsatz gibt man 15 Tropfen Wasser und 15 Tropfen Methylbenzol, setzt ihn auf den Rundkolben auf und verschließt ihn mit einem durchbohrten Stopfen und Thermometer. An das seitliche Ansatzrohr werden ein nach unten gerichtetes Gasableitungsrohr und daran der Apparat 11 angeschlossen (Abb. 92). Das Wasser im Rundkolben wird zum Sieden erhitzt. Nach Versuchsbeendigung wird der Destillationsaufsatz abgenommen, da sonst die Flüssigkeit aus dem Aufsatz in den Kolben zurücksteigt.



Abb. 92 Wasserdampfdestillation von Methylbenzol

Ergebnis: Methylbenzol ist wasserdampfflüchtig (Erklärung ↗ S. 52).

Darstellung von Nitrobenzol und Aminobenzol (Anilin) 116

Zielstellung: Die Schüler nitrieren Benzol und reduzieren das entstandene Nitrobenzol zu Aminobenzol. Durch das Ausführen dieser mehrstufigen Umsetzung wer-

den sowohl das praktisch-experimentelle Können der Schüler als auch ihre theoretischen Kenntnisse über präparative Arbeitsverfahren in besonderem Maße entwickelt.

Bemerkungen

Vorsicht! Benzol, Nitrobenzol und Aminobenzol sind giftig! Nitrobenzol wirkt auch durch die Haut aufgenommen als starkes Gift!

Instrumentarium

Apparat 4, Stativ mit 2 Klemmen und 2 Muffen, Brenner, Erlenmeyerkolben, Halbmikro-Tropfer, Filtrierpapier, Filterröhrchen, Apparat 11, Aktivkohleadsorptionsrohr, Tamponträger, Halbmikro-Reagenzglas, 2 Reagenzglasständer, Glasstab, Spatel, Pinzette, Siedesteine

Chemikalien

Schwefelsäure konz., Salpetersäure konz., Schwefelsäure verd., Benzol, Wasser, Eisen pulv., Salzsäure verd., Kaliumchromatlösung, Watte

Durchführung

Im Apparat 4 werden 15 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure und 10 Tropfen konzentrierte Salpetersäure vermischt. Dieses Gemisch versieht man mit einem Siedestein. Der Halbmikro-Tropfer wird mit etwa 15 Tropfen Benzol gefüllt. Nach dem Verschluß des Apparates läßt man das Benzol langsam zutropfen. Das Gasableitungsrohr des Apparates 4 wird mit Filtrierpapier umwickelt und als „Rückflußkühler" benutzt. Der Apparat 4 wird in einen 10 ml Wasser und einen Siedestein enthaltenden Erlenmeyerkolben eingestellt. Die ganze Apparatur ist an einem Stativ befestigt (Abb. 93). Das Wasser im Erlenmeyerkolben wird etwa 5 min im leichten Sieden gehalten. Dann wird das Erhitzen unterbrochen, der „Rückflußkühler" entfernt und an Stelle dessen der Apparat 11 angeschlossen. Den Abschluß der Apparatur bildet ein Aktivkohleadsorptionsrohr (Abb. 94). Der größte Teil des nicht umgesetzten Benzols wird jetzt im erhitzten Wasserbad überdestilliert. Anschließend wird das Wasserbad entfernt und durch vorsichtiges direktes Erhitzen ein Teil des Reaktionsproduktes übergetrieben und einer Geruchsprobe unterzogen.

Das Destillat kann folgendermaßen weiter umgesetzt werden: Es wird in den gereinigten Apparat 4 übertragen. In den Halbmikro-Tropfer des Apparates 4 nimmt man verdünnte Salzsäure auf. Dem Destillat fügt man eine reichliche Spatelspitze Eisenpulver zu. Da im vorangegangenen Versuch stets etwas Säure mit überdestilliert, wird sofort eine Reaktion eintreten!

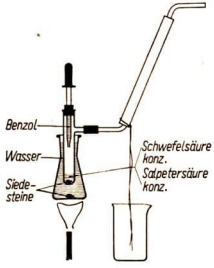


Abb. 93
Darstellung von Nitrobenzol

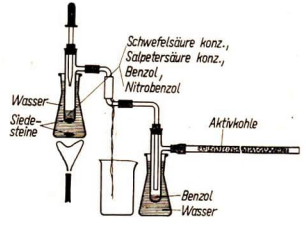


Abb. 94 Abtrennung des Benzols aus dem Reaktionsgemisch Benzol/Nitrobenzol

Die verdünnte Salzsäure wird langsam zugetropft. Nach etwa 2 min wird das Gemisch in ein Filterröhrchen übertragen und filtriert. Das Filtrat versetzt man mit 5 Tropfen verdünnter Schwefelsäure und 5 Tropfen Kaliumchromatlösung.

Ergebnis

Beim Erhitzen von Benzol mit Nitriersäure entsteht eine nach bitteren Mandeln riechende Verbindung, das Nitrobenzol:

$$C_6H_6 + HNO_3 \xrightarrow{H_2SO_4} C_6H_5{-}NO_2 + H_2O$$

Das nicht umgesetzte Benzol kann infolge seiner wesentlich niedrigeren Siedetemperatur (80 °C) durch Erhitzen im Wasserbad leicht vom Nitrobenzol (210 °C) abgetrennt werden.
Nitrobenzol wird durch den bei der Einwirkung von Salzsäure auf Eisen entstehenden naszierenden Wasserstoff reduziert:

$$C_6H_5{-}NO_2 + 6\,HCl + 3\,Fe \rightarrow C_6H_5{-}NH_2 + 3\,FeCl_2 + 2\,H_2O$$

Es entsteht Aminobenzol (Anilin), das mit Schwefelsäure und Kaliumchromatlösung nachgewiesen wird. Die Lösung färbt sich durch das entstehende Anilinschwarz dunkelgrün bis schwarz.

Darstellung von Aminobenzol (Anilin) und dessen Abtrennung durch Wasserdampfdestillation — 117

Zielstellung

Die Schüler lernen weitere Eigenschaften des durch Reduktion von Nitrobenzol hergestellten Aminobenzols kennen und üben das Ausführen der für das präparative organisch-chemische Arbeiten wichtigen Wasserdampfdestillation.

Bemerkungen

Vorsicht! Nitrobenzol und Aminobenzol sind giftig!

Instrumentarium

Stativ mit 2 Klemmen und 2 Muffen, 2 Brenner, 2 Rundkolben mit doppelt durchbohrtem Stopfen, 2 Winkelrohre, zur Kapillare ausgezogenes Glasrohr (Durchmesser 8 mm, Länge 300 mm), Gaseinleitungsrohr, Becherglas, Apparat 11, Spatel, Halbmikro-Tropfer, 2 Halbmikro-Reagenzgläser, 2 Reagenzglasständer, Glasstab, Aktivkohleadsorptionsrohr, Siedesteine

Chemikalien

Nitrobenzol, Eisen pulv., Salzsäure konz., Wasser, Schwefelsäure verd., Kaliumchromatlösung, Natriumhydroxidlösung verd., Holzstab, Unitestpapier

Durchführung

In einem 25-ml-Rund- oder -Erlenmeyerkolben gibt man zu 20 Tropfen Nitrobenzol eine reichliche Spatelspitze Eisenpulver und läßt aus dem Halbmikro-Tropfer langsam 10 Tropfen konzentrierte Salzsäure zutropfen. Nach 2··· 3 min gibt man verdünnte Natriumhydroxidlösung bis zur deutlich alkalischen Reaktion zu, verschließt den Rundkolben mit einem doppelt durchbohrten Stopfen und trennt das Gemisch durch Wasserdampfdestillation. Durch die eine Bohrung wird ein Gaseinleitungsrohr bis auf den Boden des Rundkolbens eingeführt. Die zweite Bohrung enthält ein Winkelrohr. Der Rundkolben taucht in ein zur Hälfte mit Wasser gefülltes Becherglas ein, das als Wasserbad verwendet wird. Das Gaseinleitungsrohr wird mit einem Wasserdampfentwickler verbunden. Dieser wird von einem zweiten zur Hälfte mit Wasser gefüllten Rundkolben gebildet (Abb. 95). Er ist ebenfalls mit einem doppelt durchbohrten Stopfen verschlossen. Die eine Bohrung enthält ein Winkelrohr. Durch die zweite Bohrung wird ein

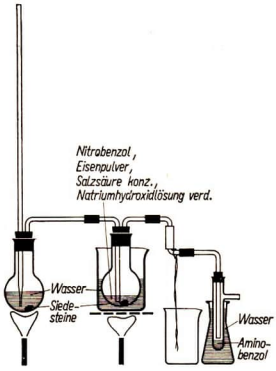


Abb. 95 Abtrennung von Aminobenzol durch Wasserdampfdestillation

300 mm langes, zu einer Kapillare ausgezogenes Glasrohr mit dem Kapillarende bis auf den Boden des Rundkolbens eingeführt. Der zur Wasserdampferzeugung benutzte Rundkolben wird von einer Stativklemme gehaltert. Das Wasserbad mit dem Rundkolben steht auf einem Asbestdrahtnetz, das auf einem Stativring aufliegt. An das Winkelrohr dieses Rundkolbens wird der Apparat 11 angeschlossen. Zunächst wird der Rundkolben im Wasserbad erhitzt. Das Wasser im Wasserbad muß während der Versuchsdurchführung sieden. Anschließend erzeugt man im anderen Rundkolben Wasserdampf und drückt diesen durch die Apparatur hindurch. Es werden etwa 10 Tropfen Destillat übergetrieben. Zu 5 Tropfen des Destillats gibt man in einem Halbmikro-Reagenzglas 5 Tropfen verdünnte Schwefelsäure und 5 Tropfen Kaliumchromatlösung. In einem zweiten Halbmikro-Reagenzglas wird der Rest des Destillates mit Salzsäure angesäuert. In diese Lösung stellt man einen Holzstab etwa 1 min ein.

Ergebnis

Nitrobenzol wird durch naszierenden Wasserstoff zu Aminobenzol reduziert (↗ Versuch 116). Aminobenzol reagiert schwach alkalisch und setzt sich mit überschüssiger Salzsäure zu Anilinhydrochlorid um:

$$C_6H_5{-}NH_2 + HCl \rightarrow [C_6H_5NH_3]Cl$$

Durch die Einwirkung der Natriumhydroxidlösung entsteht aus Anilinhydrochlorid wieder Aminobenzol, das aus diesem Reaktionsgemisch durch Wasserdampfdestillation abgetrennt wird. Obwohl das Aminobenzol bei der Temperatur des Wasserdampfes noch nicht siedet, liegt doch entsprechend seines Dampfdruckes ein bestimmter Teil gasförmig vor. Dieses gasförmige Aminobenzol geht zusammen mit dem einströmenden Wasserdampf in die Kondensationsvorlage über. Das Aminobenzol wird im Destillat mit Schwefelsäure und Kaliumchromatlösung als Anilinschwarz oder durch Gelbfärbung eines Holzstabes (Ligninprobe) nachgewiesen.

4.2.5. Alkanole und Phenole

Nachweis der Reduktionswirkung von Äthanol (Äthylalkohol) 118

Zielstellung

Die Schüler reduzieren Kaliumpermanganat und Kaliumchromat mit Äthanol. Sie erkennen die unterschiedliche Reduktionswirkung in saurer und in alkalischer Lösung und erarbeiten die entsprechenden Reaktionsgleichungen. Ihre Kenntnisse über Redoxreaktionen werden gefestigt und erweitert.

Instrumentarium 3 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasgestell, Glasstab, Reagenzglashalter, Brenner

Chemikalien Kaliumpermanganatlösung, Schwefelsäure verd., Äthanol (Äthylalkohol), Natriumkarbonatlösung 10%ig, Kaliumchromatlösung

Durchführung a Zu 2 Tropfen etwa 0,1 n Kaliumpermanganatlösung gibt man im Halbmikro-Reagenzglas 10 Tropfen verdünnte Schwefelsäure und 5 Tropfen Äthanol. Mit einem Glasstab wird gut umgerührt und das Reagenzglas ein wenig erhitzt.

Ergebnis a Die Lösung wird farblos. Das Mangan im Kaliumpermanganat wird in saurer Lösung durch das Äthanol von der siebenfach positiven zur zweifach positiven Oxydationsstufe reduziert:

$$\underset{\uparrow\ 5(2e^-)}{\overset{+7}{2MnO_4^-}} + \underset{\uparrow\ 5(2e^-)}{5CH_3{-}CH_2{-}OH} + 6H^+ \rightarrow \overset{+2}{2Mn^{2+}} + 5CH_3{-}CHO + 8H_2O$$

Durchführung b In einem Halbmikro-Reagenzglas gibt man zu 5 Tropfen etwa 0,1 n Kaliumpermanganatlösung 5 Tropfen 10%ige Natriumkarbonatlösung und 5 Tropfen Äthanol. Nach gründlichem Verrühren wird kurze Zeit erhitzt.

Ergebnis b Es entsteht ein brauner Niederschlag. Das Mangan im Kaliumpermanganat wird in der Natriumkarbonatlösung, die auf Grund der Hydrolyse schwach basisch reagiert (↗ Versuch 94), von der Oxydationsstufe +7 nur bis zur Oxydationsstufe +4 reduziert.

$$\underset{\uparrow\ 3(2e^-)}{\overset{+7}{2MnO_4^-}} + \underset{\uparrow\ 3(2e^-)}{3CH_3{-}CH_2{-}OH} \rightarrow \overset{+4}{2MnO_2\downarrow} + 3CH_3{-}CHO + 2OH^- + 2H_2O$$

Durchführung c In einem Halbmikro-Reagenzglas gibt man zu 5 Tropfen 0,5 n Kaliumchromatlösung 10 Tropfen verdünnte Schwefelsäure (Farbveränderung!) und 5 Tropfen Äthanol und rührt gut um.

Ergebnis c Aus Kaliumchromat entsteht beim Ansäuren Kaliumdichromat:

$$2CrO_4^{2-} + 2H^+ \rightarrow Cr_2O_7^{2-} + H_2O$$

Das Äthanol reduziert in saurer Lösung das Dichromat. Es entstehen grüne Chrom(III)-salze (↗ S. 152).

Nachweis von Äthanol (Äthylalkohol) (Jodoformprobe) 119

Zielstellung Die Schüler lernen eine analytische Nachweisreaktion für Äthanol und damit das Prinzip des Trunkenheitstests, wie er zum Beispiel mit Kraftfahrern durchgeführt wird, kennen. Sie können mit den Reaktionen, die zur Bildung von Trijodmethan (Jodoform) führen, vertraut gemacht werden.

Bemerkungen Außer mit Äthanol verläuft die Reaktion auch positiv bei Anwesenheit von Äthanal (Azetaldehyd), Propanon (Azeton) und 2-Hydroxypropansäure (Milchsäure).

Instrumentarium: Uhrglasschale, schwarzer Hintergrund

Chemikalien: Jod-Kaliumjodidlösung, Äthanol (Äthylalkohol), Natriumhydroxidlösung 10%ig

Durchführung: Auf einer Uhrglasschale gibt man zu 2 Tropfen Äthanol 2 Tropfen 10%ige Natriumhydroxidlösung und 10 Tropfen etwa 1 n Jod-Kaliumjodidlösung. Man beobachtet gegen einen schwarzen Hintergrund und stellt den Geruch der Lösung fest.

Ergebnis: Nach etwa 2··· 3 min scheiden sich hellgelb gefärbte Kristalle ab. Die Lösung besitzt einen intensiven, charakteristischen Geruch. Es ist Trijodmethan entstanden. Das Jod setzt sich zunächst mit Natriumhydroxidlösung um:

$$J_2 + 2\,NaOH \rightarrow \underset{\text{Natriumhypojodit}}{NaJ + NaOJ} + H_2O$$

Hypojodite geben an andere Stoffe leicht Sauerstoff ab. Das Natriumhypojodit oxydiert das Äthanol zum Äthanal (Azetaldehyd):

$$NaOJ + CH_3{-}CH_2OH \rightarrow CH_3{-}CHO + NaJ + H_2O$$

Anschließend wirkt Natriumhypojodit jodierend auf das Äthanal ein:

$$3\,NaOJ + CH_3{-}CHO \rightarrow \underset{\text{Trijodäthanal}}{CJ_3{-}CHO} + 3\,NaOH$$

Das entstandene Trijodäthanal wird durch Natriumhydroxidlösung unter Bildung von Trijodmethan zersetzt:

$$CJ_3{-}CHO + NaOH \rightarrow \underset{\text{Trijodmethan}}{CHJ_3\downarrow} + \underset{\text{Natriummethanat}}{HCOONa}$$

Oxydation von Äthanol (Äthylalkohol) mit Kaliumdichromat 120

Zielstellung: Die Schüler lernen eine weitere Möglichkeit der Darstellung von Äthanal (Azetaldehyd) kennen. Sie wiederholen und vertiefen ihre Kenntnisse über Redox-Reaktionen und üben das Aufstellen von Strukturgleichungen.

Instrumentarium: Apparat 14, Apparat 11, Aktivkohleadsorptionsrohr, Stativ mit Klemme und Muffe, Brenner, Siedesteine, Spatel

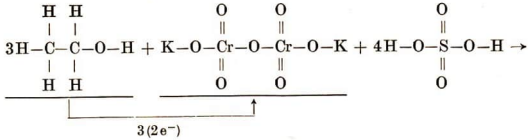
Chemikalien: Kaliumdichromat, Äthanol (Äthylalkohol), Schwefelsäure konz., Wasser, Schiffs Reagens

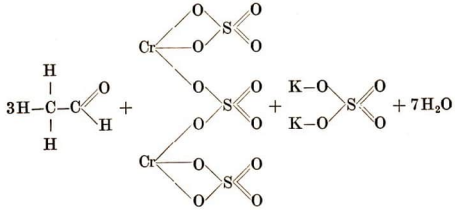
Durchführung: In den Rundkolben des Apparates 14 gibt man einen Hornspatel Kaliumdichromat und fügt 10 Tropfen Wasser, 10 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure und einen Siedestein hinzu. Der Halbmikro-Tropfer wird mit Äthanol gefüllt und der Apparat 14 in ein Stativ eingespannt. An den Apparat 14 wird der Apparat 11 und daran ein Aktivkohleadsorptionsrohr angeschlossen.

Wenn die Apparatur zusammengestellt ist, wird das Äthanol langsam zugetropft. Anschließend wird noch 2··· 3 min in der Flamme eines Brenners erwärmt und etwas von dem Reaktionsprodukt übergetrieben. Es darf nicht so stark erhitzt werden, daß die gesamte Lösung übergetrieben wird. Das Destillat muß farblos sein! Zu diesem Destillat gibt man 5 Tropfen Schiffs Reagens.

Ergebnis

Äthanol wird durch eine saure Kaliumdichromatlösung zu Äthanal oxydiert, das mit Schiffs Reagens nachgewiesen wird.





$$3\,CH_3{-}CH_2{-}OH + K_2Cr_2O_7 + 4\,H_2SO_4 \rightarrow 3\,CH_3CHO + Cr_2(SO_4)_3 + K_2SO_4 + 7\,H_2O$$

$$3\,CH_3{-}CH_2{-}OH + Cr_2O_7^{2-} + 8\,H^+ \rightarrow 3\,CH_3{-}CHO + 2\,Cr^{3+} + 7\,H_2O$$

Nachweis von Sauerstoff im Äthanol (Äthylalkohol) 121

Zielstellung

Der Versuch soll am Beispiel von Äthanol den qualitativen Nachweis von Sauerstoff in organischen Verbindungen zeigen.

Bemerkungen

Es können auch andere Alkanole (Alkohole) sowie sauerstoffhaltige organische Substanzen untersucht werden.

Instrumentarium

Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglashalter, Spatel, Halbmikro-Tropfer, Brenner

Chemikalien

Sand, Äthanol (Äthylalkohol), Magnesium pulv. grob

Durchführung

In ein Halbmikro-Reagenzglas wird etwa 2 cm hoch Sand eingefüllt. Mit einem Halbmikro-Tropfer werden 20··· 25 Tropfen Äthanol so auf den Sand gegeben, daß die darüber befindliche Glaswand nicht benetzt wird. In das waagerecht gehaltene Glas wird nun eine Spatelspitze grobes Magnesiumpulver etwa 3 cm vor den Sand eingebracht. Anschließend wird in einer Brennerflamme das Magnesium kräftig erhitzt, bis es eine schwarze Farbe zeigt oder aufflammt. Nun wird der mit Äthanol befeuchtete Sand erwärmt. Auf die Farbveränderungen des Magnesiums ist zu achten.

Ergebnis

Beim Erhitzen des Magnesiums wird bereits vorhandener Äthanoldampf unter Kohlenstoffabscheidung zersetzt. Bei höherer Temperatur reagiert Magnesium mit dem Sauerstoff des Äthanols unter Bildung von weißem Magnesiumoxid. Ein Vergleichsversuch mit Alkanen (z. B. Benzin) läßt nur Rußabscheidung erkennen.

Darstellung von Monobromäthan (Äthylbromid) 122

Zielstellung

Die Schüler lernen die Substitution der Hydroxylgruppe im Äthanol (Äthylalkohol) kennen.

Instrumentarium

Apparat 14, Apparat 11, Stativ mit Klemme und Muffe, Brenner, Aktivkohleadsorptionsrohr, Spatel, Ablage für Halbmikro-Tropfer, Siedesteine

Chemikalien

Kaliumbromid, Äthanol (Äthylalkohol), Wasser, Schwefelsäure konz.

Durchführung

In den Apparat 14 gibt man einen Siedestein, einen Spatel Kaliumbromid und 3 ml Äthanol. Der Halbmikro-Tropfer wird mit etwa 3 ml konzentrierter Schwefelsäure gefüllt. Der Apparat 14 wird mit dem 10 Tropfen Wasser enthaltenden Apparat 11 verbunden. An das seitliche Ansatzrohr des Apparates 11 schließt man ein Aktivkohleadsorptionsrohr an (Abb. 96). Wenn die Apparatur zusammengestellt ist, läßt man die Schwefelsäure langsam zutropfen und erwärmt ein wenig in der Brennerflamme.

