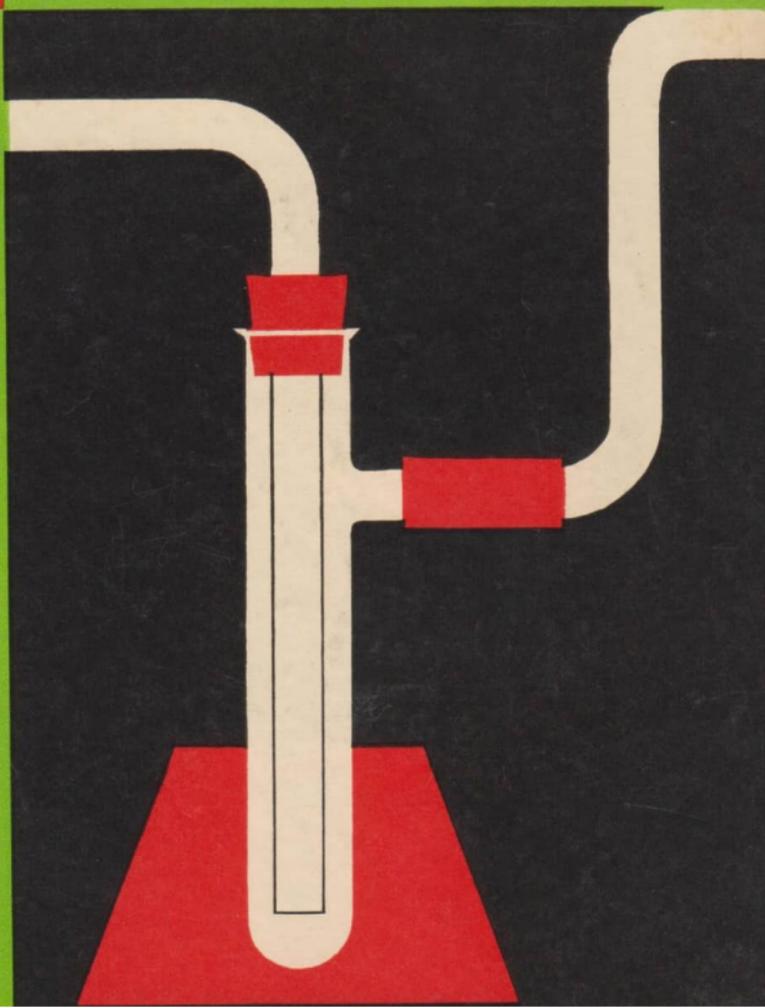


KEUNE/KUHNERT

TEIL 4

CHEMISCHE SCHULVERSUCHE



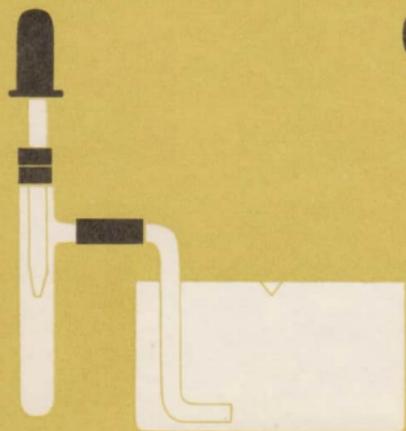
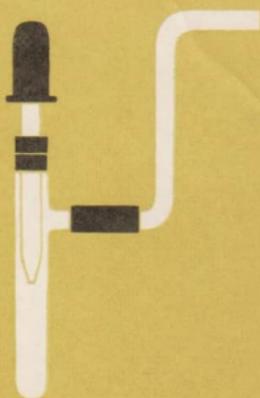


1

Halbmikrogasentwickler

2

Halbmikrogasentwickler mit nach oben gerichtetem Ausgleichrohr



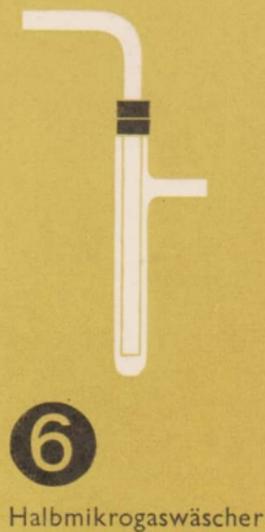
3

Halbmikrogasentwickler mit nach unten gerichtetem Ausgleichrohr und pneumatischer Wanne

4

Halbmikrogasentwickler mit nach oben gerichtetem Gasableitungsrohr





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,-

Vorwort	7
-------------------	---

Allgemeiner Teil

1. <i>Einsatz der Halbmikrotechnik im Chemieunterricht</i>	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. <i>Technische Grundlagen der Halbmikrotechnik</i>	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. Arbeitsoptionen	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. <i>Chemische Experimente aus dem Bereich der anorganischen Chemie</i>	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.	<i>Chemische Experimente aus dem Bereich der organischen Chemie</i>	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 einzu beziehen 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 abieht.

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 spezifische 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 Trennungsv erfahren 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

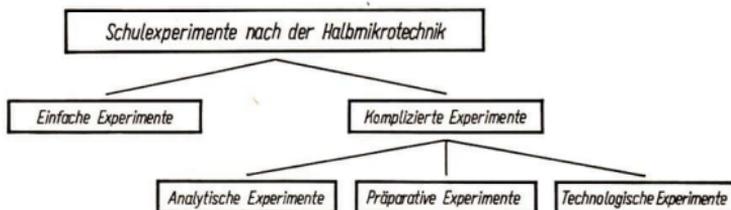


Abb. 1 Einteilung der Schulexperimente

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 Wasserzuluß- 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 heranzureichen. 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 die 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.

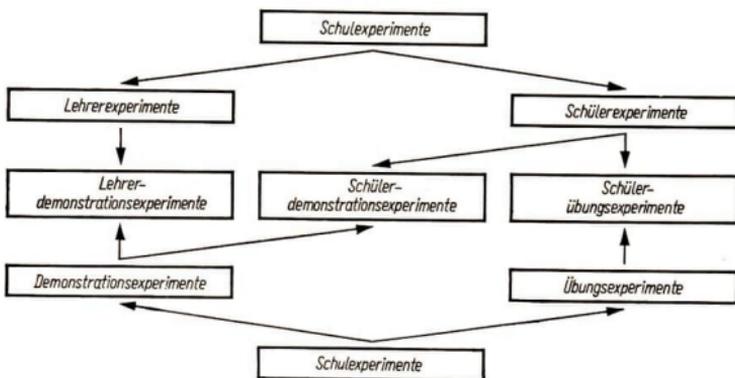


Abb. 2 Arten der Schulexperimente

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 eingengt, 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 Schalexperimente 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 entbehren bisher einer breiten experimentallpraktischen 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 *Lehrübungs-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 Stromleitungen an die Arbeitstische der Schüler verzichtet werden. Es ist auch keineswegs erforderlich, daß von Anfang an für Schülerübungsexperimente nach der Halbmikrotechnik komplette Instrumentarium 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 Schülerarbeits-tischen 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 Nummerierung 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 Schülerarbeits-tische 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 Reagenzglas-gestell. Das übrige Instrumentarium findet in einem Kasten mit folgenden Abmessungen Platz: 300 mm \times 100 mm \times 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-

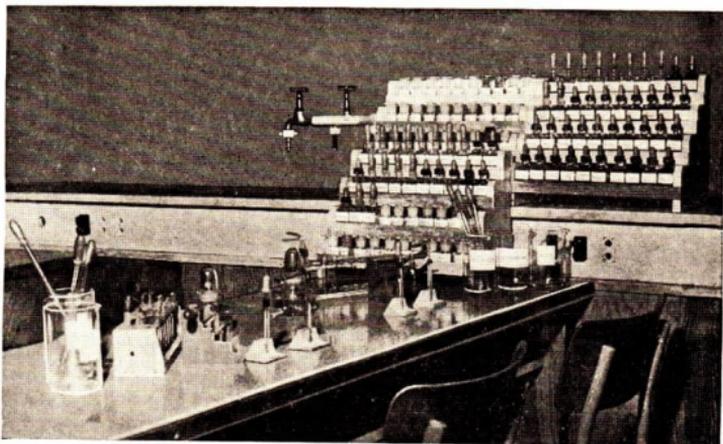


Abb. 3 Schülerarbeitsplatz

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 Schülerarbeits-tische 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 Tablett 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 Unterrichts-räumen, in denen sich Tische mit ebenen Platten befinden, halbmikrotechnische Schülerexperimente nach dem verwehenden Verfahren einzusetzen.