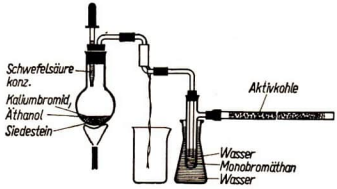


Abb. 96
Darstellung von Monobromäthan

Im Apparat 11 sammelt sich das Monobromäthan auf Grund seiner größeren Dichte unter dem Wasser am Boden des Gefäßes an. Monobromäthan ist durch folgende Umsetzungen entstanden:

$$KBr + H_2SO_4 \rightarrow KHSO_4 + HBr\uparrow$$

$$HBr + CH_3{-}CH_2{-}OH \rightarrow CH_3{-}CH_2{-}Br + H_2O$$

Die alkoholische Hydroxylgruppe wird bei dieser Reaktion durch Brom substituiert. Das Gleichgewicht der zweiten Reaktion wird durch das Erwärmen zugunsten der Bildung des Monobromäthans verschoben.

Trennung eines Propanon-Pentanol-Gemisches durch Gegenstromdestillation 123

Zielstellung

Das technisch bedeutungsvolle Trennen von Stoffgemischen durch Gegenstromdestillation in einer „Fraktionierkolonne" wird modellhaft veranschaulicht.

Bemerkungen

Das verwendete Stoffgemisch entspricht zwar in keiner Weise den in der chemischen Technik durch Fraktionierung zu trennenden Gemischen, eignet sich aber durch die Lage der Siedetemperatur und die Möglichkeit des einfachen Nachweises gut. Das folgende Experiment wird unter totalem Rückfluß durchgeführt. Es ist ebensogut möglich, das als „Rückflußkühler" eingesetzte Gasableitungsrohr nach unten zu richten und mit dem Apparat 11 zu verbinden. Die leichtflüchtige Komponente könnte dadurch getrennt

aufgefangen werden. Außerdem kann die Anzahl der „Glockenböden" vergrößert werden.

Instrumentarium

Stativ mit 2 Klemmen und 2 Muffen, Rundkolben mit einfach durchbohrtem Stopfen, Ausgleichsrohr, 5 Reagenzgläser mit seitlichem Ansatzrohr, „Rückflußkühler", 4 Winkelrohre, Becherglas, Reagenzglasgestell, Brenner, Schlauchstücke, Siedesteine

Chemikalien

Pentanol (Amylalkohol), Propanon (Azeton), Äthansäure (Essigsäure) konz., Schwefelsäure konz., Wasser

Durchführung

Aus 5 Reagenzgläsern mit seitlichem Ansatzrohr, einem Rundkolben, einem Ausgleichrohr, 4 Winkelrohren und einem „Rückflußkühler" wird entsprechend der Abbildung 97 eine „einfache Fraktionierkolonne" hergestellt. Die Winkelrohre müssen bis kurz unterhalb des seitlichen Ansatzrohres eingeführt werden. In den Rundkolben gibt man ein Siedesteinchen, 20 Tropfen Pentanol und 5 ml Propanon. Nachdem die Apparatur zusammengestellt ist, hält man die Flüssigkeit etwa 7 min im leichten Sieden. Der Brenner muß von Zeit zu Zeit entfernt werden, um den Rückfluß zu gewährleisten! Der „Rückflußkühler" wird laufend gekühlt. Nach Abschluß der Destillation dreht man die Reagenzgläser jeweils um 180° und nimmt dann die Apparatur auseinander. Die 5 Fraktionen stellt man der Reihenfolge entsprechend in ein Reagenzglasgestell und gibt in jedes Reagenzglas 5 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure und 5 Tropfen konzentrierte Äthansäure. Nach etwa 5 min stellt man den Geruch der einzelnen Fraktionen fest.

Ergebnis

Das Destillat im untersten Reagenzglas riecht sehr stark nach Pentyläthanat (Essigsäureamylester), während das Destillat im oberen Reagenzglas nicht nach dem Ester riecht. Pentanol hat eine Siedetemperatur von 128 °C und kondensiert in den unteren Destillaten. Das obere Destillat enthält nur Propanon (Siedetemperatur 55 °C). In den einzelnen „Glockenböden" kondensiert der Dampf. Die entstehenden Kondensate werden von dem nachfolgenden Dampf durchströmt. Dabei kondensieren die schwerer flüchtigen Bestandteile des Dampfes, während die leichter flüchtigen weiter aufsteigen.

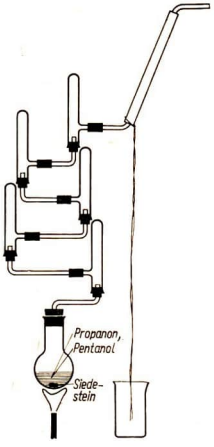


Abb. 97 Gegenstrom-Destillation bei Verwendung einer „einfachen Fraktionierkolonne"

Nachweis von Phenol 124

Zielstellung Die Schüler lernen eine Nachweismöglichkeit des Phenols kennen.

Bemerkungen *Vorsicht!* Phenol ist giftig und wirkt ätzend!

Instrumentarium Uhrglasschale, Glasstab, weiße Unterlage

Chemikalien Phenollösung verd., Eisen(III)-chloridlösung

Durchführung Auf eine Uhrglasschale, die auf einer weißen Unterlage steht, gibt man 20 Tropfen verdünnte Phenollösung und unter Rühren 5 Tropfen Eisen(III)-chloridlösung.

Ergebnis Phenol bildet mit Eisen(III)-chlorid in wäßriger Lösung eine tiefviolett gefärbte Komplexverbindung.

Darstellung von Natriumphenolat und Rückgewinnung von Phenol 125

Zielstellung Die schwach sauren Eigenschaften des Phenols werden durch Reaktion mit Natriumhydroxidlösung und anschließende Zersetzung des Natriumphenolats durch Kohlensäure nachgewiesen.

Bemerkungen *Vorsicht!* Phenol ist giftig und wirkt ätzend.

Instrumentarium Apparat 2, Apparat 6, 2 Reagenzglasständer, Glasstab, Spatel

Chemikalien Phenol flüssig, Wasser, Natriumhydroxidlösung konz., Kalziumkarbonat, Salzsäure verd.

Durchführung 10 Tropfen flüssiges Phenol werden im Apparat 6 mit der gleichen Menge Wasser versetzt und mit einem Glasstab verrührt. Dieser wäßrigen Phenollösung fügt man tropfenweise konzentrierte Natriumhydroxidlösung zu und rührt gut um. Ein Überschuß von Natriumhydroxidlösung muß vermieden werden! Anschließend wird der Apparat 6 verschlossen und mit dem Apparat 2 verbunden. Im Apparat 2 stellt man aus einem Spatel Kalziumkarbonat und verdünnter Salzsäure Kohlendioxid her und leitet es durch die Lösung im Apparat 6 hindurch.

Ergebnis Phenol ist nur wenig in Wasser löslich. Es entsteht eine trübe Emulsion. Die Trübung verschwindet bei Zugabe von Natriumhydroxidlösung:

$$C_6H_5{-}OH + NaOH \rightarrow C_6H_5{-}ONa + H_2O$$

Das Natriumphenolat ist in Wasser löslich. Durch Einwirkung von Kohlensäure auf Natriumphenolat entsteht wieder Phenol:

$$2\,C_6H_5{-}ONa + H_2CO_3 \rightarrow 2\,C_6H_5{-}OH + Na_2CO_3$$

Nachweis der Reduktionswirkung der Dihydroxybenzole (zweiwertige Phenole) 126

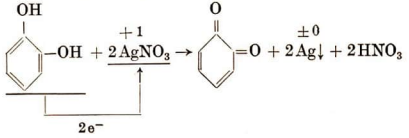
Zielstellung Die Schüler erkennen die unterschiedliche Reduktionswirkung der Dihydroxybenzole. An Hand der Versuche wird auf die Verwendung besonders von 1,2-Dihydroxybenzol (Brenzkatechin) und 1,4-Dihydroxybenzol (Hydrochinon) als fotografische Entwickler eingegangen.

Instrumentarium: 3 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasgestell, Spatel, 3 Glasstäbe, Reagenzglashalter, Brenner

Chemikalien: 1,2-Dihydroxybenzol (Brenzkatechin), 1,3-Dihydroxybenzol (Resorzin), 1,4-Dihydroxybenzol (Hydrochinon), Wasser, Silbernitratlösung $\frac{1}{1}$ n

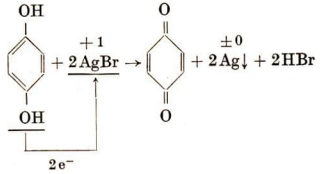
Durchführung: In 3 Halbmikro-Reagenzgläser stellt man die wäßrigen Lösungen von 1,2-, 1,3- und 1,4-Dihydroxybenzol her, indem man je eine Spatelspitze der Festsubstanz in 20 Tropfen Wasser löst. In diese wäßrigen Lösungen gibt man je 10 Tropfen 1 n Silbernitratlösung. Die 1,3-Dihydroxybenzol enthaltende Lösung wird erwärmt.

Ergebnis: 1,2- und 1,4-Dihydroxybenzol scheiden aus wäßrigen Silbernitratlösungen durch Reduktion sofort metallisches Silber ab. Beide Dihydroxybenzole werden zu den entsprechenden Benzochinonen oxydiert. 1,3-Dihydroxybenzol reagiert langsamer und erst beim Erwärmen:



1,2-Dihydroxybenzol — *o*-Benzochinon

Eine entsprechende Reduktion erfolgt im fotografischen Entwickler:



1,4-Dihydroxybenzol *p*-Benzochinon

4.2.6. Alkanale und aromatische Aldehyde

Darstellung von Methanal (Formaldehyd) 127

Zielstellung: Die Schüler lernen die katalytische Dehydrierung von Methanol (Methylalkohol) als eine Möglichkeit der Methanaldarstellung kennen. An Hand des Experiments wird die Gruppe der Alkanale eingeführt oder das Methanal nachgewiesen.

Instrumentarium: Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglashalter, Reagenzglasständer, Bremner, Glasstab, Tiegelzange, Erlenmeyerkolben

Chemikalien: Methanol (Methylalkohol), Kupferdraht Länge 15 cm, Schiffs Reagens, Salzsäure konz., destilliertes Wasser

Durchführung a

In ein Halbmikro-Reagenzglas gibt man 5 Tropfen Methanol und spannt das Halbmikro-Reagenzglas in einen Reagenzglashalter ein. Das Ende eines 15 cm langen Kupferdrahtes wickelt man in 5 dicht aneinanderliegenden Windungen um einen Glasstab. Der Glasstab wird entfernt, die Spirale in der Brennerflamme bis zum Glühen erhitzt und dann schnell in das Methanol eingetaucht. Der Vorgang wird 1 ··· 2mal wiederholt. Von dem Reaktionsprodukt ist der Geruch festzustellen. Die Lösung wird mit 2 Tropfen Schiffs Reagens und anschließend mit 3 Tropfen konzentrierter Salzsäure versetzt.

Ergebnis a

Es ist eine Geruchsveränderung feststellbar. Mit Schiffs Reagens färbt sich die Lösung rot. Durch katalytische Dehydrierung von Methanol entsteht Methanal:

$$2\,CH_3{-}OH + O_2 \xrightarrow{Cu} 2\,H{-}C\!\!<\!\!\begin{matrix}O\\H\end{matrix} + 2\,H_2O$$

Durchführung b

In einen trockenen Erlenmeyerkolben gibt man 10 Tropfen Methanol. Der Kolben wird so gedreht, daß die Flüssigkeit die Wände benetzt. Der Kupferdraht wird um einen Glasstab zu einer Spirale aufgewickelt. Die Kupferspirale wird mit einem Reagenzglashalter gefaßt, geglüht und mehrmals bis auf den Boden des Erlenmeyerkolbens getaucht. In den Kolben bringt man unter Schütteln etwa 20 Tropfen destilliertes Wasser und 2 Tropfen Schiffs Reagens.

Ergebnis b

↗ Ergebnis a

Darstellung von Äthanal (Azetaldehyd) 128

Zielstellung

Die Durchführung a zeigt den Schülern die Darstellung von Äthanal durch katalytische Dehydrierung bei gleichzeitiger Oxydation des entstehenden Wasserstoffs. An der Durchführung b erkennen sie die katalytische Oxydation des Äthanols zum Äthanal.

Bemerkungen

Äthanal kann in der gleichen Weise wie das bei der Darstellung des Methanals (↗ Versuch 127) beschrieben wurde, hergestellt werden. Andererseits eignet sich der Versuch 128 auch zur Darstellung des Methanals.

Instrumentarium

Gummidoppelgebläse, Apparat 6, Stativ mit Klemme und Muffe, Verbrennungsrohr, Apparat 9, Aktivkohleadsorptionsrohr, 2 Brenner, Tiegel

Chemikalien

Äthanol (Äthylalkohol), Kupferdrahtnetz beziehungsweise Mangan(IV)-oxid, Schiffs Reagens, Asbestwolle, destilliertes Wasser

Durchführung a

Der Halbmikro-Gaswäscher des Apparates 6 wird mit etwa 3 ml Äthanol gefüllt und in ein Stativ eingespannt. An das Gaseinleitungsrohr wird ein Gummidoppelgebläse angeschlossen. Das seitliche Ansatzrohr wird mit einem Verbrennungsrohr verbunden, in welchem sich ein 3 cm langes, zusammengerolltes Stück Kupferdrahtnetz befindet. Das Verbrennungsrohr wird etwas schräg eingespannt (Abb. 98), um zu verhindern, daß durch kondensierendes Äthanol das Glas springt. An das Verbrennungsrohr werden der Apparat 9 und daran ein Aktivkohleadsorptionsrohr angeschlossen. Das Kupferdrahtnetz im Verbrennungsrohr wird mit der Flamme eines (Spiritus-)Brenners etwa 2 min erhitzt. Gleichzeitig wird das Äthanol vorsichtig erwärmt und dann ein kräftiger Luftstrom durch die Apparatur ge-

schickt. Wenn alles Äthanol übergetrieben ist, stellt man den Geruch der Lösung im Apparat 9 fest und gibt anschließend 5 Tropfen Schiffs Reagens zu.

Ergebnis a

Das Kupferdrahtnetz glüht auf. Die Reaktion verläuft stark exotherm. Eine Geruchsveränderung ist feststellbar. Mit Schiffs Reagens färbt sich die Lösung rot. Durch katalytische Dehydrierung von Äthanol bei Gegenwart von Sauerstoff aus der Luft entstehen Äthanal und Wasser:

$$2\,CH_3{-}CH_2{-}OH + O_2 \xrightarrow{Cu} 2\,CH_3{-}C{<}\begin{matrix}O\\H\end{matrix} + 2\,H_2O$$

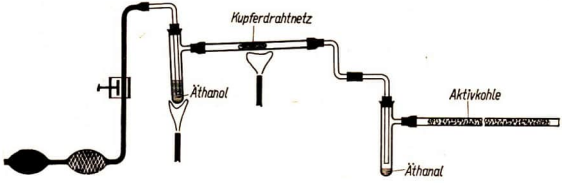


Abb. 98 Darstellung von Äthanal

Bemerkungen

Für die Durchführung b sind folgende vorbereitende Arbeiten notwendig: Etwa 2 g Asbestwolle werden mit 2 g Mangannitrat und 5 ml destilliertem Wasser versetzt, zur Trockne eingedampft und anschließend im Tiegel geglüht, bis keine nitrosen Gase mehr entweichen. Der Katalysator wird in einer etwa 4 cm breiten Schicht in das Verbrennungsrohr eingebracht und auf beiden Seiten durch Asbestwollepfropfen eingeschlossen. An die Schülerarbeitsgruppen werden die fertig gefüllten Verbrennungsrohre ausgegeben.

Durchführung b

Die Apparatur wird wie bei der Durchführung a zusammengestellt (Abb. 98). An Stelle des Kupferdrahtnetzes wird das vorbereitete, mit dem Mangan(IV)-oxid-Katalysator gefüllte Verbrennungsrohr benutzt. Der Apparat 6 wird mit 15 Tropfen Äthanol gefüllt. In den Apparat 9 gibt man 20 Tropfen destilliertes Wasser. Der Katalysator wird bis zur beginnenden Rotglut erhitzt, dann drückt man mit dem Gummidoppelgebläse einen lebhaften Luftstrom durch die Apparatur. Der Apparat 6 wird gleichzeitig ein wenig erwärmt. Ist die Reaktion in Gang gekommen, nimmt man die Flamme weg. Der Katalysator muß weiterglühen. Eventuell muß der Luftstrom etwas verstärkt werden. Nach etwa 5 min wird der Versuch abgebrochen. Der Geruch der Lösung im Apparat 9 ist im Vergleich zum Äthanol zu prüfen. Dann gibt man 10 Tropfen Schiffs Reagens zu. In gleicher Weise ist in einem anderen Halbmikro-Reagenzglas ein Gemisch aus 3 Tropfen Äthanol und 20 Tropfen destilliertem Wasser zu prüfen.

Ergebnis b

↗ Ergebnis a.

Zielstellung

Die Schüler lernen eine weitere Möglichkeit der Oxydation von Äthanol (Äthylalkohol) zum Äthanal kennen.

Instrumentarium Apparat 14, Apparat 11, Stativ mit Klemme und Muffe, Brenner, Spatel, Siedesteine

Chemikalien Kaliumdichromat, Äthanol (Äthylalkohol), Schwefelsäure konz., Wasser, Schiffs Reagens

Durchführung In den Apparat 14, der von einem Stativ gehaltert wird, gibt man einen Spatel Kaliumdichromat und fügt 10 Tropfen Wasser, 10 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure und einen Siedestein hinzu. An das Winkelrohr schließt man den Apparat 11 an. Wenn die Apparatur zusammengestellt ist, werden etwa 2 ml Äthanol langsam zugetropft. Anschließend erhitzt man 2···3 min in der Flamme eines Brenners und treibt dabei etwas von dem Reaktionsprodukt über. Es darf nicht so stark erhitzt werden, daß Teile der Lösung übergetrieben werden! Zu diesem Destillat gibt man 5 Tropfen Schiffs Reagens.

Ergebnis Äthanol wird durch eine saure Kaliumdichromatlösung zu Äthanal oxydiert, das mit Schiffs Reagens nachgewiesen wird (↗ S. 152).

Nachweis der Alkanale (Aldehyde) am Beispiel von Methanal (Formaldehyd) 130

Zielstellung Die Schüler lernen den Nachweis der Alkanale am Beispiel von Methanal mit Schiffs Reagens, Fehlingscher Lösung und ammoniakalischer Silbernitratlösung kennen. Die entsprechenden Reaktionsgleichungen werden erarbeitet.

Bemerkungen *Vorsicht!* Aus Diamminsilbernitratlösung bildet sich leicht Silberazid, das hoch explosiv ist! Die Lösung muß daher stets frisch bereitet werden.

Instrumentarium 3 Halbmikro-Reagenzgläser, 3 Reagenzglasständer, Brenner, Glasstab, Reagenzglashalter, Becherglas

Chemikalien Methanol (Formaldehyd), Schiffs Reagens, Fehlingsche Lösung I, Fehlingsche Lösung II, Silbernitratlösung, Ammoniaklösung verd.

Durchführung a In einem Halbmikro-Reagenzglas gibt man zu 5 Tropfen Methanallösung einen Tropfen Schiffs Reagens.

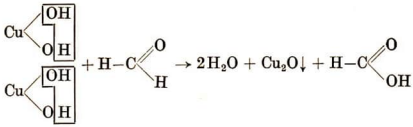
Ergebnis a Methanal färbt Schiffs Reagenz intensiv rotviolett. Diese Reaktion zeigen auch die anderen Alkanale.

Durchführung b 2 ml Fehlingsche Lösung I werden mit der gleichen Menge Fehlingscher Lösung II und 5 Tropfen Methanallösung in einem Halbmikro-Reagenzglas gut vermischt und kurze Zeit erhitzt. Der Glasstab bleibt im Reagenzglas!

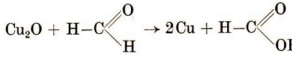
Ergebnis b Methanal scheidet aus Fehlingscher Lösung Kupfer(I)-oxid oder metallisches Kupfer ab. Diese Reaktion zeigen auch die anderen Alkanale. Fehlingsche Lösung I besteht aus Kupfer(II)-sulfat. Fehlingsche Lösung II enthält Natriumhydroxidlösung und Kaliumnatrium-2,3-dihydroxybutandiat (Kaliumnatriumtartrat, Seignettesalz). Es kommt zu folgenden Reaktionen:

$$CuSO_4 + 2\,NaOH \xrightarrow{\text{Seignettesalz}} Cu(OH)_2 + Na_2SO_4$$

Seignettesalz verhindert durch Komplexbildung das Ausfällen des Kupfer-(II)-hydroxids.



Zweiwertiges Kupfer wird durch Methanal zu einwertigem Kupfer reduziert. Wird Methanal im Überschuß zugegeben, kann die Reduktion noch weiter geführt werden:



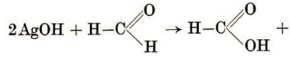
Alkanale sind Reduktionsmittel und werden zu Karbonsäuren oxydiert.

Durchführung c

20 Tropfen einer etwa 1 n Silbernitratlösung werden in einem Halbmikro-Reagenzglas so lange mit verdünnter Ammoniaklösung versetzt und dabei mit einem Glasstab verrührt, bis sich der gebildete Niederschlag gerade wieder löst. Diese Lösung versetzt man mit einem Tropfen Methanallösung und stellt das Reagenzglas dann in ein zur Hälfte mit etwa 60 °C heißem Wasser gefülltes Becherglas.

Ergebnis c

Methanal scheidet aus ammoniakalischer Silbernitratlösung metallisches Silber (Silberspiegel) ab. Diese Reaktion zeigen auch die anderen Alkanale:



Das Ammoniak bildet mit Silberhydroxid eine Komplexverbindung $[Ag(NH_3)_2]OH$ und verhindert dadurch das Ausfällen des Silberhydroxids (↗ S. 161).

Nachweis von Äthanal (Azetaldehyd) 131

Zielstellung

Die Schüler weisen Äthanal mit ammoniakalischer Silbernitratlösung nach. Sie werden mit den entsprechenden Reaktionsgleichungen vertraut gemacht.