- Die Aufbewahrung der Chemikalien und des Instrumentariums kann auch so organisiert werden, daß man die Instrumentariensätze wie beschrieben auf Tablett 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.

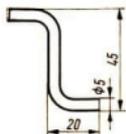


Abb. 4 Ausgleichrohr

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.

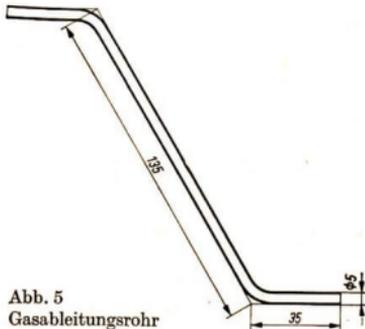


Abb. 5
Gasableitungsrohr



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 flüssiger 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.

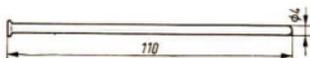


Abb. 7 Glasstab

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 $6,5 \pm 0,5$ 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

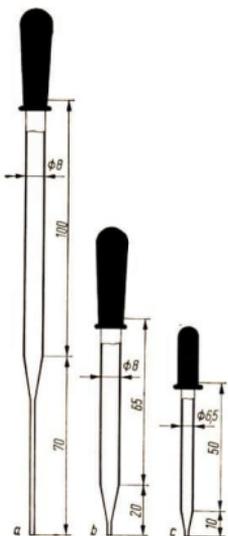


Abb. 8 Halbmikro-Tropfer
a) Typ A; b) Typ B; c) Typ C

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.

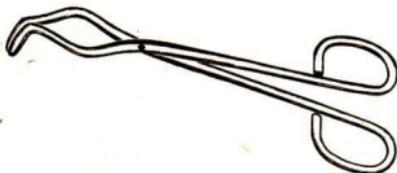


Abb. 14 Tiegelzange

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 148 a) 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.

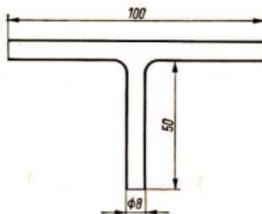


Abb. 15 T-Stück

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

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 Aktivkohle-adsorptionsrohre verwendet werden.

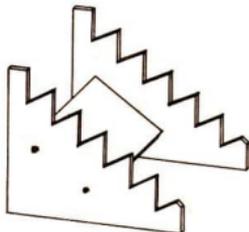


Abb. 17 Ablage für Tropfer

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 Aktivkohle-adsorptionsrohr

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 haltet 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.

Festsbstanzen 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 verdreht (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.

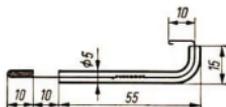


Abb. 23 Drahtelektrode

Einsatzrohre zur Wasserdampfdestillation werden zusammen mit dem Destillationsaufsatz eingesetzt (\nearrow 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).

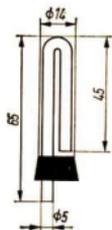


Abb. 24 Einsatzrohr zur Wasserdampfdestillation

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.

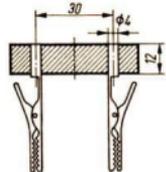


Abb. 25 Elektrodenhalter

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 gehalten (\nearrow 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 (\nearrow 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 (\nearrow 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.

Filterstutzen (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. Filterstutzen können den Abfluß und gegebenenfalls auch die Wasserzuleitung am Arbeitsplatz der Schüler ersetzen. Die Wasserzuleitung wird durch einen mit Leitungswasser gefüllten Filterstutzen 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

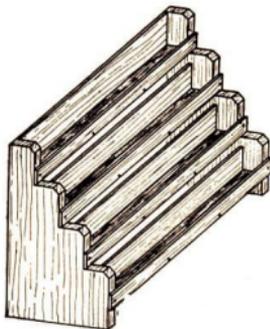


es zweckmäßig, einen mit destilliertem Wasser gefüllten Filterstutzen zum Nachspülen der Halbmikro-Tropfer bereitzustellen.

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

Abb. 28 Filterstutzen

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 Schülerarbeits-tische 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).

Gummidoppelgläser (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.