Instrumentarium

Objektträger, Glasstab, Reagenzglashalter, Spiritusbrenner, schwarze Unterlage, Leinentuch

Chemikalien

Silbernitratlösung, Ammoniaklösung konz., Äthanal (Azetaldehyd), Äthanol (Äthylalkohol)

Durchführung

Ein bereits gut gereinigter Objektträger wird mit einigen Tropfen Äthanol benetzt und mit einem Leinentuch trockengerieben. Auf den Objektträger bringt man 2 Tropfen Silbernitratlösung und unter Rühren tropfenweise konzentrierte Ammoniaklösung, bis sich der braungelbe Niederschlag völlig gelöst hat. Danach werden noch 2 Tropfen Äthanal hinzugegeben. Der Objektträger wird mit einem Reagenzglashalter gefaßt und oberhalb der Flamme vorsichtig erhitzt.

Ergebnis

Silbernitrat bildet mit den Hydroxid-Ionen braungelbes Silberoxid:

$$Ag^+ + OH^- \rightarrow AgOH\downarrow$$

$$2\,AgOH \rightarrow Ag_2O + H_2O$$

Silberoxid löst sich in überschüssiger Ammoniaklösung unter Bildung des Diamminsilberhydroxids:

$$Ag_2O + H_2O + 4\,NH_3 \rightarrow 2\,[Ag(NH_3)_2]OH$$

Diamminsilberhydroxid oxydiert das Äthanal zur Äthansäure (Essigsäure) und wird dabei selbst zum Silber reduziert, das sich auf dem sauberen Objektträger abscheidet:

$$2[Ag(NH_3)_2]^+ + CH_3{-}CHO + H_2O \rightarrow 2\,Ag\downarrow + CH_3{-}COO^- + 2\,NH_4^+ + 2NH_3$$

Nachweis des Benzaldehyds mit Natriumhydrogensulfit **132**

Zielstellung

Die Schüler lernen die für Aldehyde typische Anlagerung von Natriumhydrogensulfit kennen.

Instrumentarium

2 Halbmikro-Reagenzgläser, 2 Reagenzglasständer, Glasstab, Spatel, Halbmikro-Tropfer

Chemikalien

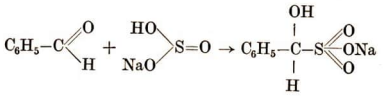
Benzaldehyd, Natriumhydrogensulfit, Wasser, Natriumkarbonatlösung, Salzsäure verd.

Durchführung

10 Tropfen Benzaldehyd und 40 Tropfen einer frisch bereiteten konzentrierten Natriumhydrogensulfitlösung werden in einem Halbmikro-Reagenzglas mit einem Glasstab verrührt bis der Benzaldehydgeruch nicht mehr wahrnehmbar ist. Anschließend gibt man noch 10 Tropfen Natriumkarbonatlösung oder 10 Tropfen verdünnte Salzsäure zu, rührt noch einmal gut durch, erwärmt ein wenig und prüft erneut den Geruch.

Ergebnis

Benzaldehyd und Natriumhydrogensulfit reagieren unter Bildung eines Niederschlages:



Benzaldehyd addiert Natriumhydrogensulfit. Die Additionsbindung ist nicht fest. Sie wird durch verdünnte Säuren und auch durch Natriumkarbonatlösung wieder gespalten. Die Anlagerung von Natriumhydrogensulfit findet daher zur Reinigung von Alkanalen (Aldehyden) Verwendung.

4.2.7. Alkanone (Ketone)

Darstellung und Nachweis von Propanon (Azeton) **133**

Zielstellung

Die Schüler üben das Ausführen einer trockenen Destillation. Sie lernen eine wichtige Darstellungsart des Propanons kennen und weisen einige Eigenschaften nach.

Instrumentarium Reagenzglas mit seitlichem Ansatzrohr und Stopfen, Apparat 11, Brenner, Stativ mit Klemme und Muffe, Aktivkohleadsorptionsrohr, Halbmikro-Tropfer Typ C, Ablage für Halbmikro-Tropfer, Spatel, Apparat 10, 2 Reagenzglasständer, Uhrglasschale, Filtrierpapier, Freiberger Mörser mit Pistill

Chemikalien Natriumäthanat (Natriumazetat) wasserfrei, Kalziumoxid, Natriumhydroxidlösung konz., Bariumhydroxidlösung, Jod-Kaliumjodidlösung, Salzsäure konz., Wasser

Durchführung Ein gehäufter Spatel wasserfreies Natriumäthanat wird in einem Freiberger Mörser mit der gleichen Menge Kalziumoxid gründlich vermischt. Das Gemisch wird in ein trockenes Reagenzglas mit seitlichem Ansatzrohr gegeben. Das Reagenzglas wird mit einem Stopfen verschlossen, horizontal in ein Stativ eingespannt und mit dem Apparat 11 verbunden (Abb. 99). Danach erhitzt man kräftig mit der Flamme eines (Spiritus-)Brenners. Nach etwa 5 min wird die Flamme noch einmal an dem ganzen Reagenzglas entlanggeführt, um alle Kondensationsprodukte überzutreiben. Die Flüssigkeit im Apparat 11 nimmt man in einen trockenen Halbmikro-Tropfer auf, überträgt 2··· 3 Tropfen auf eine Uhrglasschale und versucht zu entzünden. Der Rest wird auf der Uhrglasschale der Jodoformprobe unterzogen (↗ Versuch 119). Nachdem das mit Natriumäthanat und Kalziumoxid gefüllte Reagenzglas abgekühlt ist, stellt man aus dem Reagenzglas mit seitlichem Ansatzrohr durch Verschluß mit einem passenden Halbmikro-Tropfer einen Halbmikro-Gasentwickler her. In den Halbmikro-Tropfer nimmt man konzentrierte Salzsäure auf. An den so erhaltenen Apparat 1 schließt man einen mit 10 Tropfen Bariumhydroxidlösung gefüllten Apparat 10 an. Dann gibt man die Salzsäure langsam zu. Dabei muß beachtet werden, daß Kalziumoxid meist etwas durch Kalziumkarbonat verunreinigt ist!

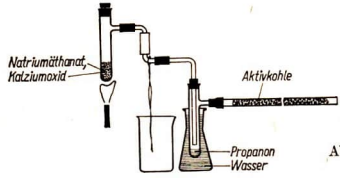


Abb. 99 Darstellung von Propanon

Ergebnis Die aus Natriumäthanat und Kalziumoxid beim Erhitzen übergehende Flüssigkeit ist brennbar und bildet mit alkalischer Jod-Kaliumjodidlösung Trijodmethan (Jodoform). Die brennbare Flüssigkeit ist Propanon.:

$$\begin{matrix} CH_3-\boxed{COONa} \\ CH_3-CO\boxed{ONa} \end{matrix} \xrightarrow{CaO} Na_2CO_3 + CH_3-\underset{\underset{O}{\|}}{C}-CH_3$$

Propanon (Azeton)

$$6\,NaOH + 3\,J_2 \rightarrow 3\,NaJ + 3\,NaOJ + 3\,H_2O$$

$$3\,NaOJ + CH_3-CO-CH_3 \rightarrow CH_3-CO-CJ_3 + 3\,NaOH$$

$$CH_3-CO-CJ_3 + NaOH \rightarrow CH_3-COONa + CHJ_3\downarrow$$

$$4\,NaOH + 3\,J_2 + CH_3-CO-CH_3 \rightarrow 3\,NaJ + 3\,H_2O + CH_3-COONa + CHJ_3\downarrow$$

Trijodmethan (Jodoform)

Das entstandene Natriumkarbonat wird durch Einwirkung von Salzsäure und Übertreiben des Kohlendioxids in Bariumhydroxidlösung nachgewiesen. Dabei wird konzentrierte Salzsäure verwendet, weil Kalziumoxid im Überschuß zugegeben wurde, das einen großen Teil der Salzsäure bindet!

Destillieren eines Propanon-Methylbenzol (Azeton-Toluol)-Gemisches 134

Zielstellung

Die Schüler sollen an Hand der Destillation eines Propanon-Methylbenzol-Gemisches das Aufstellen einer Siedekurve üben.

Bemerkungen

Die Siedetemperatur des Propanons liegt bei 56,2 °C und die des Methylbenzols bei 110,6 °C. *Vorsicht!* Beide Stoffe sind sehr feuergefährlich.

Instrumentarium

Rundkolben, Destillationsaufsatz mit durchbohrtem Stopfen und Thermometer 0···250 °C, Gasableitungsrohr, Gaseinleitungsrohr, Stativ mit Klemme und Muffe, Meßzylinder, Brenner, Siedesteine

Chemikalien

Propanon (Azeton), Methylbenzol (Toluol)

Durchführung

3 ml Propanon, 3 ml Methylbenzol und ein Siedestein werden in einen Rundkolben gegeben. Der Rundkolben wird in ein Stativ eingespannt. Auf den Rundkolben wird ein Destillationsaufsatz (↗ S. 33) aufgesetzt und mit einem einfachdurchbohrten Stopfen verschlossen, durch dessen Bohrung ein Thermometer eingeführt ist. Die Quecksilberkugel soll sich etwas unterhalb des seitlichen Ansatzrohres befinden. An das seitliche Ansatzrohr werden ein nach unten gerichtetes Gasableitungsrohr und daran ein Gaseinleitungsrohr angeschlossen. Das Gaseinleitungsrohr wird in einen Meßzylinder eingeführt (Abb. 100). Der Rundkolben wird jetzt so erhitzt, daß in einer Sekunde höchstens ein Tropfen Flüssigkeit übergeht. Die überdestillierende Flüssigkeitsmenge wird 12···15mal in Abhängigkeit von der Siedetemperatur genau bestimmt. Die Meßergebnisse, die zum Aufstellen der Siedekurve (x-Achse = Volumen in ml, y-Achse = Temperatur in °C) benötigt werden, trägt man in eine Tabelle ein.

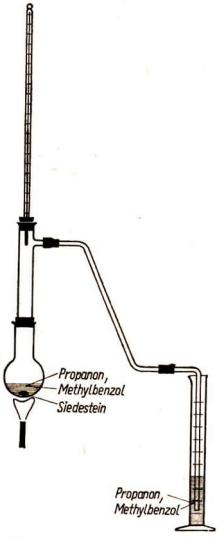


Abb. 100 Destillation eines Propanon-Methylbenzol-Gemisches

°C	
ml	

Ergebnis

Die Siedekurve steigt ständig an, da keiner der beiden Stoffe für sich allein übergeht.

4.2.8. Alkoxyalkane (Äther)

Darstellung von Äthoxyäthan (Diäthyläther) 135

Zielstellung

Die Schüler stellen Äthoxyäthan her. Sie erkennen an dieser Reaktion, daß durch geringfügige Veränderungen der Reaktionsbedingungen aus Äthanol (Äthylalkohol) und Schwefelsäure einmal Äthen (Äthylen) und zum anderen Äthoxyäthan hergestellt werden kann.

Bemerkungen

Vorsicht! Äthoxyäthan-Luft-Gemische sind sehr explosibel! Der Nachweis der Brennbarkeit und der großen Dichte der Ätherdämpfe muß dem Lehrerdemonstrationsexperiment vorbehalten bleiben!
Wesentlich für die Versuchsdurchführung ist es, im Unterschied zu der Darstellung des Äthens das Äthanol im Vergleich zur Schwefelsäure im Überschuß anzuwenden.

Instrumentarium

Apparat 13, Apparat 11, Stativ mit Klemme und Muffe, Halbmikro-Tropfer, Brenner, Aktivkohleadsorptionsrohr, Siedesteine

Chemikalien

Äthanol (Äthylalkohol), Schwefelsäure konz., Wasser

Durchführung

Im Apparat 13 werden 3 ml Äthanol vorsichtig mit 30 Tropfen konzentrierter Schwefelsäure vermischt. Der Rundkolben bleibt dabei verschlossen! Es wird ein Siedestein zugegeben. Das Thermometer wird bis etwa 1 cm über den Boden des Rundkolbens eingeführt. An den Apparat 13 werden der Apparat 11 und daran ein Aktivkohleadsorptionsrohr angeschlossen. Wenn die Apparatur zusammengestellt ist, wird das Äthanol-Schwefelsäure-Gemisch auf eine Temperatur von 135···140 °C erhitzt. Es werden 10···15 Tropfen überdestilliert. Das Destillat wird nach dem Löschen aller Flammen einer Geruchsprobe unterzogen.

Ergebnis

Es ist Äthoxyäthan entstanden. Schwefelsäure wirkt unter den angegebenen Versuchsbedingungen als wasserentziehendes Mittel.

$$C_2H_5{-}OH + HOSO_2OH \rightarrow C_2H_5{-}O{-}SO_2OH + H_2O$$

$$C_2H_5{-}OH + C_2H_5{-}O{-}SO_2OH \rightarrow C_2H_5{-}O{-}C_2H_5 + H_2SO_4$$

Es handelt sich bei diesen Reaktionen um eine Zwischenstoffkatalyse.

4.2.9. Alkansäuren (aliphatische Karbonsäuren) und aromatische Karbonsäuren

Reduktionswirkung der Methansäure (Ameisensäure) 136

Zielstellung

Auf Grund der Struktur der Methansäure kann man neben den Säureeigenschaften auch die Eigenschaften eines Alkanals (Aldehyds) erwarten. Es wird nachgewiesen, daß die für Alkanale typischen Reduktionsreaktionen mit Methansäure ausgeführt werden können. Die Kenntnisse der Schüler über Redox-Reaktionen werden dadurch vertieft.

Instrumentarium

2 Halbmikro-Reagenzgläser, 2 Reagenzglasständer, Brenner, Glasstab, Reagenzglashalter

Chemikalien

Silbernitratlösung, Ammoniaklösung, Methansäure (Ameisensäure), Kaliumpermanganatlösung

Durchführung

10 Tropfen einer etwa 1 n Silbernitratlösung werden in einem Halbmikro-Reagenzglas so lange tropfenweise mit verdünnter Ammoniaklösung versetzt und dabei mit einem Glasstab verrührt, bis der sich bildende Niederschlag gerade wieder verschwindet. Diese Lösung versetzt man mit 5 Tropfen Methansäure und erwärmt vorsichtig. In einem zweiten Halbmikro-Reagenzglas mischt man 10 Tropfen einer etwa 0,1 n Kaliumpermanganatlösung mit 5 Tropfen verdünnter Schwefelsäure und 10 Tropfen Methansäure und erwärmt vorsichtig.

Ergebnis

Methansäure scheidet durch Reduktion aus ammoniakalischer Silbernitratlösung Silber ab:

$$HCOO^- + 2Ag^+ \rightarrow 2Ag\downarrow + CO_2\uparrow + H^+$$

Kaliumpermanganat wird in saurer Lösung durch Methansäure reduziert:

$$\underset{5(2e^-)}{\underbrace{5HCOO^- + 2\overset{+7}{\underset{\uparrow}{MnO_4^-}}}} + 11H^+ \rightarrow 2\overset{+2}{Mn^{2+}} + 5CO_2\uparrow + 8H_2O$$

$$5HCOOH + 2KMnO_4 + 3H_2SO_4 \rightarrow 2MnSO_4 + 5CO_2\uparrow + 8H_2O + K_2SO_4$$

Darstellung der Äthansäure (Essigsäure) 137

Zielstellung

Die Schüler sollen am Beispiel der Darstellung von Äthansäure erkennen, daß die Oxydationsprodukte der Alkanale (Aldehyde) die Alkansäuren (kettenförmige, gesättigte Karbonsäuren) sind.

Bemerkungen

Vorsicht! Äthanal siedet bereits bei 20 °C!

Instrumentarium

Erlenmeyerkolben, Spatel, Brenner

Chemikalien

Kaliumdichromat, Schwefelsäure verd., Äthanal (Azetaldehyd), destilliertes Wasser, Unitestpapier

Durchführung

In einen Erlenmeyerkolben gibt man einen Spatel Kaliumdichromat und unter leichtem Schütteln etwa 50 Tropfen verdünnte Schwefelsäure. Die Lösung wird mit 15 Tropfen Äthanal versetzt und vorsichtig erhitzt. Über die Öffnung des Erlenmeyerkolbens hält man einen angefeuchteten Streifen Unitestpapier.

Ergebnis

Äthanal wird in schwefelsaurer Lösung durch Kaliumdichromat oxydiert:

$$3CH_3{-}CHO + Cr_2O_7^{2-} + 8H^+ \rightarrow 3CH_3{-}COOH + 2Cr^{3+} + 4H_2O$$

Die leicht flüchtige Äthansäure färbt den Streifen Unitestpapier rot.

Einwirkung von Methansäure (Ameisensäure) und Äthansäure (Essigsäure) auf Magnesium und Natriumkarbonat 138

Zielstellung

Die ersten beiden Glieder der homologen Reihe der Alkansäuren (kettenförmige, gesättigte Karbonsäuren) sind zu den stärksten organischen Säuren zu zählen.

Bemerkungen Die Experimente können gut als entwickelnde und erarbeitende Schülerübungsexperimente in getrennt gemeinschaftlicher Arbeitsweise nach dem „verwebenden Verfahren" eingesetzt werden.

Instrumentarium Apparat 3, Apparat 2, Apparat 6, Erlenmeyerkolben, Brenner, Spatel

Chemikalien Methansäure (Ameisensäure), Äthansäure (Essigsäure), Magnesium pulv., Natriumkarbonat, Bariumhydroxidlösung

Durchführung Im Apparat 3 läßt man auf einen reichlichen Spatel Magnesiumpulver langsam Methansäure oder Äthansäure auftropfen. Das entweichende Gas fängt man, nachdem die Luft aus dem Apparat verdrängt ist, in einem 25-ml-Erlenmeyerkolben pneumatisch auf. Wenn der Kolben gefüllt ist, hält man die Öffnung gegen eine Flamme.
Der Apparat 2 wird mit einem Spatel Natriumkarbonat gefüllt. In den Halbmikro-Tropfer wird Methansäure oder Äthansäure aufgenommen. Es wird der Apparat 6, der mit 10 Tropfen Bariumhydroxidlösung gefüllt ist, angeschlossen. Nun läßt man Methansäure oder Äthansäure auf das Natriumkarbonat einwirken.

Ergebnis Methansäure und Äthansäure reagieren mit Magnesium. Es entsteht ein brennbares Gas, der Wasserstoff:

$$2\,HCOO^- + 2\,H^+ + Mg \rightarrow 2\,HCOO^- + Mg^{2+} + H_2\uparrow$$

$$2\,CH_3{-}COO^- + 2\,H^+ + Mg \rightarrow 2\,CH_3{-}COO^- + Mg^{2+} + H_2\uparrow$$

Methansäure und Äthansäure sind schwerer flüchtig als Kohlensäure:

$$2\,HCOOH + Na_2CO_3 \rightarrow 2\,HCOONa + H_2O + CO_2\uparrow$$

Das entweichende Kohlendioxid wird mit Bariumhydroxidlösung nachgewiesen:

$$CO_2 + Ba(OH)_2 \rightarrow BaCO_3\downarrow + H_2O$$

Darstellung von Natriumäthandiat (Natriumoxalat) 139

Zielstellung Die Schüler üben das Ausführen einer trockenen Destillation. Sie lernen eine Möglichkeit der Darstellung von Natriumäthandiat kennen.

Instrumentarium Reagenzglas mit seitlichem Ansatzrohr und Stopfen, Spatel, Stativ mit Klemme und Muffe, Gasableitungsrohr, Kristallisierschale als pneumatische Wanne, Erlenmeyerkolben (Reagenzglas 12 mm × 100 mm), Brenner, Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Filterröhrchen, Tamponträger, Pinzette

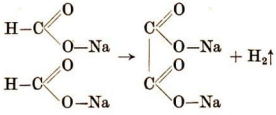
Chemikalien Natriummethanat (Natriumformiat), destilliertes Wasser, Kalziumchloridlösung, Watte, Äthansäure (Essigsäure) verd.

Durchführung 2 gehäufte Spatel Natriummethanat werden in einem Reagenzglas mit seitlichem Ansatzrohr erhitzt. Das Reagenzglas wird schräg in ein Stativ eingespannt, mit einem Stopfen verschlossen und das seitliche Ansatzrohr mit einem Gasableitungsrohr verbunden. Das entweichende Gas wird pneumatisch in einem 25-ml-Erlenmeyerkolben oder in einem Reagenzglas der Größe 12 mm × 100 mm aufgefangen. Wenn das Natriummethanat nach dem anfänglichen Schmelzen und Aufschäumen wieder fest geworden ist, entfernt man das Gasableitungsrohr aus dem Wasser, beendet das Erhitzen

und untersucht das Gas auf Brennbarkeit. Nach dem Abkühlen löst man den Inhalt in 3···4 ml destilliertem Wasser. 20 Tropfen dieser Lösung werden filtriert. Das Filtrat wird mit verdünnter Äthansäure angesäuert und dann mit 5 Tropfen Kalziumchloridlösung versetzt. Es sollte eine Vergleichsprobe mit der Ausgangssubstanz durchgeführt werden!

Ergebnis

Aus Natriummethanat entsteht beim Erhitzen Natriumäthandiat und Wasserstoff:



Natriumäthandiat bildet mit Kalziumchloridlösung einen Niederschlag von Kalziumäthandiat:

$$Na_2C_2O_4 + CaCl_2 \rightarrow CaC_2O_4\downarrow + 2NaCl$$

Darstellung von Benzolkarbonsäure (Benzoesäure) aus Benzaldehyd 140

Zielstellung

Die Schüler oxydieren Benzaldehyd zu Benzolkarbonsäure und weisen die entstehende Säure durch Veresterung nach.

Instrumentarium

Apparat 15, Stativ mit Klemme und Muffe, Brenner, kleiner Trichter, Uhrglasschale, Glasstab, Filtrierpapier, Siedesteine

Chemikalien

Kaliumpermanganat fest, Natriumkarbonatlösung 10%ig, Wasser, Äthanol (Äthylalkohol), Schwefelsäure konz., Äthandisäure- (Oxalsäure-)lösung

Durchführung

Ein Gemisch aus einem Spatel Kaliumpermanganat, 2···3 ml 10%iger Natriumkarbonatlösung und 2 ml Benzaldehyd wird im Apparat 15 unter Rückfluß erhitzt. Die Lösung wird etwa 5 min im leichten Sieden gehalten. Nach dem Abkühlen läßt man bei verschlossenem Rundkolben konzentrierte Schwefelsäure zutropfen, bis die Gasentwicklung beendet ist. Das ausgefällte Mangan(IV)-oxid und Reste des Kaliumpermanganats werden durch Zugabe von Äthandisäurelösung reduziert. Wenn die Lösung farblos ist, wird filtriert und der Rückstand mit wenig Wasser gewaschen. Ein halber Spatel des Rückstandes wird in ein Halbmikro-Reagenzglas übertragen und mit 20 Tropfen Äthanol und 20 Tropfen konzentrierter Schwefelsäure versetzt. Es wird der Geruch der Lösung festgestellt.

Ergebnis

Benzaldehyd wird in schwach alkalischer Lösung durch Kaliumpermanganat zu Benzolkarbonsäure oxydiert, die sich in kristalliner Form abscheidet. Durch die Einwirkung von Äthanol entsteht bei Gegenwart der konzentrierten Schwefelsäure aus Benzolkarbonsäure Äthylbenzoat (Benzoesäureäthylester), das am Geruch erkannt wird:

$$C_6H_5{-}COOH + CH_3{-}CH_2{-}OH \xrightarrow{H_2SO_4} C_6H_5{-}COO{-}CH_2{-}CH_3 + H_2O$$

Bemerkungen

Die Reinigung der hergestellten Benzolkarbonsäure ist sehr gut durch Wasserdampfdestillation möglich.

Darstellung der Benzolkarbonsäure (Benzoesäure) durch die Cannizzarosche Reaktion **141**

Zielstellung

Die Schüler weisen die Bildung der durch Disproportionierung aus Benzaldehyd und Natriumhydroxid entstehenden Benzolkarbonsäure nach.

Bemerkungen

Vor der Versuchsdurchführung überzeugt man sich durch Blindprobe [Bildung des Äthylbenzoats (Benzoesäureäthylesters)], ob der Benzaldehyd Benzolkarbonsäure enthält. Ist das der Fall, muß er vor der Reaktion destilliert werden.

Instrumentarium

Apparat 15, Stativ mit Klemme und Muffe, Brenner, kleiner Trichter, Filtrierpapier, Uhrglasschale, Spatel, Glasstab, Erlenmeyerkolben

Chemikalien

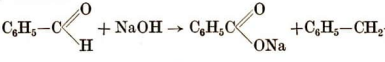
Benzaldehyd, Natriumhydroxid fest, Wasser, Schwefelsäure konz., Äthanol (Äthylalkohol)

Durchführung

Im Apparat 15 erhitzt man ein Gemisch aus 4··· 5 Spatel festem Natriumhydroxid und 3··· 4 ml Benzaldehyd 5 min unter Rückfluß bis zum leichten Sieden. Der Apparat 15 wird dabei von einem Stativ gehaltert. Nach dem Abkühlen läßt man bei verschlossenem Apparat langsam und vorsichtig (!) halbkonzentrierte Schwefelsäure zutropfen bis das Natriumhydroxid gelöst ist und die Lösung sauer reagiert. Der Apparat wird dabei in das zur Hälfte mit kaltem Wasser gefüllte Becherglas eingestellt. Der Rückstand wird abfiltriert, mit wenig kaltem Wasser gewaschen, in einen Erlenmeyerkolben übertragen, in Äthanol gelöst und diese Lösung mit 20 Tropfen konzentrierter Schwefelsäure versetzt. Es wird der Geruch der Lösung festgestellt.

Ergebnis

Aus Benzaldehyd entsteht unter dem Einfluß von Natriumhydroxid durch Disproportionierung (Cannizzarosche Reaktion) Natriumbenzoat und Benzylalkohol:



Schwefelsäure macht aus Natriumbenzoat Benzolkarbonsäure frei, die durch Bildung von Äthylbenzoat (Benzoesäureäthylester) nachgewiesen werden kann.

4.2.10 Ester und Fette

Darstellung von Äthyläthanat (Essigsäureäthylester) **142**

Zielstellung

Die Schüler lernen am Beispiel von Äthyläthanat die Darstellung der Ester kennen. Ausgehend von den Experimenten werden Möglichkeiten der Beeinflussung des sich einstellenden Gleichgewichts erörtert.

Bemerkungen

In der gleichen Weise wie das Äthyläthanat können auch andere Ester hergestellt werden. An Stelle von Äthanol (Äthylalkohol) müssen dann andere Alkanole (Alkohole) verwendet werden; oder es werden andere Alkansäuren (gesättigte, kettenförmige Karbonsäuren) zur Reaktion gebracht. Es lassen sich leicht folgende Ester herstellen:
Butyläthanat (Essigsäurebutylester) aus Butanol-(1) (*n*-Butylalkohol) und Äthansäure (Essigsäure),

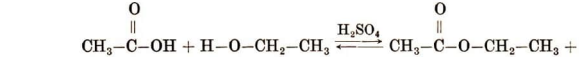
Pentyläthanat (Essigsäureamylester) aus Pentanol-(1) (*n*-Amylalkohol) und Äthansäure,
Äthylpropanat (Propionsäureäthylester) aus Äthanol (Äthylalkohol) und Propansäure (Propionsäure),
Butylpropanat (Propionsäurebutylester) aus Butanol-(1) und Propansäure,
Pentylpropanat (Propionsäureamylester) aus Pentanol-(1) und Propansäure und
Äthylbenzoat (Benzoesäureäthylester) aus Äthanol und Benzolkarbonsäure (Benzoesäure).
Die Experimente können gut als entwickelnde und erarbeitende Schülerübungsexperimente in getrennt gemeinschaftlicher Arbeitsweise nach dem „verwebenden Verfahren" eingesetzt werden.

Instrumentarium Apparat 15, Apparat 13, Apparat 11, Stativ mit Klemme und Muffe, Brenner, Halbmikro-Tropfer, Siedesteine

Chemikalien Äthanol (Äthylalkohol), Butanol-(1) (*n*-Butylalkohol), Pentanol-(1) (*n*-Amylalkohol), Äthansäure (Eisessig), Propansäure (Propionsäure), Benzolkarbonsäure (Benzoesäure), Schwefelsäure konz.

Durchführung Im Apparat 15 werden 40 Tropfen Äthanol, 40 Tropfen konzentrierte Äthansäure (Eisessig) und 5 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure vermischt. In das Gemisch gibt man einen Siedestein und erhitzt es etwa 2 min vorsichtig unter Rückfluß. Anschließend wird der Stopfen des Apparates 15 entfernt und durch den des Apparates 13 ersetzt. Das Winkelrohr wird mit dem Apparat 11 verbunden. Durch vorsichtiges Erwärmen wird ein Teil des Reaktionsproduktes übergetrieben und einer Geruchsprobe unterzogen.

Ergebnis Äthanol reagiert bei Anwesenheit von konzentrierter Schwefelsäure mit Äthansäure. Es entsteht ein fruchtartig riechender Stoff, das Äthyläthanat:



Äthyläthanat (Essigsäureäthylester)

In gleicher Weise reagieren die anderen Alkanole mit den angegebenen organischen Säuren. Dabei entstehen ebenfalls fruchtartig riechende Ester.
Durch die Wasserstoff-Ionen der Schwefelsäure wird die Reaktionsgeschwindigkeit der Esterbildung beschleunigt. Sie wirken katalytisch. Außerdem bindet die konzentrierte Schwefelsäure auf Grund ihrer hygroskopischen Eigenschaften einen Teil des bei dieser Reaktion entstehenden Wassers.
Ein Teil des Wassers wird so aus dem Gleichgewicht entfernt. Das Gleichgewicht wird zugunsten der Esterbildung verschoben. Auch durch das Überdestillieren der leichtflüchtigen Ester wird das Gleichgewicht gestört. Es muß sich neu einstellen und wird dabei ebenfalls in Richtung der Esterbildung verschoben.

Verseifung von Methylmethanat (Ameisensäuremethylester) 143

Zielstellung Die Schüler sollen am Beispiel der Verseifung von Methylmethanat erkennen, daß die Verseifung eines Esters eine Gleichgewichtsreaktion ist. Außerdem wird die Abhängigkeit der Reaktionsgeschwindigkeit von der Konzentration der Reaktionspartner untersucht.

Instrumentarium: 2 Halbmikro-Reagenzgläser, 2 Reagenzglasständer, 2 Glasstäbe, Halbmikro-Tropfer

Chemikalien: Methylmethanat (Ameisensäuremethylester), Phenolphthaleinlösung, Natriumhydroxidlösung konz., destilliertes Wasser

Durchführung: In ein Halbmikro-Reagenzglas werden 30 Tropfen destilliertes Wasser, 2 Tropfen Phenolphthaleinlösung und ein Tropfen konzentrierte Natriumhydroxidlösung gegeben. In einem anderen Halbmikro-Reagenzglas mischt man 60 Tropfen destilliertes Wasser, 2 Tropfen Phenolphthaleinlösung und einen Tropfen konzentrierte Natriumhydroxidlösung. Beide Reagenzgläser werden nebeneinander gestellt. Zuerst wird in das zweite Reagenzglas, dann in das erste Reagenzglas je ein Tropfen Methylmethanat gegeben. Die Lösungen in den beiden Reagenzgläsern werden laufend umgerührt. Die Zeitdauer bis zum Entfärben der Lösung in beiden Reagenzgläsern ist zu ermitteln.

Ergebnis: Durch die Anwesenheit von Hydroxid-Ionen sind beide Ausgangslösungen intensiv rot gefärbt. Bei der Zugabe von Methylmethanat setzt die Verseifung ein, wobei Hydroxid-Ionen verbraucht werden. Dadurch entfärben sich die Lösungen.

$$CH_3{-}O{-}O{-}CH + H_2O \rightleftarrows CH_3{-}OH + HCOOH$$

$$HCOOH + NaOH \rightarrow HCOONa + H_2O$$

Durch laufende Neutralisation der entstehenden Methansäure (Ameisensäure) wird das Gleichgewicht zugunsten von Methanol (Methylalkohol) und Methansäure verschoben. Die Verseifung verläuft praktisch quantitativ. Bei der höheren Konzentration der Reaktionspartner im ersten Reagenzglas verläuft die Verseifung schneller als bei der größeren Verdünnung im zweiten Reagenzglas. Daraus kann man folgern, daß es sich bei der Verseifung um eine Gleichgewichtsreaktion handelt.

Verseifung Äthyläthanat (Essigsäureäthylester) 144

Zielstellung: Die Spaltung des Äthyläthanats durch Einwirkung von Natriumhydroxidlösung wird nachgewiesen. Der Begriff Verseifung wird erarbeitet beziehungsweise gefestigt.

Instrumentarium: Stativ mit Klemme und Muffe, Apparat 15, Brenner, Siedestein

Chemikalien: Äthyläthanat (Essigsäureäthylester), Natriumhydroxidlösung konz., Wasser

Durchführung: Im Apparat 15 erhitzt man ein Gemisch aus 10 Tropfen Äthyläthanat, 20 Tropfen Wasser und 3···4 ml konzentrierter Natriumhydroxidlösung bis zum leichten Sieden und läßt die Lösung dann noch etwa 5 min stehen. Anschließend stellt man den Geruch der Lösung fest.

Ergebnis: Die Lösung riecht nicht mehr nach Äthyläthanat. Der Ester wurde in der wäßrigen Lösung bei Gegenwart von Hydroxid-Ionen zersetzt:

$$CH_3{-}\overset{\overset{O}{\|}}{C}{-}O{-}CH_2{-}CH_3 + H{-}OH \rightleftarrows CH_3{-}\overset{\overset{O}{\|}}{C}{-}OH + CH_3{-}CH_2{-}OH$$

Diese entgegengesetzt zur Esterbildung verlaufende Reaktion bezeichnet man als Verseifung. Die entstehende Äthansäure (Essigsäure) wird durch

Reaktion mit Natriumhydroxidlösung laufend aus dem Gleichgewicht entfernt:

$$CH_3{-}COOH + NaOH \rightarrow CH_3{-}COONa + H_2O$$

Das Äthylathanat wird dadurch vollständig gespalten.

Verseifung von Diäthyläthandiat (Oxalsäurediäthylester) 145

Zielstellung

Die Spaltung des Diäthyläthandiats durch Einwirkung von Natriumhydroxidlösung wird nachgewiesen. Der Begriff Verseifung wird gefestigt. Vom Experiment ausgehend werden Möglichkeiten der Beeinflussung des Gleichgewichts erörtert.

Instrumentarium

2 Halbmikro-Reagenzgläser, 2 Reagenzglasständer, Apparat 15, Stativ mit Klemme und Muffe, Brenner, Halbmikro-Tropfer, Siedestein

Chemikalien

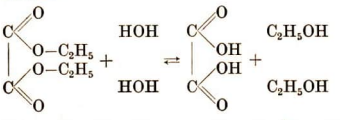
Diäthyläthandiat (Oxalsäurediäthylester), Natriumhydroxidlösung konz., Salzsäure verd., Kalziumchloridlösung, Ammoniaklösung verd., destilliertes Wasser, Indikatorpapier, Holzspan

Durchführung

Im Apparat 15 werden 20 Tropfen Diäthyläthandiat, 10 Tropfen konzentrierte Natriumhydroxidlösung und 2 Halbmikro-Tropferfüllungen destilliertes Wasser vermischt. Ein Siedestein wird hinzugefügt. Anschließend wird die Lösung unter Rückfluß vorsichtig erhitzt. Dabei darf die Kondensationszone des Dampfes das Glasrohr nicht verlassen. Nach jeweils 1 min unterbricht man das Sieden und prüft, ob im Kolben noch 2 Schichten vorhanden sind oder ob ölige Tropfen auf der Oberfläche schwimmen. Sind diese verschwunden, ist die Umsetzung beendet. Nun wird die Lösung kräftiger erhitzt. Befindet sich die Kondensationszone etwa 3···4 cm unterhalb der Glasrohrmündung, zündet man die entweichenden Dämpfe mit einem brennenden Holzspan an. Entweicht nur noch Wasserdampf, läßt man abkühlen, überträgt einen Teil der Lösung in ein Halbmikro-Reagenzglas und säuert mit Salzsäure an (Prüfung mit Indikatorpapier).
In einem anderen Halbmikro-Reagenzglas wird eine Vergleichsprobe aus 2 Tropfen Diäthyläthandiat und 20 Tropfen destilliertem Wasser angesetzt. Zu beiden Reagenzgläsern gibt man je 3 Tropfen Kalziumchloridlösung und einige Tropfen verdünnte Ammoniaklösung bis zur alkalischen Reaktion.

Ergebnis

Die Reaktionsprodukte sind im Gegensatz zum Diäthyläthandiat mit Wasser mischbar. Der bei Zugabe von Kalziumchlorid entstehende Niederschlag besteht aus Kalziumäthandiat (Kalziumoxalat). Das Diäthyläthandiat wurde in der wäßrigen Lösung in Gegenwart von Hydroxid-Ionen zersetzt:



Die bei der Verseifung entstehende Äthandisäure (Oxalsäure) wird durch Neutralisation laufend aus dem Gleichgewicht entfernt:

$$H_2C_2O_4 + 2\,NaOH \rightarrow Na_2C_2O_4 + 2\,H_2O$$

Das Gleichgewicht wird damit in Richtung der Zersetzung von Diäthyläthandiat verschoben. Das entstehende Äthanol wird aus dem Gemisch abdestilliert und durch Brennprobe nachgewiesen. Die Äthandiat-(Oxalat-) Ionen können mit Kalzium-Ionen ausgefällt werden:

$$C_2O_4^{2-} + Ca^{2+} \rightarrow CaC_2O_4\downarrow$$

In der Vergleichslösung bilden sich 2 Schichten aus. Der Zusatz von Kalzium-Ionen führt zu keiner Fällung.

Katalytische Fetthärtung 146

Zielstellung

Die Schüler lernen die technisch wichtige katalytische Hydrierung der Fette kennen. Bei dieser Hydrierung werden in den Fetten ungesättigte Fettsäuren in gesättigte Fettsäuren überführt.

Bemerkungen

Der von W. Langenbeck und H. W. Wache[1] beschriebene Nickel-Magnesium-Mischkatalysator wird folgendermaßen hergestellt: 7,5 g $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ und 35 g $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ werden in 300 ml Wasser aufgelöst, bei 70 °C mit einer Lösung von 15 g $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ in 200 ml Wasser versetzt und 24 h stehen gelassen. Der Niederschlag wird abfiltriert und mit 2··· 3 l destilliertem Wasser gründlich nitratfrei gewaschen und dann bei 105 °C getrocknet (Ausbeute 21 g). 5 g des Mischäthandiats (-oxalats) werden in ein Pyrolan-Schiffchen gegeben. In einem Glasrohr wird bei 280··· 350 °C ein kräftiger Wasserstoffstrom darüber geleitet. Der Wasserstoff durchströmt vorher zwei Waschflaschen, die mit Schwefelsäure angesäuerte Kaliumpermanganatlösung enthalten. Das Glasrohr wird durch einen Teclubrenner mit Breitbrenneraufsatz beheizt. Die Flamme endet 1··· 2 cm unterhalb des Glasrohres. Der entstehende Katalysator ist pyrophor und muß im Wasserstoffstrom erkalten. Er wird dann im Wasserstoffstrom mit thiophenfreiem Benzol befeuchtet. Der Katalysator ist jetzt gebrauchsfertig und wird am besten unter Benzol in Schliffflaschen aufbewahrt.
Da es sich bei der katalytischen Fetthärtung um ein besonders schwieriges und auch etwas zeitaufwendiges Experiment handelt, wird es im Unterschied zu den anderen halbmikrotechnischen Experimenten nicht von jedem Schüler selbständig ausgeführt. Es eignet sich besonders für einen Einsatz während des organischen Schülerpraktikums.

Instrumentarium

Kippscher Apparat, Rundkolben mit doppelt durchbohrtem Stopfen, Gaseinleitungsrohr, Winkelrohr, Stativ mit Stativring, Becherglas, kleiner Trichter, Ausgleichsrohr, Apparat 11, Reagenzglasständer, Brenner, Filtrierpapier, Siedesteine

Chemikalien

Sonnenblumenspeiseöl, Nickel-Magnesium-Mischkatalysator, Zink granuliert, Salzsäure verd., Wasser, Tetrachlormethan (Tetrachlorkohlenstoff)

Durchführung

Ein reichlicher Spatel des Nickel-Magnesium-Mischkatalysators wird in einem Rundkolben mit 4··· 5 ml Sonnenblumenöl vermischt. Der Rundkolben wird mit einem doppelt durchbohrten Stopfen verschlossen. Durch die eine Bohrung wird ein Gaseinleitungsrohr bis dicht über den Boden eingeführt. Die andere Bohrung enthält ein Winkelrohr. Der Rundkolben wird in einem siedenden Wasserbad erhitzt. Als Wasserbad benutzt man ein Becherglas. Wenn der Rundkolben gut verschlossen ist, entnimmt man aus

[1] Langenbeck, W., u. H. W. Wache: Chemie in der Schule, Heft 11/12, 1959, S. 570

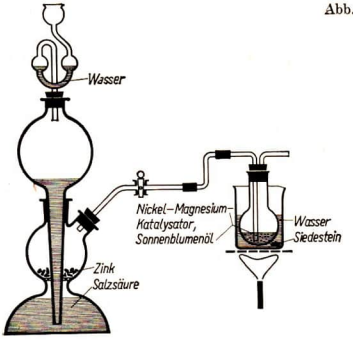


Abb. 101 Katalytische Fetthärtung

einem Kippschen Apparat einen gleichmäßigen, kräftigen Wasserstoffstrom. Leuchtgas ist nicht geeignet, da es den Katalysator vergiftet! Der Wasserstoff wird durch das Gaseinleitungsrohr in das Öl-Katalysator-Gemisch eingeleitet. Der aus dem Gemisch entweichende Wasserstoff wird weggeleitet. Nach negativem Ausfall der Knallgasprobe kann er vom Lehrer auch am Winkelrohr entzündet werden (Abb. 101). *Vorsicht!* Wasserstoff-Luft-Gemische sind sehr explosibel!

Nach 20··· 25 min nimmt man die Apparatur auseinander, gibt zu dem Katalysator-Öl-Gemisch 5 ml Tetrachlormethan und filtriert. Das Filtrierpapier wird vor dem Filtrieren mit Tetrachlormethan angefeuchtet. Das Tetrachlormethan wird anschließend aus dem Filtrat durch Destillation entfernt. Der Rundkolben wird dabei im Wasserbad erhitzt. An das Winkelrohr wird zum Auffangen des Tetrachlormethans der Apparat 11 angeschlossen. Das Sonnenblumenöl wird nach dem Abkühlen gegen einen schwarzen Hintergrund betrachtet.

Ergebnis

Das Sonnenblumenöl ist nach dem Abkühlen trüb. Das bedeutet, daß eine teilweise katalytische Hydrierung des Speiseöls erfolgt ist.

Extraktion von Öl aus Mohn im „einfachen Soxhletapparat" 147

Zielstellung

Die Schüler werden mit der Arbeitsweise eines „einfachen Soxhletapparates" vertraut gemacht.

Bemerkungen

Das für die Extraktion von Öl benutzte Tetrachlormethan (Tetrachlorkohlenstoff) wird gesammelt und durch Destillation gereinigt.

Instrumentarium

„Einfacher Soxhletapparat", Hornspatel, Freiberger Mörser mit Pistill, Stativ mit Klemme und Muffe, Brenner, Gasableitungsrohr, Rückflußkühler, Becherglas, Glasstab, Pinzette, Filtrierpapier, Halbmikro-Tropfer, Siedesteine

Chemikalien

Mohn, Tetrachlormethan (Tetrachlorkohlenstoff), Watte, Wasser

Durchführung

Zunächst stellt man sich einen „einfachen Soxhletapparat" her. Ein Reagenzglas mit seitlichem Ansatzrohr wird am unteren Ende bis zum Er-

weichen des Glases erhitzt. Dann drückt man einen ebenfalls erhitzten, abgeplatteten Glasstab oder ein Glasrohr auf das erweichte Ende des Reagenzglases und zieht dieses außerhalb der Flamme zu einer kurzen, nicht zu engen Röhre aus. Weiter benötigt man einen 25-ml-Rundkolben, der mit einem zweifach durchbohrten Stopfen verschlossen wird. Die eine Bohrung enthält ein Ausgleichrohr, das über ein 70 mm langes, winklig gebogenes Glasrohr mit dem seitlichen Ansatzrohr des Reagenzglases verbunden ist (Abb. 102). Auf das Reagenzglas ist ein Gasableitungsrohr als Rückflußkühler aufgesetzt. Die ausgezogene Röhre des Reagenzglases wird mit einem mehrfach gebogenen Glasrohr verbunden, das durch die zweite Bohrung des Stopfens in den Rundkolben eingeführt ist. Das verwendete Glasrohr hat einen Durchmesser von 5 mm. In einem Freiberger Mörser werden 3··· 4 Hornspatel Mohn zerquetscht. In das ausgezogene Reagenzglas des „einfachen Soxhletapparates" gibt man einen kleinen Wattebausch und danach den zerquetschten Mohn, der mit dem abgeplatteten Ende eines Glasstabes leicht angedrückt wird. Im Rundkolben befinden sich 5 ml Tetrachlormethan und ein Siedestein. Das Tetrachlormethan wird 4··· 5 min im gleichmäßigen Sieden gehalten. Wird der Dampfdruck zu groß, dann muß das Erhitzen von Zeit zu Zeit unterbrochen werden. Der „Rückflußkühler" wird während der Versuchsdurchführung mit Wasser gekühlt. Nach Abschluß des Erhitzens gibt man 2 Tropfen der Lösung auf ein Blatt Filtrierpapier.