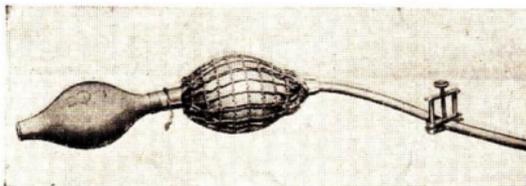


Abb. 31
Gummidoppelgebläse
mit
Schraubquetschhahn

Halbmikro-Kochgläser benutzt man zum Einengen von Lösungen bis zur Trockne. Sie bestehen aus Gerätéglass 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 Gas auffanggeräte vorher aus der Kristallisierschale entnommen werden.

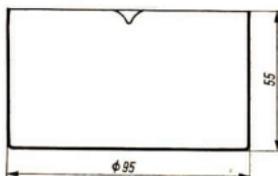


Abb. 35 Kristallisierschale

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 $\frac{1}{10}$ 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 \times 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 \times 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 \times 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)

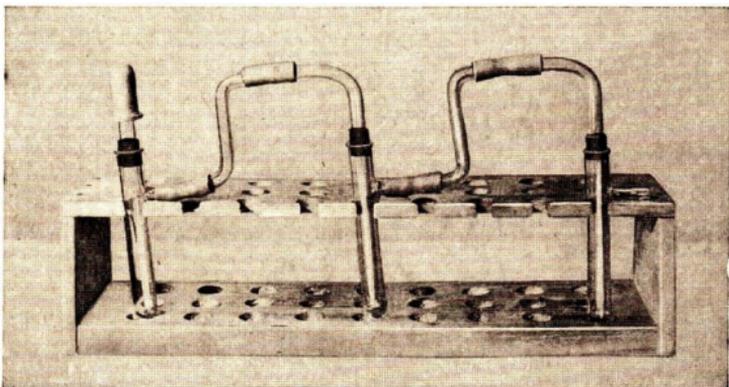


Abb. 39 Halterung einer Apparatur im Reagenzglasgestell

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 Versuchsanlagen benutzt werden.

Die Reagenzglasständer (Abb. 40 a) 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. 40 b). 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.

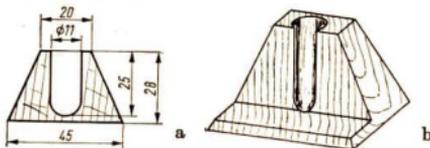


Abb. 40 Reagenzglasständer
a) Bemaßung; b) angeschnitten



Abb. 41 Reduktionsrohr

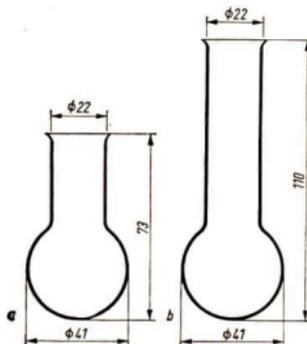
Reduktionsrohre (Abb. 41) benötigt man zur Reduktion von Metalloxiden mit Wasserstoff und zur anderweitigen Umsetzung von Feststoffen mit Gasen. Sie werden aus Jenaer Glasrohr mit einem äußeren Durchmesser von 5...6 mm angefertigt.

Reibschalen. Für halbmikrotechnische Arbeiten benutzt man am besten den Freiburger 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. Vergleichlichen mit größeren Reibschalen hat der Freiburger Mörser den Vorteil, daß geringe Substanzmengen nach dem Zerkleinern oder Mischen leicht und vollständig wieder entfernt werden können.



Abb. 42 Freiburger 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 Über-



destillieren 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-Kurzhalrundkolben ohne Schliff (Abb. 43a) nach TGL 10099. Für einige organisch-chemische Experimente ist der Einsatz von 25-ml-Langhalrundkolben ohne Schliff (Abb. 43b) nach TGL 10097 günstig.

Abb. 43 Rundkolben

- a) weithalsiger Kurzhalrundkolben ohne Schliff;
b) Langhalrundkolben 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.