Ergebnis

Das gasförmige Tetrachlormethan kondensiert im unteren Teil des „Rückflußkühlers". Das Kondensat tropft auf den Mohn. Wenn die Flüssigkeit etwas höher steht als die obere Biegung des Hebers, fließt sie in den Rund-

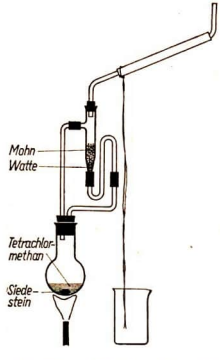


Abb. 102 „Einfacher Soxhlet"

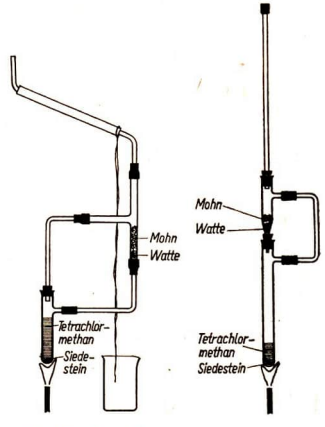


Abb. 103 Extraktionsapparat
(Durchführung a) (Durchführung b)

kolben zurück. Die Lösung trübt sich dabei. Das aus dem Mohn herausgelöste Öl reichert sich im Lösungsmittel an. Auf dem Filtrierpapier verbleibt nach dem Verdunsten des Tetrachlormethans ein Fettfleck.

Extraktion von Öl aus Mohn bei Anwendung des Kreislaufprinzips 148

Zielstellung

Das technisch wichtige Kreislaufprinzip wird am Beispiel der Extraktion von Öl aus zerquetschtem Mohn verdeutlicht.

Bemerkungen

Das für die Extraktion benutzte Tetrachlormethan (Tetrachlorkohlenstoff) wird gesammelt und durch Destillation gereinigt.

Instrumentarium a

Apparat 6, Winkelrohr (60 mm × 60 mm), T-Stück, Gasableitungsrohr als Rückflußkühler, Stativ mit Klemme und Muffe, Brenner, Freiberger Mörser mit Pistill, Becherglas, Spatel, Glasstab, Pinzette, Siedestein

Chemikalien a

Tetrachlormethan (Tetrachlorkohlenstoff), Mohn, Wasser, Watte, Natriumkarbonatlösung 10%ig, Kaliumpermanganatlösung

Durchführung a

Das seitliche Ansatzrohr des Apparates 6 wird mit einem nach oben gerichteten Winkelrohr verbunden und daran ein T-Stück angeschlossen (Abb. 103a). In den nach unten gerichteten Schenkel des T-Stückes wird ein kleiner Wattebausch locker eingeführt. Anschließend gibt man 1 ··· 2 Spatel zerquetschten Mohn hinein und verbindet den waagerechten Schenkel des T-Stückes mit dem bis auf diese Höhe herausgezogenen Gaseinleitungsrohr des Apparates 6. Auf den nach oben gerichteten Schenkel des T-Stückes wird ein Gasableitungsrohr als Rückflußkühler aufgesetzt. In das Reagenzglas gibt man einen Siedestein. Es wird bis kurz unterhalb des seitlichen Ansatzrohres mit Tetrachlormethan gefüllt und wieder gut verschlossen. Die Apparatur wird in ein Stativ eingespannt und das Tetrachlormethan im leichten Sieden gehalten.

Ergebnis a

Das gasförmige Tetrachlormethan kondensiert im „Rückflußkühler". Das Kondensat fließt auf den zerquetschten Mohn, extrahiert das Öl und gelangt in das Reagenzglas zurück. Der Kreislauf des Lösungsmittels beginnt von neuem. Das extrahierte Öl reichert sich im Reagenzglas an.

Instrumentarium b

2 Reagenzgläser mit seitlichem Ansatzrohr (100 mm × 12 mm) mit einfach durchbohrtem Stopfen, Glasrohr (Durchmesser 8 mm, Länge 140 mm), Glasrohr (Durchmesser 8 mm, Länge 300 mm), Siedesteine, Brenner

Chemikalien b

↗ Chemikalien a

Durchführung b

Ein Reagenzglas mit seitlichem Ansatzrohr wird etwa 65 mm vom oberen Rand entfernt zu einem nicht zu engen Rohr ausgezogen. Das ausgezogene Rohr wird von oben her in einen durchbohrten Stopfen eingeführt. Es muß ein guter Verschluß erreicht werden. In das zweite Reagenzglas mit seitlichem Ansatzrohr gibt man einen Siedestein und etwa 5 ml Tetrachlormethan. Es wird mit dem ausgezogenen Reagenzglas verschlossen (Abb. 103b). In das obere Reagenzglas wird ein Wattebausch eingeführt, leicht angedrückt und darüber 1 ··· 2 Spatel zerquetschter Mohn geschichtet. Beide seitlichen Ansatzrohre werden durch ein U-förmig gebogenes Glasrohr (Mittelstück 80 mm lang, Schenkel je 30 mm lang) verbunden. Das obere Reagenzglas wird mit einem einfach durchbohrten Stopfen verschlossen, in dessen Bohrung sich ein 300 mm langes Glasrohr befindet. Das Tetra-

chlormethan läßt man etwa 2 min langsam (!) sieden. Von der erhaltenen Lösung gibt man 4 Tropfen in Baeyers Reagens (15 Tropfen 10%ige Natriumkarbonatlösung und 5 Tropfen verdünnte Kaliumpermanganatlösung) und 3 Tropfen auf ein kleines Stück Schreibpapier.

Ergebnis b — Das gasförmige Tetrachlormethan kondensiert im „Rückflußkühler". Das Lösungsmittel tropft ständig auf das zu extrahierende Gut, löst einen entsprechenden Anteil und fließt durch die enge Öffnung des Oberteils zurück. Der Kreislauf des Lösungsmittels beginnt von neuem. Mohnöl färbt Tetrachlormethan gelb. Es enthält ungesättigte kettenförmige Karbonsäuren, die mit Baeyers Reagens reagieren. Auf dem Papier bleibt ein Fettfleck zurück.

Instrumentarium c — Reagenzglas 160 mm × 16 mm mit durchbohrtem Stopfen, Glasrohr (Durchmesser 8 mm, Länge 300 mm), Glasstab mit breiter Krone, Stativ mit Klemme und Muffe, Brenner, 2 Uhrglasschalen, Freiberger Mörser mit Pistill, Rundfilter (Durchmesser 4 cm), Halbmikro-Tropfer

Chemikalien c — ↗ Chemikalien a

Durchführung c — Man gibt 40 Tropfen Tetrachlormethan in ein Reagenzglas und stellt dann einen Glasstab mit verbreiterter Krone so ein, daß die Krone nach oben zeigt und als Auflagefläche für die Extraktionshülse benutzt werden kann. Die „Extraktionshülse" stellt man durch doppeltes Falten eines Rundfilters her. In sie hinein gibt man 2···3 Spatel fein zerriebenen Mohn. Das Reagenzglas wird mit einem durchbohrten Stopfen verschlossen. Die Bohrung enthält ein Glasrohr als Rückflußkühler. Über einer kleinen Flamme wird das Tetrachlormethan zum Sieden erhitzt. Es muß darauf geachtet werden, daß die Kondensationszone des Dampfes in der unteren Hälfte des „Rückflußkühlers" verbleibt. Nach 2···3 min wird der Versuch beendet. Einige Tropfen des Tetrachlormethans werden auf eine Uhrglasschale gegeben. Auf eine andere Uhrglasschale gibt man die gleiche Tropfenzahl reines Tetrachlormethan. Wenn das Tetrachlormethan verdunstet ist, prüft man beide Uhrglasschalen auf einen Fettfilm.

Ergebnis c — Verdampftes Tetrachlormethan kondensiert in dem „Rückflußkühler" und tropft auf die Substanz. Das Öl wird teilweise gelöst und gelangt nach unten in das Reagenzglas. Hier verdampft aber nur das reine Lösungsmittel. Die fetthaltige Substanz wird also ständig von reinem Tetrachlormethan durchströmt. Im Reagenzglas reichert sich das Öl an.

4.2.11. Seifen und Neutralwaschmittel

Darstellung von Seife nach dem Laugenverfahren 149

Zielstellung — Die Schüler stellen durch Einwirkung von Natriumhydroxidlösung auf Fett Seife her.

Instrumentarium — Apparat 15, Stativ mit Klemme und Muffe, Brenner, Spatel, Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Siedesteine

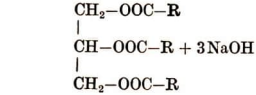
Chemikalien — Pflanzenhartfett, Äthanol (Äthylalkohol), Natriumhydroxid fest, destilliertes Wasser, Natriumchlorid

Durchführung — In den Apparat 15 gibt man einen Siedestein und 3 Spatel Pflanzenhartfett, spannt ihn in ein Stativ ein und erhitzt, bis das Fett geschmolzen ist. Dann

unterbricht man das Erhitzen und fügt noch 3 ml Äthanol und 3 Spatel festes Natriumhydroxid hinzu. In den Halbmikro-Tropfer nimmt man etwa 3 ml Wasser auf. Das Wasser wird bei verschlossenem Apparat langsam zugegeben und die Lösung etwa 5 min im leichten Sieden gehalten. *Vorsicht!* Es muß darauf geachtet werden, daß nichts aus dem „Rückflußkühler" herausspritzt! Nachdem das Erhitzen beendet ist, wird der Stopfen entfernt. Man gibt 2 Spatel Natriumchlorid zu, rührt gründlich um und stellt den Rundkolben in das zur Hälfte mit kaltem Wasser gefüllte Becherglas ein. Von der erhaltenen gallertigen bis festen Masse gibt man eine Spatelspitze in ein Halbmikro-Reagenzglas, fügt 20 Tropfen destilliertes Wasser hinzu und schüttelt kräftig.

Ergebnis

Durch Kochen von Fett und Natriumhydroxidlösung entsteht Seife:



Das Äthanol im Versuch hat die Aufgabe, das Fett zu lösen und so eine bessere Reaktion mit der Natriumhydroxidlösung zu ermöglichen. Durch Zugabe von Natriumchlorid wird die Seife ausgesalzen. Wird die entstandene Seife mit Wasser geschüttelt, ist eine Schaumbildung zu beobachten.

Darstellung von Seife nach dem Karbonatverfahren **150**

Zielstellung

Die Schüler lernen ein weiteres technisch gebräuchliches Verfahren der Seifenherstellung kennen.

Instrumentarium

Rundkolben, Glasstab 20 cm lang, Spatel, Reagenzglashalter, Brenner

Chemikalien

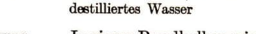
Hexadekansäure (Palmitinsäure), Oktadekansäure (Stearinsäure), Natriumkarbonat, destilliertes Wasser

Durchführung

In einem Rundkolben wird ein Spatel Hexadekansäure oder Oktadekansäure mit der gleichen Menge Natriumkarbonat vermischt. Der Kolben wird in einen Reagenzglashalter eingespannt und vorsichtig erhitzt. Gleichzeitig wird mit einem langen Glasstab gerührt. Um ein Überschäumen zu vermeiden, muß der Kolben von Zeit zu Zeit aus der Flamme entfernt werden. Nach etwa 2 min wird das Erhitzen eingestellt. Nach dem Abkühlen wird der Kolben mit destilliertem Wasser zur Hälfte gefüllt und geschüttelt.

Ergebnis

Durch Kochen von Alkanmonokarbonsäuren (Fettsäuren) und Natriumkarbonat entstehen Seifen. Dabei entweicht Kohlendioxid:



Die entstandene Seife wird durch Schaumbildung nachgewiesen.

Aussalzen der Seife aus einer wäßrigen Lösung **151**

Zielstellung

Die Schüler beobachten den für die technische Seifenbereitung wichtigen Effekt des Aussalzens. Die Vorgänge beim Aussalzen werden erklärt.

Instrumentarium Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Glasstab

Chemikalien Natriumchloridlösung, wäßrige Seifenlösung 1%ig

Durchführung 30 Tropfen einer 1%igen wäßrigen Seifenlösung werden in einem Halbmikro-Reagenzglas mit 10 Tropfen etwa 1 n Natriumchloridlösung versetzt und mit einem Glasstab gut vermischt.

Ergebnis Seife wird aus einer wäßrigen Lösung durch Natriumchlorid ausgefällt (ausgesalzen). Seifen sind keine echten Lösungen, sondern Kolloide. Kolloide sind elektrisch geladene Teilchen. Sie werden durch Zugabe von Salzen oder anderen elektrolytisch stark dissoziierenden Verbindungen entladen und damit unwirksam.

Hydrolyse der Kernseife 152

Zielstellung Die Kenntnisse der Schüler über die Hydrolyse anorganischer Stoffe werden wiederholt. Die Begründung für die alkalische Reaktion der wäßrigen Seifenlösung wird erarbeitet.

Instrumentarium 2 Halbmikro-Reagenzgläser, Glasstab, Spatel, 2 Reagenzglasständer

Chemikalien Äthanol (Äthylalkohol), Methanol (Methylalkohol), Kernseife, Phenolphthaleinlösung, Wasser

Durchführung Zunächst wird eine Spatelspitze feste Kernseife in einem Halbmikro-Reagenzglas in 15··· 20 Tropfen Äthanol oder Methanol kräftig verrührt und gelöst. Dieser Lösung fügt man 2 Tropfen Phenolphthaleinlösung zu. Danach wird der Versuch in gleicher Weise wiederholt. Als Lösungsmittel wird Wasser verwendet.

Ergebnis Eine alkoholische Seifenlösung reagiert neutral, während eine wäßrige Seifenlösung infolge der Hydrolyse alkalisch reagiert:

$$C_{17}H_{35}-COONa \rightleftarrows C_{17}H_{35}-COO^- + Na^+$$

$$H_2O \rightleftarrows H^+ + OH^-$$

$$C_{17}H_{35}-COO^- + H^+ \rightleftarrows C_{17}H_{35}-COOH$$

Waschwirkung der Seife 153

Zielstellung Die Schüler erkennen die emulgierende Wirkung wäßriger Seifenlösungen. Auf die Adsorption der fettartigen Schmutzteilchen durch die kolloidale Seifenlösung wird eingegangen.

Instrumentarium 4 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasgestell, Spatel

Chemikalien Seifenlösung wäßrig, destilliertes Wasser, Öl, Mangan(IV)-oxid (Braunstein) pulv., Eisen(III)-oxid pulv.

Durchführung In einem Halbmikro-Reagenzglas werden 30 Tropfen destilliertes Wasser mit 5 Tropfen Öl versetzt und kräftig geschüttelt. In einem zweiten Halbmikro-Reagenzglas führt man den gleichen Versuch mit 30 Tropfen einer 1%igen wäßrigen Seifenlösung und 5 Tropfen Öl aus. 30 Tropfen Wasser und eine Spatelspitze gut zerriebenes Mangan(IV)-oxid oder Eisen(III)-oxidpulver

werden in einem Halbmikro-Reagenzglas geschüttelt. Der gleiche Versuch wird in einem zweiten Halbmikro-Reagenzglas mit einer wäßrigen Seifenlösung wiederholt. Alle Gemische bleiben etwa 10 min stehen.

Ergebnis

Öl wird durch die wäßrige Seifenlösung emulgiert. Mangan(IV)-oxid beziehungsweise Eisen(III)-oxid haben sich in der wäßrigen Lösung abgesetzt, während sie in der Seifenlösung noch gleichmäßig verteilt sind. Die Seifenlösung besitzt ein gutes Schmutztragevermögen. Fett- und Schmutzteilchen werden von der kolloiden Seifenlösung adsorbiert und damit von der Haut oder vom Gewebe abgezogen.

Bildung von Kalkseife in hartem Wasser 154

Zielstellung

Die Schüler erkennen, daß Kalziumsalze höherer Fettsäuren in Wasser unlöslich sind und daß hartes Wasser zum Waschen ungeeignet ist.

Instrumentarium

4 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasständer

Chemikalien

Alkoholische Seifenlösung, destilliertes Wasser, Leitungswasser, Kalziumchloridlösung, Kalziumhydrogenkarbonatlösung

Durchführung

In 4 Halbmikro-Reagenzgläsern werden je 10 Tropfen alkoholische Seifenlösung — hergestellt aus 0,5 g Kernseife und 100 ml Äthanol (Äthylalkohol) oder Methanol (Methylalkohol) — erstens mit 20 Tropfen destilliertem Wasser, zweitens mit 20 Tropfen Leitungswasser, drittens mit 20 Tropfen Kalziumchloridlösung und viertens mit 20 Tropfen Kalziumhydrogenkarbonatlösung kräftig geschüttelt.

Ergebnis

Mit destilliertem Wasser ist die beste Schaumbildung zu erreichen; die Lösung bleibt klar. Bei Verwendung von Leitungswasser ist die Schaumbildung nicht so gut; die Lösung ist getrübt. In der Kalziumchlorid- beziehungsweise Kalziumhydrogenkarbonatlösung bildet sich kein Schaum; es fällt schwer lösliche Kalkseife aus:

$$2\,CH_3{-}(CH_2)_{16}{-}COO^- + Ca^{2+} \rightarrow (CH_3{-}(CH_2)_{16}{-}COO)_2Ca\downarrow$$

Vergleich der Eigenschaften von Seifen- und Waschmittellösungen 155

Zielstellung

Der Versuch soll den Unterschied zwischen Seife und Neutralwaschmittel, den unterschiedlichen *p*H-Wert und die Unterschiede im Verhalten gegenüber Kalzium-Ionen, Natriumchlorid und Äthansäure (Essigsäure) zeigen.

Instrumentarium

8 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasgestell, 2 Glasstäbe, Spatel

Chemikalien

Fewalösung 1%ig, Seifenlösung 1%ig, Phenolphthaleinlösung, Kalziumchloridlösung, Natriumchlorid, Äthansäure (Essigsäure) verd., Unitestpapier

Durchführung

In je 4 Halbmikro-Reagenzgläsern werden je 25 Tropfen Fewalösung beziehungsweise Seifenlösung gefüllt und paarweise im Reagenzglasgestell aufgestellt. Zum ersten Paar (ein Reagenzglas Fewalösung, ein Reagenzglas Seifenlösung) wird eine Spatelspitze Natriumchlorid, zum zweiten Paar werden 5 Tropfen Kalziumchloridlösung und zum dritten Paar 10 Tropfen Äthansäure gegeben. Die Lösungen in jedem Probenpaar werden mit dem

Glasstab zunächst leicht durchgemischt und auftretende Veränderungen notiert. Anschließend wird mit dem Glasstab etwa 10 s lang innig durchgemischt und die Schaumbildung verglichen. Die Beobachtungen werden notiert. Weiterhin wird das vierte Probenpaar mit je 2 Tropfen Phenolphthaleinlösung versetzt. Außerdem wird mit einem Tropfen Fewalösung und einem Tropfen Seifenlösung auf Unitestpapier der *p*H-Wert ermittelt.

Ergebnis

Bei Zugabe von Kalziumchlorid zeigt sich in der Fewalösung eine leichte Trübung; die Schaumbildung ist gut. Bei Seifenlösung tritt eine Ausfällung von Kalkseife ein; es wird kein Schaum gebildet. Die Zugabe von Natriumchlorid verursacht in der Fewalösung eine leichte Ausflockung, beeinträchtigt aber die Schaumbildung nicht. Dagegen tritt bei Seifenlösung eine Ausfällung der Seife (Aussalzen) ein; die Schaumbildung ist daher nur gering. Bei Zugabe von Äthansäure zeigt die Fewalösung keine Veränderung der Eigenschaften, bei Seifenlösung tritt eine Ausfällung freier Fettsäuren ein, die sich schmierig anfühlen und keine Schaumbildung bewirken. Der Zusatz von Phenolphthaleinlösung und die Bestimmung des *p*H-Wertes zeigen den neutralen Charakter von Fewalösung, während Seifenlösung infolge Hydrolyse alkalisch reagiert.

Eigenschaften des Waschmittels Fewa 156

Zielstellung

Es werden die Wascheigenschaften von Neutralwaschmitteln festgestellt. Auf die im Vergleich zu den Alkaliseifen unterschiedliche Dissoziation wird eingegangen.

Instrumentarium

Spatel, Glasstab, 5 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasgestell

Chemikalien

Fewapulver, destilliertes Wasser, Phenolphthaleinlösung, Lackmuslösung, Kalziumchloridlösung, Kalziumhydrogenkarbonatlösung, Öl

Durchführung

In 2 Halbmikro-Reagenzgläsern löst man je eine Spatelspitze Fewa in jeweils 20 Tropfen destilliertem Wasser. Die eine Lösung versetzt man mit 2 Tropfen Phenolphthaleinlösung, die andere mit 2 Tropfen Lackmuslösung. In einem weiteren Halbmikro-Reagenzglas wird eine Spatelspitze Fewa in 30 Tropfen destilliertem Wasser gelöst, mit 10 Tropfen Kalziumchlorid- oder Kalziumhydrogenkarbonatlösung versetzt und kräftig geschüttelt. Im fünften Halbmikro-Reagenzglas wird eine Spatelspitze Fewa in 30 Tropfen destilliertem Wasser gelöst, mit 5 Tropfen Öl versetzt und kräftig geschüttelt.

Ergebnis

Fewa ist in Wasser leicht löslich. Seine wäßrige Lösung reagiert neutral, bildet auch mit hartem Wasser guten Schaum und emulgiert Öl. Fewa dissoziiert in folgender Weise:

$$CH_3-(CH_2)_{16}-CH_2-O-SO_3Na \rightarrow CH_3-(CH_2)_{16}-CH_2-O-SO_3^- + Na^+$$

Natriumstearylsulfat

Da das Natriumstearylsulfat aus einer starken Säure und aus einer starken Base entstanden ist, reagiert es in wäßriger Lösung im Unterschied zu den Alkaliseifen neutral.

Koagulation von Eiweißlösungen 157

Zielstellung Die Schüler lernen Möglichkeiten der Koagulation von Proteinen aus Eiweißlösungen kennen.

Instrumentarium 3 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasgestell, Glasstab, Reagenzglashalter, Spatel, Brenner

Chemikalien Albumin, Wasser, Äthanol (Äthylalkohol), Äthansäure (Essigsäure) konz.

Durchführung Aus je einer Spatelspitze Albumin und je 20 Tropfen Wasser stellt man in 3 Halbmikro-Reagenzgläsern Eiweißlösungen her.
Die Lösung im ersten Reagenzglas wird kurze Zeit erhitzt. *Vorsicht!* Ein Glasstab soll den Siedeverzug verhindern! Den Lösungen im zweiten und dritten Reagenzglas fügt man 20 Tropfen Äthanol beziehungsweise 20 Tropfen konzentrierte Äthansäure zu.

Ergebnis In allen Fällen koaguliert (gerinnt) das Eiweiß.

Nachweis der Eiweiße durch die Biuretreaktion 158

Zielstellung Die Schüler führen die Biuretreaktion aus und lernen damit einen Eiweißnachweis kennen.

Instrumentarium Halbmikro-Reagenzglas, Spatel, Glasstab, Filtrierpapier, Reagenzglasständer

Chemikalien Albumin, Wasser, Natriumhydroxidlösung konz., Kupfer(II)-sulfatlösung verd.

Durchführung Eine reichliche Spatelspitze Albumin wird in einem Halbmikro-Reagenzglas in 20 Tropfen Wasser gelöst. Bis zur alkalischen Reaktion werden der Lösung konzentrierte Natriumhydroxidlösung und dann 5 Tropfen verdünnte Kupfer(II)-sulfatlösung zugegeben. Man beobachtet die Veränderungen gegen einen weißen Hintergrund (Filtrierpapier).

Ergebnis Eiweiße geben in alkalischer Lösung mit Kupfer(II)-sulfatlösung eine schwache, rot-violette Färbung. Man bezeichnet diese Reaktion als Biuretreaktion.

Nachweis der Eiweiße durch die Xanthoprotein-Reaktion 159

Zielstellung Die Schüler führen die Xanthoprotein-Reaktion aus und lernen damit einen weiteren Eiweißnachweis kennen.

Instrumentarium Halbmikro-Reagenzglas, Spatel, Glasstab, Reagenzglashalter, Brenner, Reagenzglasständer

Chemikalien Albumin, Wasser, Salpetersäure konz., Ammoniaklösung konz.

Durchführung Eine Spatelspitze Albumin wird in einem Halbmikro-Reagenzglas in 10 Tropfen Wasser gelöst, mit 5 Tropfen konzentrierter Salpetersäure versetzt und kurze Zeit erwärmt. Der Glasstab bleibt im Reagenzglas! Anschließend gibt man noch 5 Tropfen konzentrierte Ammoniaklösung hinzu und hält das Halbmikro-Reagenzglas gegen einen weißen Hintergrund.

Ergebnis

Beim Erwärmen einer wäßrigen Eiweißlösung mit konzentrierter Salpetersäure scheiden sich gelbe Flocken ab. Nach der Zugabe von Ammoniaklösung ist ein Farbumschlag nach Orange zu beobachten.

Einwirkung von Natriumhydroxidlösung auf Kohlensäurediamid (Harnstoff) **160**

Zielstellung

Es wird nachgewiesen, daß bei der Zersetzung von Kohlensäurediamid mit Natriumhydroxidlösung Ammoniak entsteht.

Instrumentarium

2 Uhrglasschalen, Spatel

Chemikalien

Kohlensäurediamid (Harnstoff), Natriumhydroxidlösung konz., Wasser, Unitestpapier

Durchführung

Auf einer Uhrglasschale gibt man zu einer Spatelspitze Kohlensäurediamid 5 Tropfen konzentrierte Natriumhydroxidlösung und deckt mit einer zweiten, gleich großen Uhrglasschale ab. Auf der Innenseite der zweiten Uhrglasschale befestigt man in der Mitte ein Stück angefeuchtetes Unitestpapier.

Ergebnis

Nach 5···10 min färbt sich das Unitestpapier blau. Durch die Einwirkung von Natriumhydroxidlösung auf Kohlensäurediamid entsteht Ammoniak:

$$O{=}C\begin{matrix}NH_2\\NH_2\end{matrix} + 2NaOH \rightarrow Na_2CO_3 + 2NH_3\uparrow$$

Nachweis von Kohlensäurediamid (Harnstoff) mit Salpetersäure **161**

Zielstellung

Die Schüler weisen Kohlensäurediamid durch Fällung als Kohlensäurediamidnitrat (Harnstoffnitrat) nach.

Instrumentarium

Halbmikro-Reagenzglas, Spatel, Glasstab, Reagenzglasständer

Chemikalien

Kohlensäurediamid (Harnstoff), Wasser, Salpetersäure konz.

Durchführung

Eine Spatelspitze Kohlensäurediamid wird in einem Halbmikro-Reagenzglas in 10 Tropfen Wasser gelöst und mit 5 Tropfen konzentrierter Salpetersäure versetzt.

Ergebnis

Kohlensäurediamid bildet mit Salpetersäure in wäßriger Lösung einen Niederschlag, das Kohlensäurediamidnitrat $OC(NH_2)_2 \cdot HNO_3$.

4.2.13. Kohlenhydrate

Reaktion von Glukose (Traubenzucker) mit Schiffs Reagens **162**

Zielstellung

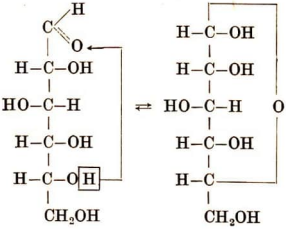
Die Schüler erkennen, daß mit der Glukose nicht alle für Alkanale (Aldehyde) typischen Reaktionen ausgeführt werden können. Daraus wird abgeleitet, daß die Gruppe der Alkanale im Glukosemolekül zum Teil in besonderer Weise gebunden ist. Es wird auf die Halbazetalbindung eingegangen.

Instrumentarium Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Glasstab

Chemikalien Schiffs Reagens, Glukose- (Traubenzucker-)lösung 10%ig

Durchführung 2 ml 10%ige Glukoselösung vermischt man im Halbmikro-Reagenzglas mit 10 Tropfen Schiffs Reagens.

Ergebnis Schiffs Reagens reagiert nicht mit Glukoselösung. Die Aldehydgruppe der Glukose reagiert lose mit einer im gleichen Molekül vorhandenen alkoholischen Hydroxylgruppe unter Bildung eines sogenannten Halbazetals (↗ Versuche 163···165):



Reaktion der Glukose (Traubenzucker) mit Kupfer(II)-sulfat und Natriumhydroxidlösung (Trommersche Probe) 163

Zielstellung Die Schüler weisen die funktionelle Gruppe der Alkanale (Aldehyde) in der Glukose nach.

Instrumentarium Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Glasstab, Reagenzglashalter, (Spiritus-) Brenner

Chemikalien Glukose-(Traubenzucker-)lösung 10%ig, Kupfer(II)-sulfatlösung 2 n, Natriumhydroxidlösung konz.

Durchführung In einem Halbmikro-Reagenzglas gibt man zu 2 ml 10%iger Glukoselösung 5 Tropfen 2 n Kupfer(II)-sulfatlösung und 1··· 2 ml konzentrierte Natriumhydroxidlösung. Die Lösung wird mit einem Glasstab gut verrührt und dann bis zum beginnenden Sieden erhitzt. Der Glasstab bleibt dabei im Reagenzglas!

Ergebnis Glukoselösung bildet mit Kupfer(II)-sulfatlösung eine tiefblaue Komplexverbindung. Natriumhydroxidlösung fällt aus dieser Lösung kein Kupfer(II)-hydroxid aus. Beim Erhitzen entsteht Kupfer(I)-oxid. Die Alkanale zeigen eine ähnliche Reaktion. Im Glukosemolekül ist die funktionelle Gruppe der Alkanale durch die Trommersche Probe nachweisbar.

Reaktion von Glukose (Traubenzucker) mit Fehlingscher Lösung 164

Zielstellung Die Schüler weisen nach, daß Glukose mit Fehlingscher Lösung ähnlich reagiert wie ein Alkanal (Aldehyd).

Instrumentarium: Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Glasstab, Reagenzglashalter, (Spiritus-) Brenner

Chemikalien: Fehlingsche Lösung I, Fehlingsche Lösung II, Glukose-(Traubenzucker-)lösung 10%ig

Durchführung: In einem Halbmikro-Reagenzglas mischt man 20 Tropfen Fehlingsche Lösung I mit der gleichen Menge Fehlingsche Lösung II, gibt 10 Tropfen 10%ige Glukoselösung hinzu und rührt mit einem Glasstab gut um. Anschließend erhitzt man in der Flamme eines Brenners. Der Glasstab bleibt dabei im Reagenzglas!

Ergebnis: Es entsteht ein Niederschlag von Kupfer(I)-oxid. Glukoselösung reduziert Fehlingsche Lösung. Die Glukose enthält die funktionelle Gruppe der Alkanale.

Reaktion von Glukose (Traubenzucker) mit ammoniakalischer Silbernitratlösung (Tollenssche Probe) 165

Zielstellung: Die Schüler weisen die funktionelle Gruppe der Alkanale (Aldehyde) in der Glukose nach.

Instrumentarium: Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Glasstab, Reagenzglashalter, (Spiritus-) Brenner

Chemikalien: Silbernitratlösung 1 n, Ammoniaklösung verd., Glukose-(Traubenzucker-)lösung 10%ig

Durchführung: 20 Tropfen 1 n Silbernitratlösung werden in einem Halbmikro-Reagenzglas so lange mit verdünnter Ammoniaklösung versetzt und dabei mit einem Glasstab umgerührt, bis sich der entstandene Niederschlag gerade wieder auflöst. Dieser Lösung gibt man 5 Tropfen 10%ige Glukoselösung zu und erwärmt etwas in der Flamme eines Brenners.

Ergebnis: Es fällt metallisches Silber aus. Glukoselösung reduziert ammoniakalische Silbernitratlösung. Die Glukose enthält die funktionelle Gruppe der Alkanale.

Unterscheidung von Glukose (Traubenzucker) und Fruktose (Fruchtzucker) 166

Zielstellung: Die Schüler lernen eine Möglichkeit der Unterscheidung von Glukose als einer Aldose und Fruktose als einer Ketose kennen.

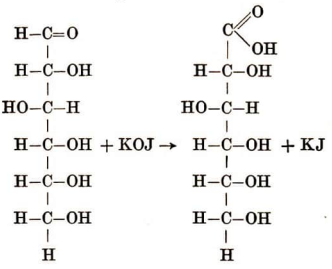
Instrumentarium: 3 Halbmikro-Reagenzgläser, Spatel, Halbmikro-Tropfer

Chemikalien: Glukose (Traubenzucker), Fruktose (Fruchtzucker), Jod-Kaliumjodidlösung, Natriumhydroxidlösung verd., destilliertes Wasser

Durchführung: Ein halber Spatel Glukose und ein halber Spatel Fruktose werden getrennt in 2 Halbmikro-Reagenzgläsern in etwa 30 Tropfen destilliertem Wasser gelöst. In dem dritten Halbmikro-Reagenzglas gibt man zu 40 Tropfen verdünnter Natriumhydroxidlösung so lange Jod-Kaliumjodidlösung, bis eine hellgelbe Farbe zu beobachten ist. Mit Hilfe eines Halbmikro-Tropfers werden je 20 Tropfen der entstandenen Kaliumhypojoditlösung zu der Glukose- und Fruktoselösung gebracht.

Ergebnis

Glukose, die zu den Aldosen gehört, wird durch Kaliumhypojoditlösung zu Glukonsäure oxydiert:



Dabei verschwindet die hellgelbe Farbe.
Fruktose, die zu den Ketosen gehört, wird nicht oxydiert.

Bemerkungen

Es muß beachtet werden, daß sich durch den alkalischen Einfluß die Fruktose allmählich teilweise in Glukose umwandelt, die dann oxydiert wird.

Reaktion von Sacharose (Rohrzucker) mit Fehlingscher Lösung 167

Zielstellung

Es wird der Nachweis erbracht, daß Sacharose keine reduzierenden Eigenschaften besitzt.

Instrumentarium

Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Glasstab, Reagenzglashalter, (Spiritus-) Brenner

Chemikalien

Fehlingsche Lösung I, Fehlingsche Lösung II, Sacharose-(Rohrzucker-)lösung 10%ig

Durchführung

In einem Halbmikro-Reagenzglas mischt man 10 Tropfen Fehlingsche Lösung I mit der gleichen Menge Fehlingsche Lösung II und gibt noch 10 Tropfen 10%ige Sacharoselösung hinzu. Das Gemisch wird mit einem Glasstab gut verrührt und bis zum beginnenden Sieden erhitzt. Der Glasstab bleibt dabei im Reagenzglas!

Ergebnis

Sacharoselösung reagiert nicht mit Fehlingscher Lösung. Sie unterscheidet sich durch dieses Verhalten von der Glukoselösung. Sacharose besitzt demnach keine freie funktionelle Gruppe der Alkanale (Aldehyde).

Inversion der Sacharose (Rohrzucker) 168

Zielstellung

Unter dem katalytischen Einfluß von Wasserstoff-Ionen wird Sacharose invertiert (hydrolysiert). Die reduzierenden Eigenschaften des Invertzuckers werden nachgewiesen.

Instrumentarium

Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Reagenzglashalter, Glasstab, (Spiritus-) Brenner

Chemikalien: Sacharose-(Rohrzucker-)lösung 10%ig, Salzsäure konz., Natriumhydroxidlösung konz., Unitestpapier, Fehlingsche Lösung I, Fehlingsche Lösung II

Durchführung: 10 Tropfen 10%ige Sacharoselösung werden in einem Halbmikro-Reagenzglas mit 2 Tropfen konzentrierter Salzsäure 1··· 2 min bis zum leichten Sieden erhitzt. Der Glasstab bleibt dabei im Reagenzglas! Nach dem Abkühlen neutralisiert man mit konzentrierter Natriumhydroxidlösung und gibt dann je 10 Tropfen Fehlingsche Lösung I und Fehlingsche Lösung II zu. Die Lösung wird noch einmal erhitzt.

Ergebnis: Nach dem Einwirken der Salzsäure auf Sacharoselösung fällt die Reaktion mit Fehlingscher Lösung positiv aus. Unter dem katalytischen Einfluß der Wasserstoff-Ionen wurde die Sacharose gespalten:

$$C_{12}H_{22}O_{11} + H_2O \xrightarrow{H^+} \underset{\text{Glukose}}{C_6H_{12}O_6} + \underset{\text{Fruktose}}{C_6H_{12}O_6}$$

Man bezeichnet die Hydrolyse der Sacharose als Inversion oder Invertierung.

Nachweis der Stärke 169

Zielstellung: Die Schüler weisen Stärke mit Jod-Kaliumjodidlösung nach.

Instrumentarium: Filtrierpapier, Halbmikro-Tropfer, Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglashalter, Glasstab, Brenner

Chemikalien: Stärkelösung, Jod-Kaliumjodidlösung 0,1 n

Durchführung: Zunächst wird ein Tropfen Stärkelösung auf Filtrierpapier aufgetropft und mit einem Tropfen 0,1 n Jod-Kaliumjodidlösung versetzt. Danach gibt man in einem Halbmikro-Reagenzglas zu 10 Tropfen Stärkelösung einen Tropfen Jod-Kaliumjodidlösung. Anschließend erhitzt man die Lösung bis zum beginnenden Sieden. Ein Glasstab verhindert dabei den Siedeverzug!

Ergebnis: Stärke und Jod-Kaliumjodidlösung reagieren miteinander. Es entsteht eine intensiv blau gefärbte Einschlußverbindung. Diese Verbindung ist wenig beständig. Sie zerfällt in der Wärme.

Einwirkung von Salzsäure auf Stärke 170

Zielstellung: Es wird der Nachweis geführt, daß als Abbauprodukt bei der sauren Hydrolyse der Stärke das Monosacharid Glukose entsteht.

Instrumentarium: Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglashalter, Glasstab, Brenner

Chemikalien: Stärke, Wasser, Salzsäure konz., Natriumhydroxidlösung konz., Fehlingsche Lösung I, Fehlingsche Lösung II, Unitestpapier

Durchführung: Eine reichliche Spatelspitze Stärke wird in einem Halbmikro-Reagenzglas in 20 Tropfen Wasser aufgeschlämmt und mit 10 Tropfen konzentrierter Salzsäure versetzt. Das Gemisch wird mit einem Glasstab gut verrührt und dann 2 min im leichten Sieden gehalten. Der Glasstab bleibt dabei im Reagenzglas! Nach dem Abkühlen wird mit konzentrierter Natriumhydroxidlösung neutralisiert, mit je 10 Tropfen Fehlingscher Lösung I und Fehlingscher Lösung II versetzt und noch einmal erhitzt.

Ergebnis

Nach der Einwirkung der Salzsäure auf Stärkelösung fällt die Reaktion mit Fehlingscher Lösung positiv aus. Unter dem katalytischen Einfluß von Wasserstoff-Ionen wurde die Stärke hydrolytisch gespalten. Es ist das Monosacharid Glukose entstanden.

Lösen von Zellulose in Tetramminkupfer(II)-hydroxidlösung (Schweizers Reagens) 171

Zielstellung

Die Schüler lösen Zellulose in Tetramminkupfer(II)-hydroxidlösung und stellen Kupferkunstseide her.

Bemerkungen

Tetramminkupfer(II)-hydroxidlösung stellt man vor der Versuchsdurchführung folgendermaßen her:

Durch Zugabe von Natriumhydroxidlösung zu einer konzentrierten Kupfer (II)-sulfatlösung fällt man Kupfer(II)-hydroxid aus, filtriert und wäscht den Niederschlag mit destilliertem Wasser gründlich aus. Das Kupfer(II)-hydroxid wird dann so lange in 100 ml konzentrierte Ammoniaklösung eingetragen und verrührt, bis sich nichts mehr löst. Die fertige Lösung wird an die Schüler ausgegeben. Die angegebene Menge reicht für alle Schüler einer Klasse.

Instrumentarium

Glasstab, Halbmikro-Reagenzglas, Halbmikro-Tropfer, Kristallisierschale, Pinzette, Reagenzglashalter

Chemikalien

Zellulose (Watte), Tetramminkupfer(II)-hydroxidlösung (Schweizers Reagens), Natriumhydroxidlösung verd., Schwefelsäure verd., Wasser

Durchführung

Ein kleiner Wattebausch wird in einem Halbmikro-Reagenzglas mit 3 Tropfen verdünnter Natriumhydroxidlösung versetzt und mit einem Glasstab zusammengedrückt. Nach etwa 1 min gibt man 30 Tropfen Tetramminkupfer(II)-hydroxidlösung hinzu und rührt. Sobald sich die Zellulose nahezu gelöst hat, wird ein Teil der Lösung in einen Halbmikro-Tropfer aufgenommen. Die gelöste Zellulose drückt man gleichmäßig in verdünnte Schwefelsäure, die sich in einer Kristallisierschale befindet. Mit Hilfe der Pinzette wird der Faden vorsichtig aus dem Fällbad gezogen und mit Wasser gespült.

Ergebnis

Zellulose löst sich in Tetramminkupfer(II)-hydroxidlösung in Form einer Komplexverbindung. Schwefelsäure zerstört diese Komplexverbindung, so daß die Zellulose als Hydratzellulose ausfällt.

Filmbilden 172

Zielstellung

Die Schüler lernen das Filmbilden kennen.

Instrumentarium

Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglashalter, Glasstab, Objektträger

Chemikalien

Zelluloseazetat (Sicherheitsfilm), Propanon (Azeton)

Durchführung

Ein kleines Stück Sicherheitsfilm wird in einem Halbmikro-Reagenzglas mit Propanon übergossen. Die Lösung wird gerührt und auf einem Objektträger verstrichen.

Ergebnis

Nach dem Verdunsten des Propanons bildet sich wieder ein Film.

Darstellung von Malachitgrün 173

Zielstellung

Die Schüler stellen Malachitgrün durch Kondensation von Benzaldehyd mit Dimethylanilin her. Die Reaktionsgleichungen werden erarbeitet.

Instrumentarium

Apparat 15, Stativ mit Klemme und Muffe, (Spiritus-)Brenner, Spatel, Filtrierpapier, Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Filterröhrchen, Tamponträger, Glasstab, Siedesteine

Chemikalien

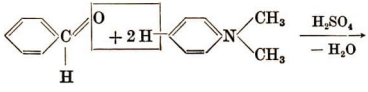
Benzaldehyd, Dimethylanilin, Schwefelsäure konz., Wasser, Blei(IV)-oxid, Ammoniaklösung konz.

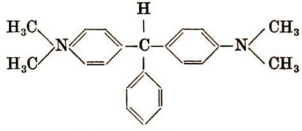
Durchführung

Im Apparat 15, der von einem Stativ gehaltert wird, werden 10 Tropfen Benzaldehyd, 20 Tropfen Dimethylanilin und 5 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure bei Anwesenheit eines Siedesteines etwa 5 min unter Rückfluß erhitzt. Nach dem Abkühlen gibt man bei verschlossenem Gefäß (!) 3···4 ml Wasser und eine reichliche Spatelspitze Blei(IV)-oxid zu, schüttelt etwa 2 min und filtriert dann einen Teil der Lösung. 2···3 Tropfen des Filtrates werden auf Filtrierpapier mit 2 Tropfen konzentrierter Ammoniaklösung versetzt.

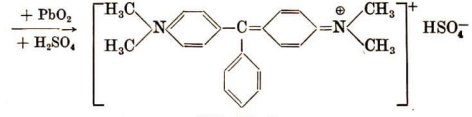
Ergebnis

Aus Benzaldehyd und Dimethylanilin entsteht Leukomalachitgrün, das in saurer Lösung durch Blei(IV)-oxid zu Malachitgrün oxydiert wird:





Leukomalachitgrün



Malachitgrün

Darstellung von Fluoreszein 174

Zielstellung

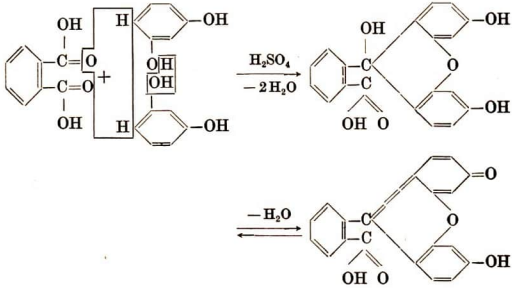
Die Schüler stellen Fluoreszein durch Kondensation von Benzoldikarbonsäure-(1,2) mit 1,3-Dihydroxybenzol her. Die Umsetzungsgleichung wird erarbeitet.

Instrumentarium: Apparat 1, Reagenzglashalter, Reagenzglasständer, Spatel, Halbmikro-Tropfer, Brenner, Becherglas

Chemikalien: Benzoldikarbonsäure-(1,2) (Phthalsäure), 1,3-Dihydroxybenzol (Resorzin), Schwefelsäure konz., Ammoniaklösung verd.

Durchführung: Im Apparat 1 wird eine Spatelspitze Benzoldikarbonsäure-(1,2) mit der gleichen Menge 1,3-Dihydroxybenzol vermischt. Dazu fügt man 5 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure. Das Gemisch wird etwa 2 min in der Flamme eines Brenners erhitzt. Nach dem Abkühlen säubert man den Halbmikro-Tropfer, nimmt verdünnte Ammoniaklösung auf und läßt diese bei verschlossenem Apparat (!) langsam zutropfen. Die erhaltene Lösung wird in einen Halbmikro-Tropfer aufgenommen und in ein mit Wasser gefülltes Becherglas übertragen.

Ergebnis: Aus Benzoldikarbonsäure-(1,2) und 1,3-Dihydroxybenzol entsteht Fluoreszein, das in verdünnter Ammoniaklösung gelb-grün fluoresziert:



Darstellung von Phenolphthalein 175

Zielstellung: Die Schüler stellen den Indikatorfarbstoff Phenolphthalein aus Benzoldikarbonsäure-(1,2) und Phenol durch Kondensation her. Die Reaktionsgleichungen werden erarbeitet.

Bemerkungen: *Vorsicht!* Phenol ist giftig und wirkt ätzend!

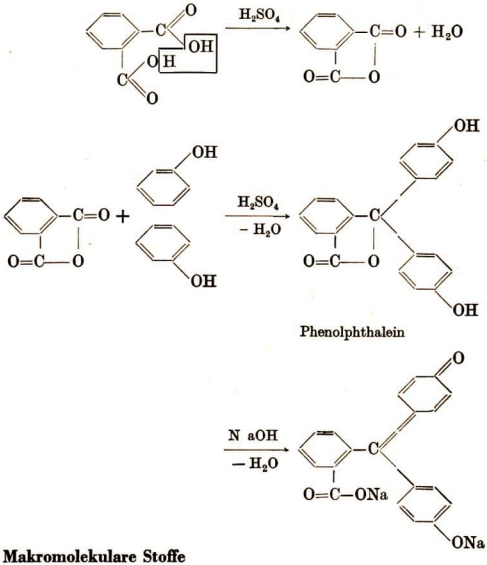
Instrumentarium: Apparat 1, Reagenzglashalter, Reagenzglasständer, Brenner, Halbmikro-Tropfer, Halbmikro-Reagenzglas, Spatel

Chemikalien: Benzoldikarbonsäure-(1,2) (Phthalsäure), Phenol, Schwefelsäure konz., Natriumhydroxidlösung verd.

Durchführung: Ein Spatel Benzoldikarbonsäure-(1,2) wird im Apparat 1 mit der gleichen Menge Phenol vermischt. Nach Verschluß des Apparates gibt man noch 10 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure zu. Das Gemisch wird kurze Zeit vorsichtig (!) erwärmt. Nach etwa 2 min überträgt man einen Tropfen dieser Lösung in ein Halbmikro-Reagenzglas, in dem sich 10 Tropfen verdünnte Natriumhydroxidlösung befinden.

Ergebnis

Aus Benzoldikarbonsäure-(1,2) und Phenol entsteht Phenolphthalein, das durch Reaktion mit Basen eine intensiv rote Lösung bildet:



4.2.15. Makromolekulare Stoffe

Eigenschaften des Polyäthylens 176

Zielstellung

Die Schüler lernen einige wichtige Eigenschaften des Polyäthylens kennen.

Instrumentarium

3 Halbmikro-Reagenzgläser, Pinzette, Brenner

Chemikalien

Polyäthylen, Salzsäure verd., Natriumhydroxidlösung verd., Äthanol (Äthylalkohol), Wasser

Durchführung

Zunächst wird Polyäthylen mit dem Fingernagel geritzt. Danach übergießt man je ein Stück Polyäthylen in Halbmikro-Reagenzgläsern getrennt mit verdünnter Salzsäure, verdünnter Natriumhydroxidlösung und mit Äthanol. Die Proben bleiben etwa 30 min stehen und werden anschließend mit Wasser gewaschen. Schließlich wird Polyäthylen mit Hilfe einer Pinzette in die Randzone der Brennerflamme gehalten.

Ergebnis

Polyäthylen läßt sich leicht ritzen und faßt sich wachsartig an. Gegenüber verdünnter Salzsäure, verdünnter Natriumhydroxidlösung und Äthanol ist es beständig. Polyäthylen brennt zunächst bläulich, dann gelblich. Es schmilzt und tropft beim Erhitzen. Die Tropfen brennen weiter.

Eigenschaften des Polyvinylchlorids (PVC) 177

Zielstellung Die Schüler lernen einige wichtige Eigenschaften des Polyvinylchlorids kennen.

Instrumentarium Brenner, Pinzette, Kupferschlinge, Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglashalter, Glasstab

Chemikalien Polyvinylchlorid (Hart-PVC), Unitestpapier, destilliertes Wasser, Ammoniaklösung konz.

Durchführung Man versuche erstens, ein Stück Hart-PVC zu biegen. Anschließend wird es etwa 30 s mit Hilfe einer Pinzette in die Nähe der Flamme (nicht in die Flamme!) gehalten und wieder gebogen. Zweitens wird ein Stück Hart-PVC in die Flamme gehalten. Drittens wird ein Stück Hart-PVC auf eine Kupferschlinge gelegt und in die Flamme gehalten. Viertens wird noch ein Stück Hart-PVC im Halbmikro-Reagenzglas erhitzt. Über die Öffnung des Reagenzglases bringt man nacheinander einen angefeuchteten Streifen Unitestpapier und an einem Glasstab einen Tropfen konzentrierte Ammoniaklösung.

Ergebnis Hart-PVC läßt sich als Thermoplast nach Erwärmen leicht verformen. Es brennt schlecht, die Flammenfärbung ist grünlich. Kupfer bildet mit dem Chlor des Hart-PVC das flüchtige Kupfer(II)-chlorid, das die Flamme grünblau färbt. Beim Erhitzen spaltet das Polyvinylchlorid Chlorwasserstoff ab, der das Unitestpapier rot färbt und mit Ammoniak weißen Ammoniumchloridrauch bildet.

Wirkung der Weichmacher 178

Zielstellung Die Schüler lernen die Wirkung der Weichmacher in Plasten kennen.

Instrumentarium Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglashalter, Brenner, Filtrierpapier

Chemikalien Polyvinylchlorid (Weich-PVC), Methanol (Methylalkohol)

Durchführung Ein kleines Stück Weich-PVC wird in einem Halbmikro-Reagenzglas mit Methanol übergossen. Die Lösung wird etwa 30 s zum Sieden erhitzt. Anschließend trocknet man das Weich-PVC zwischen Filtrierpapier.

Ergebnis Methanol löst die Weichmacher aus dem Weich-PVC, das dadurch spröde wird.

Spinnen eines PC-Fadens 179

Zielstellung Die Schüler sollen das Prinzip des Naßspinnverfahrens am Beispiel des Spinnens eines PC-Fadens kennenlernen.

Instrumentarium Kristallisierschale, Halbmikro-Tropfer, Halbmikro-Reagenzglas, Glasstab, Pinzette

Chemikalien PC-Flocken oder linsengroße Stücke Rheumawäsche (Vylan), Propanon (Azeton), Wasser

Bemerkungen Rheumawäsche löst sich nicht völlig in Propanon.

Durchführung Einige PC-Flocken werden in einem Halbmikro-Reagenzglas unter Rühren

tropfenweise mit Propanon bis zur völligen Lösung versetzt. Die Lösung wird in einen Halbmikro-Tropfer gesaugt und gleichmäßig in Wasser gedrückt. Das Wasser befindet sich in einer Kristallisierschale. Der Faden wird mit Hilfe der Pinzette von der Öffnung des Halbmikro-Tropfers langsam weggezogen.

Ergebnis

PC-Flocken sind in Propanon löslich und fallen aus der Lösung im Wasser wieder aus.

Darstellung eines Phenoplastes aus Phenol und Methanal (Formaldehyd) 180

Zielstellung

Die Schüler stellen durch Polykondensation einen Phenoplast her. Sie lernen die unterschiedliche Wirksamkeit saurer und basischer Katalysatoren kennen. Die entsprechenden Reaktionsgleichungen werden erarbeitet.

Bemerkungen

Vorsicht! Phenol ist giftig und wirkt ätzend!

Instrumentarium

2 Halbmikro-Reagenzgläser, Glasstab, Reagenzglasständer, Reagenzglashalter, Spatel, Brenner

Chemikalien

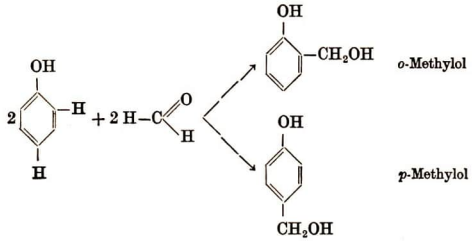
Phenol, Methanal (Formaldehyd), Salzsäure konz., Natriumhydroxidlösung konz.

Durchführung

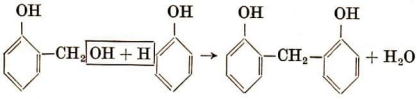
Eine etwa 1 cm hohe Schicht Phenol wird in einem Halbmikro-Reagenzglas mit 20 Tropfen 30···35%igem Methanal gut verrührt. Anschließend gibt man noch 3 Tropfen konzentrierte Salzsäure zu und erhitzt vorsichtig in der Flamme eines Brenners. Der Glasstab bleibt dabei im Reagenzglas.
Vorsicht! Es besteht Spritzgefahr!
Der Versuch wird wiederholt. An Stelle der Salzsäure wird konzentrierte Natriumhydroxidlösung benutzt.

Ergebnis

Aus Phenol und Methanal entsteht durch Polykondensation ein Phenoplast. Gute katalytische Wirkung hat konzentrierte Salzsäure, das heißt, die Reaktion wird durch Wasserstoff-Ionen katalysiert. Die katalytische Wirksamkeit der Hydroxid-Ionen ist geringer.
Die Reaktion verläuft über mehrere Stufen. In der ersten Stufe lagert sich Methanal an das zweite beziehungsweise vierte Kohlenstoffatom des Phenols an:



In der zweiten Stufe kondensieren die entstandenen Methylole mit weiterem Phenol:



Diese Art der Kondensation setzt sich fort, wobei auch zwischen die *p*-ständigen Kohlenstoffatome CH_2-Gruppen eintreten.

Darstellung eines Resitharzes 181

Zielstellung

Die Schüler lernen eine weitere Polykondensationsreaktion kennen. Sie erkennen den selbständigen Reaktionsablauf, der über das Resol, das Resitol bis zum Resit führt.

Instrumentarium

Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Glasstab, Spatel

Chemikalien

Methanal (Formaldehyd), 1,3-Dihydroxybenzol (Resorzin), Salzsäure konz.

Durchführung

Zu einer etwa 1 cm hohen Schicht 1,3-Dihydroxybenzol gibt man in einem Halbmikro-Reagenzglas 20 Tropfen 30%iges Methanal und verrührt das Gemisch gründlich. Dann stellt man das Reagenzglas in einen Reagenzglasständer, versetzt die Lösung mit 4 Tropfen konzentrierter Salzsäure und rührt noch einmal.
Der Glasstab bleibt dabei im Reagenzglas!

Ergebnis

Aus 1,3-Dihydroxybenzol und Methanal entsteht durch Polykondensation eine feste Masse, das Resit. Die Reaktion ist stark exotherm.

Polykondensation von Kohlensäurediamid (Harnstoff) und Methanal (Formaldehyd) 182

Zielstellung

Die Schüler lernen die Bildung eines Aminoplastes kennen.

Instrumentarium

Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Glasstab, Spatel, Brenner

Chemikalien

Methanal (Formaldehyd), Kohlensäurediamid (Harnstoff), Salzsäure konz.

Durchführung

In einem Halbmikro-Reagenzglas löst man zwei reichliche Spatel Kohlensäurediamid in 20 Tropfen Methanal. Es wird gründlich verrührt bis zur vollständigen Auflösung des Kohlensäurediamids, vorsichtig erwärmt und dann ein Tropfen konzentrierte Salzsäure zugegeben.
Der Glasstab bleibt dabei im Reagenzglas!

Ergebnis

Kohlensäurediamid und Methanal polykondensieren zu einer festen weißen Masse:

$$H_2N-CO-NH_2 + HCHO + H_2N-CO-NH_2 \rightarrow$$
$$H_2N-CO-NH-CH_2NH-CO-NH_2 + H_2O$$

Im Verlauf der weiteren Reaktion entstehen zunächst kettenförmige Moleküle, die mit einem Überschuß an Methanal auch untereinander vernetzt werden können.

Unterscheidung von Thermoplast und Duroplast 183

Zielstellung Die Schüler lernen das unterschiedliche Wärmeverhalten der Thermoplaste und Duroplaste kennen.

Instrumentarium Pinzette, Brenner

Chemikalien Polyvinylchlorid (Hart-PVC), Phenoplast

Durchführung Je ein Stück Hart-PVC und Phenoplast werden mit Hilfe der Pinzette in die Nähe der Flamme (nicht in die Flamme!) gebracht.

Ergebnis Hart-PVC wird in der Flamme weich und beim Abkühlen wieder hart. Es ist ein typischer Vertreter der Thermoplaste. Der Phenoplast gehört zu den Duroplasten, die in der Wärme nicht erweichen.

Spinnen von Dederonfäden 184

Zielstellung Die Schüler lernen das Ziehen von Dederonfäden als Beispiele des Schmelzspinnverfahrens kennen.

Instrumentarium Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglashalter, Glasstab, Brenner

Chemikalien kleines Stück Dederonstrumpf

Durchführung Ein kleines Stück Dederonstrumpf wird in einem Halbmikro-Reagenzglas mit einem Glasstab fest zusammengedrückt und vorsichtig geschmolzen. Mit Hilfe des Glasstabes zieht man aus der Schmelze Dederonfäden, die nach dem Erkalten gestreckt werden.

Ergebnis Dederon schmilzt leicht. Die erkalteten Fäden lassen sich strecken. Dabei werden die Makromoleküle parallel gerichtet. Die Reißfestigkeit wird hierdurch erhöht.

Darstellung eines Polyesters 185

Zielstellung Die Schüler stellen aus Hexandisäure und Propantriol-(1,2,3) einen Polyester her.

Instrumentarium Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglashalter, Reagenzglasständer, Glasstab, Brenner, Spatel

Chemikalien Hexandisäure (Adipinsäure), Propantriol-(1,2,3) (Glyzerin)

Durchführung Ein reichlicher Spatel Hexandisäure wird in einem Halbmikro-Reagenzglas mit 40 Tropfen Propantriol-(1, 2, 3) gut vermischt. Die Lösung wird 3 bis 5 min vorsichtig bis zum leichten Sieden erhitzt. Der Glasstab bleibt dabei im Reagenzglas! Anschließend läßt man abkühlen und beobachtet dabei die Lösung.

Ergebnis Aus Hexandisäure $HOOC-(CH_2)_4-COOH$ und Propantriol-(1, 2, 3) $CH_2(OH)-CH(OH)-CH_2OH$ entsteht durch Polyesterbildung ein harzähnliches Produkt.

Die folgende Übersicht enthält alle Chemikalien, die zur Ausführung der in diesem Buch beschriebenen Experimente benötigt werden.

Anorganische Festsubstanzen

Aktivkohle gekörnt
Aktivkohle pulv.
Aluminiumchlorid krist.
Aluminiumdraht
Aluminiumgrieß
Aluminiumoxid
Aluminiumsulfat
Asbestwolle
Ammoniumchlorid
Bariumchlorid
Bariumhydroxid
Bariumoxid
Bimsstein
Blei gekörnt
Blei(II)-chlorid
Blei(II)-oxid
Blei(IV)-oxid
Blei(II)-nitrat
Chrom(III)-oxid
Eisen pulv.
Eisen(III)-oxid
Eisen(II)-sulfat
Glaswolle
Holzkohle pulv.
Jod
Kaliumbromid
Kaliumdichromat
Kaliumhydrogensulfat
Kaliumhydroxid
Kaliumjodid
Kaliumnitrat
Kaliumnitrit
Kaliumpermanganat
Kalzium geraspelt
Kalziumchlorid
Kalziumfluorid
Kalziumkarbonat gefällt
Kalziumkarbonat gekörnt
Kalziumnitrat
Kalziumoxid
Kalziumsulfat
Kupferdraht
Kupferdrahtnetz
Kupfer geraspelt
Kupfer(II)-chlorid
Kupfer(II)-oxid
Kupfer(II)-nitrat
Kupfer(II)-sulfat
Magnesiumgrieß
Magnesium pulv.
Magnesiumoxid
Magnesiumsulfat
Mangan(IV)-oxid
Natriumchlorid
Natriumhydrogensulfit
Natriumhydroxid
Natriumkarbonat
Natriumnitrat
Natriumnitrit
Natriumphosphat
Platinasbest
Pyrit
Quecksilber(II)-oxid
Schwefel pulv.
Seesand
Silbersulfat
Strontiumchlorid
Strontiumsulfat
Trockengel (Blaugel)
Vanadin(V)-oxid
Zer-Eisen-Katalysator
Zink gekörnt
Zink pulv.
Zinkoxid

Anorganische Lösungen

Alle nicht besonders gekennzeichneten Lösungen sind 1 normal.

Ammoniaklösung konz.
Ammoniaklösung verd.
Ammoniumsulfatlösung
Bariumchloridlösung
Bariumhydroxidlösung
Blei(II)-nitratlösung
Bromwasser verd.
Chlorwasser gesättigt
Eisen(III)-chloridlösung
Jod-Kaliumjodidlösung
Kadmiumsulfatlösung
Kaliumbromidlösung
Kaliumchloridlösung
Kaliumchromatlösung 0,5 m
Kaliumjodatlösung 2%ig
Kaliumjodidlösung
Kaliumpermanganatlösung
Kaliumthiozyanatlösung
Kalziumchloridlösung
Kalziumhydroxidlösung gesättigt
Kalziumhydrogenkarbonatlösung
Kohlendisulfid (Schwefelkohlenstoff)
Kupfer(II)-chloridlösung 5%ig
Kupfer(II)-sulfatlösung 2 n
Magnesiumchloridlösung
Natriumhydroxidlösung konz.
Natriumhydroxidlösung verd.
Natriumkarbonatlösung 10%ig
Natriumsilikatlösung (Wasserglas) (7° Bé)
Natriumsulfatlösung 10%ig
Natriumsulfitlösung 0,5%ig
Perchlorsäure 30%ig
Phosphorsäure verd.
Salpetersäure konz.
Salpetersäure verd.
Salzsäure konz.
Salzsäure verd.
Schwefelsäure konz.
Schwefelsäure verd.
Schwefelwasserstoffwasser
Silbernitratlösung
Strontiumchloridlösung
Wasserstoffperoxidlösung 3%ig

Organische Festsubstanzen

Albumin
Aluminiumäthanat (Aluminiumazetat)
Benzoldikarbonsäure (Phthalsäure)
Benzolkarbonsäure (Benzoesäure)
1,2-Dihydroxybenzol (Brenzkatechin)
1,3-Dihydroxybenzol (Resorzin)
1,4-Dihydroxybenzol (Hydrochinon)
Fewa
Fruktose (Fruchtzucker)
Glukose (Traubenzucker)
Hexadekansäure (Palmitinsäure)
Hexandisäure (Adipinsäure)
Kernseife
Kohlensäurediamid (Harnstoff)
Mohn
Natriumäthanat (Natriumazetat) wasserfrei
Natriummethanat (Natriumformiat)
Oktadekansäure (Stearinsäure)
Paraffin
PC-Flocken
Pflanzenhartfett
Phenol
Sacharose (Rohrzucker)
Stärke
Wofatit F
Zellulose (Watte)

Organische Lösungen und Flüssigkeiten

4-Aminobenzolsulfonsäurelösung (Sulfanilsäure)
1-Aminonaphthalinlösung (α-Naphthylaminlösung)
Äthanal (Azetaldehyd)
Äthandisäurelösung (Oxalsäurelösung) 1 n
Äthansäure (Essigsäure) konz.
Äthansäure (Essigsäure) verd.
Äthanol (Äthylalkohol) 96%ig
Äthoxyäthan (Diäthyläther)
Äthyläthanat (Essigsäureäthylester)
Benzaldehyd
Benzin
Benzol
Butanol-(1) (*n*-Butylalkohol)
Diäthyläthandiat (Oxalsäurediäthylester)
Dimethylaminobenzol (Dimethylanilin)
Malachitgrünlösung etwa 0,01%ig
Methanal (Formaldehyd) 30···35%ig
Methanol (Methylalkohol)
Methansäure (Ameisensäure) konz.
Methylbenzol (Toluol)
Methylmethanat (Ameisensäuremethylester)
Natriumäthandiatlösung (Natriumoxalatlösung)
Nitrobenzol
Paraffinöl
Pentanol-(1) (*n*-Amylalkohol)
Phenol verflüssigt
Propanon (Azeton)
Propansäure (Propionsäure)
Propantriol-(1, 2, 3) (Glyzerin)
Sacharoselösung 10%ig
Seifenlösung alkoholisch (nach Boutron-Boudet)
Seifenlösung wäßrig
Sonnenblumenspeiseöl
Tetrachlormethan (Tetrachlorkohlenstoff)

Indikatoren und Reagenzien

Bleiäthanatpapier (Bleiazetatpapier)
Fehlingsche Lösung I
Fehlingsche Lösung II
Indikator M (125 mg Methylrot und 85 mg Methylenblau in 100 ml Methanol)
Kaliumjodidstärkepapier
Lackmuslösung
Lackmuspapier blau
Lackmuspapier rot
Methylorangelösung
Methylrotlösung
Phenolphthaleinlösung
Schiffs Reagens
Unitestlösung I
Unitestpapier

[1] Ackermann, G.: Einführung in die qualitative anorganische Halbmikroanalyse. VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Leipzig.

[2] Heyer, Charlotte: Schülerübungen im Chemieunterricht. Volk und Wissen Volkseigener Verlag, Berlin 1959.

[3] Keune, H.: Grundriß der allgemeinen Methodik des Chemieunterrichts. VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin 1963.

[4] Meyendorf, G.: Laborgeräte und Chemikalien. Volk und Wissen Volkseigener Verlag, Berlin 1965.

Ablage für Tropfer 31
Adsorbieren 52
Adsorption
— von Farbstoffen durch Aktivkohle 78
— von Gasen durch Aktivkohle 78
Aktivkohleadsorptionsrohre 31
Aktivkohle
—, Adsorption von Gasen 78
—, Darstellung 77
—, Entfärbung von Farbstofflösungen 78
Aluminium
—, amphoteres Verhalten 75
—, Ionen-Nachweis 75
—, Hydrolyse der Salze 76
Alkanale, Nachweis 159
Amalgamverfahren 113
Aminobenzol
—, Darstellung 146
—, Darstellung und Abtrennung durch Wasserdampfdestillation 148
Aminoplast, Darstellung 193
Ammoniak
—, Analyse, qualitativ 84
—, Darstellung aus den Elementen 82
—, Löslichkeit in Wasser 85
—, Nachweis in Ammoniumverbindungen 86
—, Springbrunnen 85
Ammoniumsulfat, Darstellung 87
amphoteres Verhalten des Aluminiums 75
Analyse
— des Wassers 64
— der Luft, quantitativ 59
analytische Experimente, Charakteristik 13
Apparate 43
Arbeitsoperationen 51···56
—, Trennen 51
Arbeitsschutzbestimmungen 23
Äthanal 157···159
—, Darstellung 142
—, Nachweis 160
Äthanol
—, Darstellung 140
—, Nachweis der Reduktionswirkung 149
—, Nachweis durch Jodoformprobe 150
—, Nachweis von Sauerstoff 152
—, Oxydation mit Kaliumdichromat 151
Äthansäure
—, Darstellung 165
—, Einwirkung auf Magnesium und Natriumkarbonat 165
Äthen
—, Darstellung 138
—, Eigenschaften 136
Äthin, Darstellung und Eigenschaften 141
Äthoxyäthan, Darstellung 164
Äthyläthanat, Darstellung 168
Aufbewahren 54
Aufsichtspflicht 23
Ausgleichrohre 27

Barium-Ionen, Nachweis 67
Bechergläser 31
Belehrungen der Schüler 23
Benzaldehyd, Nachweis 161
Benzol
—, Eigenschaften 143
—, Einwirkung von Brom und Baeyers Reagenz 144
—, Einwirkung konzentrierter Schwefelsäure 144
Benzolkarbonsäure
—, Darstellung 167, 168
Bildungs- und Erziehungsaufgaben chemischer Experimente 17···18
Biuretreaktion 181
Branntkalk, Löschen 69
Bromide, Nachweis durch Redoxreaktionen 109

Cannizzarosche Reaktion 168
Chemikalien 19, 20
—flaschen 32, 33

Chemikaliensatz 20···22
Chemieordnungsschüler 20
Chemieräume, Anforderungen an 19···22
Chemischer Vorgang 57
Chemisches Gleichgewicht 123
Chlor, Nachweis 134
Chlorwasserstoff, Darstellung und Nachweis 107

Dederonfäden, Spinnen 194
Demonstrationsexperiment
—, Einsatz 11
—, Vergleich Übungsexperiment 16
Denkfähigkeit 11
Destillation 52
Destillationsaufsatz 33
Destillieren eines Propanon-Methylbenzol-Gemisches 163
Destillierkolben (Apparat 13) 49
— für Rückflußdestillationen (Apparat 15) 50
Dihydroxybenzole, Nachweis der Reduktionswirkung 155
Drahtelektrode 33
Duroplast, Unterscheidung Thermoplast 194

Einsatzarten der Halbmikrotechnik im Chemieunterricht 16···19
Einsatzrohr zur Wasserdampfdestillation 34
Einteilung der Schulexperimente 13
Eisen(II)-sulfid, Darstellung 95
Eiweiß
—, Koagulation in Lösungen 181
—, Nachweis durch Biuretreaktion 181
—, Nachweis durch Xanthoprotein-Reaktion 181
Elektrodenhalter 34
Elektrolyse
— verdünnter Natriumhydroxidlösung 113
— verdünnter Salzsäure 111
— verdünnter Schwefelsäure 112
— von Kupfer(II)-chloridlösung 114
— von Natriumhydroxidlösung 116
— von Natriumsulfat 117
Elektrolytische Reinigung von Rohkupfer 115
Energieblock 20

Enthärten des Wassers
— durch Ionenaustauscher 72
— nach dem Kalk-Soda-Verfahren 72
Entzündbarkeit von Stoffen 61
Erdalkalimetalle, Reaktion mit Wasser 68
Erdalkalimetalloxide, Löslichkeit und Reaktion mit Wasser 68
Erdalkalimetallsulfate, Vergleich der Löslichkeit
Erkenntnisprozeß 17
Erlenmeyerkolben 34
Experimente, einfache 13
Extraktion von Öl aus Mohn
— bei Anwendung des Kreislaufprinzips 175
— im „einfachen Soxhletapparat" 173

Fetthärtung, katalytische 172
Fewa, Eigenschaften 180
Filmbilden 187
Filterröhrchen 34
Filtrieren 53
Filtrierstutzen 35
Flammen, Entstehung 61
Flammenfärbungen durch Erdalkalimetalle 66
Flammenschutzmittel, Wasserglas als 81
Flaschengestell 35
Flaschenständer 35
Fluoreszein, Darstellung 188
Fluorwasserstoff, Glasätzen 107
Fraktionierkolonne, einfache 154
Freiberger Mörser 39

Gasableitungsrohr 27
Gasbrenner 56
Gaseinleitungsrohr 27
Gasentwickler 43···46
Gaskammer 42
Gaswäscher 46···48
Gegenstromdestillation 153
Geräte 31···43
Gesetz von der Erhaltung der Masse 63
Gifte 23
Glas, Hydrolyse 82
Glasstäbe 28
Gleichgewicht, chemisches 123, 124
Glukose
—, Reaktion mit ammoniakalischer Silbernitratlösung (Tollenssche Probe) 184
—, Reaktion mit Fehlingscher Lösung 183

Glukose, Reaktion mit Kupfer(II)-sulfat und Natriumhydroxidlösung (Trommersche Probe) 183
Reaktion mit Schiffs Reagens 182
Gummidoppelgebläse 35

Halogene, Vergleich der Affinität zu Wasserstoff 103
Halbmikrogasentwickler 43…46
— einfacher (Apparat 1) 43
— mit nach oben gerichtetem Ausgleichrohr (Apparat 2) 45
— mit nach oben gerichtetem Gasableitungsrohr (Apparat 4) 45
— mit nach unten gerichtetem Ausgleichrohr und pneumatischer Wanne (Apparat 3) 45
— mit nach unten gerichtetem Gasableitungsrohr (Apparat 5) 46
Halbmikrogaskammer 42
Halbmikrogaswäscher 46…48
—, einfacher (Apparat 6) 46
— mit nach oben gerichtetem Ausgleichrohr am Gaseinleitungsrohr (Apparat 9) 47
— mit nach oben gerichtetem Ausgleichrohr am seitlichen Ansatzrohr (Apparat 8) 47
— mit nach unten gerichtetem Ausgleichrohr am Gaseinleitungsrohr (Apparat 10) 48
— mit nach unten gerichtetem Ausgleichrohr am seitlichen Ansatzrohr und pneumatischer Wanne (Apparat 7) 47
— mit Verbrennungsrohr (Apparat 12) 49
Halbmikrokochgläser 36
Halbmikrokondensationsvorlage (Apparat 11) 48
Halbmikroreagenzgläser 36
Halbmikrostandflaschen 32
Halbmikrostativ 41
Halbmikrotechnik
—, Charakteristik für den Bereich des Chemieunterrichts 11…13
—, Definition 12, 13
—, Einsatzarten im Chemieunterricht 16…19
—, Einsatz im Chemieunterricht 11…23
—, pädagogisch-methodische Bedeutung 14…16
—, technische Grundlagen 27…56
—, Vergleich der Substanzmengen 12
Halbmikrotechnik, Vorzüge 14…16
Halbmikrotropfer 28…29
Hornspatel 29
Hydrolyse
—, Aluminiumsalze 76
—, Ammoniumchloridlösung 126
—, Natriumkarbonatlösung 125
—, Glas 82

Instrumentarium 19, 20, 21, 22, 27…50
Instrumente 27…30
Ionenaustauscher 72
Ionenwanderung im elektrischen Feld 118

Jodide, Nachweis durch Redoxreaktionen 109
Jodoformprobe 150

Kalium-Ionen, Nachweis 66
Kalkgehalt von Bodenproben, quantitative Bestimmung 74
Kalk-Soda-Verfahren 72
Kalziumhydrogenkarbonat
—, Darstellung 71
—, Zersetzen durch Erhitzen 71
Kalzium-Ionen, Nachweis 67
Karbonate, Nachweis neben Sulfiten 100
Katalysatorwirkung, Nachweis 60
Kenntnisse, dauerhafte 11
Kieselsäure 80
Klassenunterricht 11, 17
Kochgläser 36
Kohlendioxid, Reduktion durch Kohlenstoff 79
Kohlenmonoxid, Darstellung und Eigenschaften 79
Kohlensäurediamid, Einwirkung von Natriumhydroxidlösung 182
—, Nachweis mit Salpetersäure 182
Kohlenstabelektroden 37
Kohlenstoff
— als Reduktionsmittel 77
—, Nachweis in organischen Verbindungen 133
komplizierte Experimente 13
Kondensationsvorlage 49
Kracken 140
Kristallisierschale 37

Lehrerdemonstrationsexperimente 16, 19
Lehrerexperimente 16

Lehr-Übungs-Raum 19
Leitfähigkeit
—, Abhängigkeit von der Verdünnung 111
— gleichkonzentrierter Säuren und Basen 110
— von Flüssigkeiten und Lösungen 109
— von Schmelzen 120
Leitfähigkeitsprüfer 110
Lokalelemente, Bildung 119
Luft, quantitative Analyse 59

Makrotechnik 11, 12
Malachitgrün, Darstellung 188
Massezunahme, beim Verbrennen von Metallen 59
Meßzylinder 37
Methan, Darstellung 135
Methanal, Darstellung 156
Methansäure
—, Einwirkung auf Magnesium und Natriumkarbonat 165
—, Reduktionswirkung 164
Methylbenzol, Einwirkung von Baeyers Reagens 145
Methylmethanat, Verseifung von 169
Mikrotechnik 12
Monobromäthan 153

Natriumbenzolsulfonat, Darstellung 145
Nitrate
—, Erhitzen 91
—, Nachweis 91
Natriumäthandiat, Darstellung 166
Natriumphenolat, Darstellung und Rückgewinnung von Phenol 155
Nitrobenzol, Darstellung 146

Objektträger 37

PC-Faden, Spinnen 191
Phenol, Nachweis 155
Phenolphthalein, Darstellung 189
Phenoplast, Darstellung 192
Phosphat-Ionen, Nachweis 94
Physikalischer Vorgang 57
Pinzetten 29
Polreagenzpapier, Herstellung und Anwendung 117
Polyäthylen, Eigenschaften 190
Polyester, Darstellung 194
Polykondensation von Kohlensäurediamid und Methanal 193
Polyvinylchlorid, Eigenschaften 191
Präparative Experimente, Charakteristik 14
Programmierter Unterricht 16
Propanon, Darstellung und Nachweis 161

Quantitative Analyse 129···132

Raffination von Rohkupfer 115
Reagenzgläser 36, 37
— mit seitlichem Ansatzrohr 38
Reagenzglasbürsten 29
Reagenzglasgestelle 38
Reagenzglashalter 30
Reagenzglasständer 39
Reaktionsgeschwindigkeit
—, Einfluß von Katalysatoren 122
—, Nachweis der Abhängigkeit von der Konzentration 120
—, Nachweis der Abhängigkeit von der Temperatur 121
Reaktionskolben (Apparat 14) 49
Reaktionswärme beim Löschen von gebranntem Kalk 69
Reduktion
— von Blei(II)-oxid durch Metalle 63
— von Eisen(III)-oxid und Zinkoxid durch Metalle 64
— von Kohlendioxid durch Kohlenstoff 79
— von Kupfer(II)-oxid durch Metalle 62
— von Kupfer(II)-oxid durch Wasserstoff 65
— von Metalloxiden durch Kohlenstoff 77
Reduktionsrohre 39
Reibschalen 39
Resitharz, Darstellung 193
Rundkolben 40

Sacharose
—, Inversion 185
—, Reaktion mit Fehlingscher Lösung 185
Salpetersäure
—, Darstellung nach dem Ostwaldverfahren 96
—, Einwirkung auf Kupfer 92
—, Nachweis 91

Salpetersäure, Einwirkung auf Kohlensäurediamid 192
salpetrige Säure, Einwirkung auf Kohlensäurediamid 93
Sauerstoff, Darstellung und Eigenschaften 60
Schülerdemonstrationsexperimente 16, 19
Schülerexperimente
—, Arten 16
—, Bedeutung 11
—, einfache 13
—, Einteilung 13···14
—, Einsatz nach der Halbmikrotechnik 12
—, Einsatz nach der Makrotechnik 11
—, entwickelnd-erarbeitend 18
—, festigend-vertiefend 18
—, getrennt-gemeinschaftlich 18
—, komplizierte 13
Schülerübungsexperimente
— in gleicher Front 18
— in regelloser Arbeitsweise 18
—, vertiefend und bestätigend 18
—, wiederholend und übend 18
Schwefel
—, Erhitzen 94
—, Löslichkeit 94
—, Nachweis in organischen Verbindungen 135
Schwefeldioxid
—, Darstellung und Nachweis 98
—, Reduktionswirkung 99
Schwefelkristalle 95
Schwefelsäure
—, Darstellung nach dem Bleikammerverfahren 103
—, Darstellung nach dem Kontaktverfahren 101
—, Reaktionen der verdünnten und der konzentrierten 105
Schwefelwasserstoff, Darstellung aus Schwefel und Paraffin 97
Schwefelwasserstoffwasser, Darstellung und Eigenschaften 96
Schweizers Reagens 187
Seife
—, Aussalzen aus einer wäßrigen Lösung 177
—, Bildung von Kalkseife in hartem Wasser 179
—, Darstellung nach dem Karbonatverfahren 177
Seife, Darstellung nach dem Laugenverfahren 176
—, Hydrolyse der Kernseife 178
—, Vergleich der Eigenschaften von Seifen- und Waschmittellösungen 179
—, Waschwirkung 178
Siedeverzug 56
Sodaauszug 129
Soxhletapparat, einfacher 173
Spiritusbrenner 41
Spritzflasche 41
Ständer für Halbmikrokochgläser 40
Standflaschen mit Gewindekappe 32
Standflaschen mit Kegelschliff 32
Stärke
—, Einwirkung von Salzsäure 186
—, Nachweis 186
Stativmaterial 40
Stickstoff, Nachweis in organischen Verbindungen 134
Stofftransportieren (Luft, Flüssigkeiten) 55
Sulfite
—, Nachweis 99
—, Nachweis neben Karbonaten 99

Tablett 22
Tamponträger 30
Thermoplast, Unterscheidung Duroplast 194
Thermoskop 69
Technologische Experimente, Charakteristik 14
Tiegelzangen 30
Titration 126
—, Hydroxidlösung 128
—, Säure 128
Tollensche Probe 184
Trennen 51···53
Trockengel, Erhitzen 81
Trommersche Probe 183
T-Stücke 30
Tüpfelplatte 42

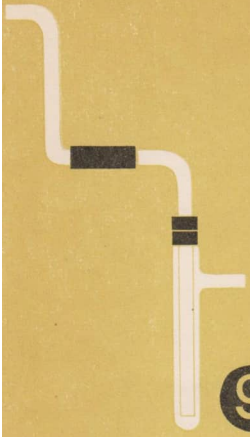
Übungsexperiment, Vergleich Demonstrationsexperiment 16
Übungsunterricht 11, 17
Uhrglasschale 42
Ultramikrotechnik 12
Unfallschutz 22, 23
Unfallverhütung 14, 15, 22

Verbrennen
—, Rolle der Luft 58
— von Metallen 57
— von Nichtmetallen 58
Verbrennungsrohr 42
Vereinigen (Mischen, Auflösen) 53
Verfahren 12
Verseifung
— von Äthyläthanat 170
— von Diäthyläthandiat 171
— von Methylmethanat 169
Vertiefung 17, 18
verwebendes Verfahren 17, 19

Wärmeübertragen 55, 56
Waschmittel, Eigenschaften von Fewa 180
Wasser, Analyse 64
Wasserbad 31, 34, 56
Wasserdampfdestillation 34
— von Aminobenzol 148
— von Methylbenzol 146
Wasserglas als Flammenschutzmittel 81
Wasserglas, Darstellung 80
Wasserstoff
—, Nachweis in organischen Verbindungen 133
—, Reduktionswirkung 65
Wärmeübertragen 55
Weichmacher, Wirkung 191
Wiederholung 17
Winkelrohre 30

Xanthoproteinreaktion 181

Zellulose, Lösen in Schweizers Reagens 187

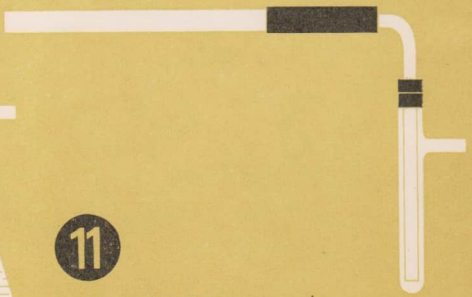


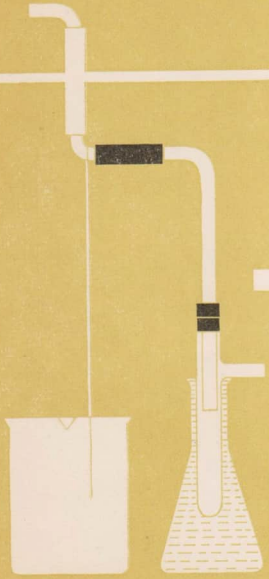
10 Halbmikrogaswäscher mit nach unten gerichtetem Ausgleichrohr am Gaseinleitungsrohr



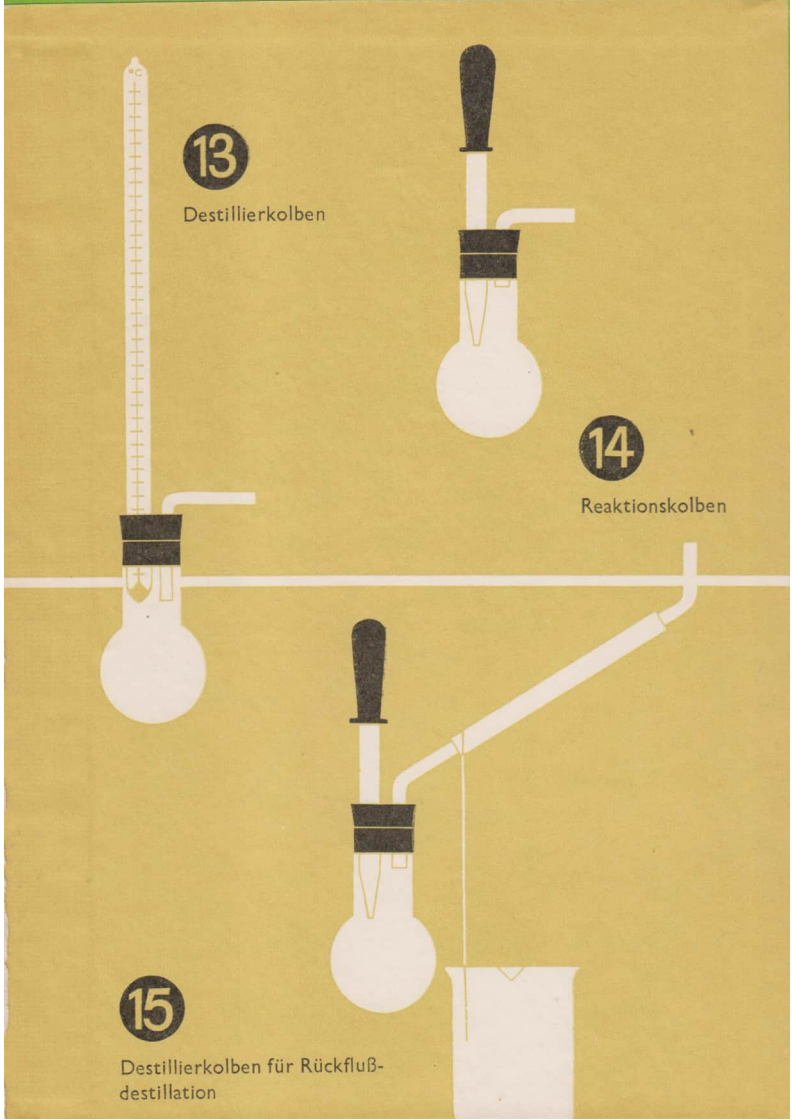
9 Halbmikrogaswäscher mit nach oben gerichtetem Ausgleichrohr am Gaseinleitungsrohr

12 Verbrennungsrohr mit Halbmikrogaswäscher





11 Halbmikrokondensationsvorlage



13

Destillierkolben

14

Reaktionskolben

15

Destillierkolben für Rückfluß-
destillation

032105-3
6,–