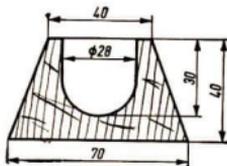


Abb. 44 Ständer für Halbmikro-Kochgläser

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 Stativklappen 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 *Stativklappen* kann man in vielen Fällen Bürettenhalter benutzen. Man kann aber auch den Stiel eines Reagenzglasalters 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 gehalten werden. Man muß sie

Abb. 45 a) Stativ mit Reagenzglasalter als Stativklemme

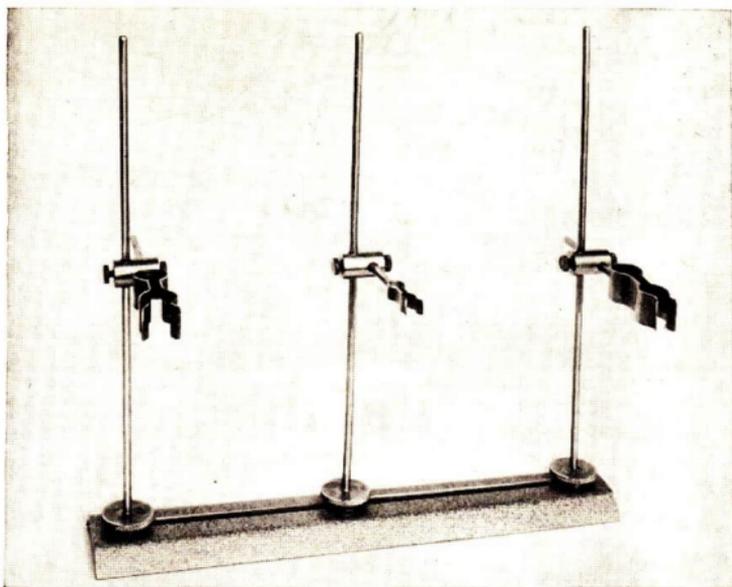


Abb. 45 b) Halbmikro-Stativ

dabei nach Möglichkeit etwas schräg einspannen, um ein Versengen des Reagenzglashalters zu vermeiden.

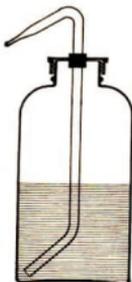
Am besten geeignet ist jedoch das von W. Kuhn entwickelte Stativ für halbmikrotechnische Arbeiten (Abb. 45 b). Es ist mit zwei Arten von Stativklammern ausgerüstet, einer für Halbmikro-Reagenzgläser und die davon abgeleiteten Apparate und einer zweiten für Rundkolben und die entsprechenden Apparate. Vorteilhaft ist, daß im Gegensatz zu den Makrostativen die Halterung der Geräte und Apparate in den Stativklammern 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 Versuchsanordnungen 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.

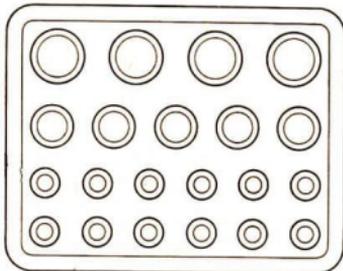


Darüber hinaus steht mit den Spritzflaschen das destillierte Wasser zum Nachspülen bestimmter Geräte und Apparate auch in größeren Mengen schnell zur Verfügung. Am besten sind Spritzflaschen mit einem Inhalt von 100 ml oder 250 ml.

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 Filterpapier 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 dünn glattgeschmolzene Verbrennungsrohre aus Normalglas (Biege-

rohr), Supremaxglas oder Quarz mit den Abmessungen 120 mm \times 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.

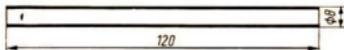


Abb. 50 Verbrennungsrohr

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 \times 9,5 mm) aufgesetzt (Abb. 51 a). Der einfache Halbmikro-Gasentwickler wird in einem Reagenzglasständer oder in einem Reagenzglasgestell gehalten.

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 \times 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. 51 b). 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 Versuchsanordnung ein und will man die erzeugten Gase hindurchdrücken, so muß man für einen Druckausgleich sorgen (Abb. 51 c). Die Handhabung dieses Apparates wird damit für die Schüler noch komplizierter. Die beschriebenen Schwierigkeiten treten beim Gebrauch eines Halbmikro-

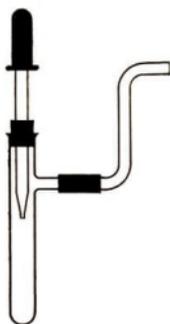
Gasentwicklers nicht auf, weil durch das Zusammendrücken des Sifonsaugers der Innendruck jederzeit zu überwinden ist.

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 gehalten.



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 Versuchsanordnung vermieden, die vorliegen würde, wenn das Gaseinleitungsrohr direkt an den seitlichen Ansatz des Halbmikro-Gasentwicklers angeschlossen wäre. Das hätte eine wenig übersichtliche Versuchsanordnung 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.

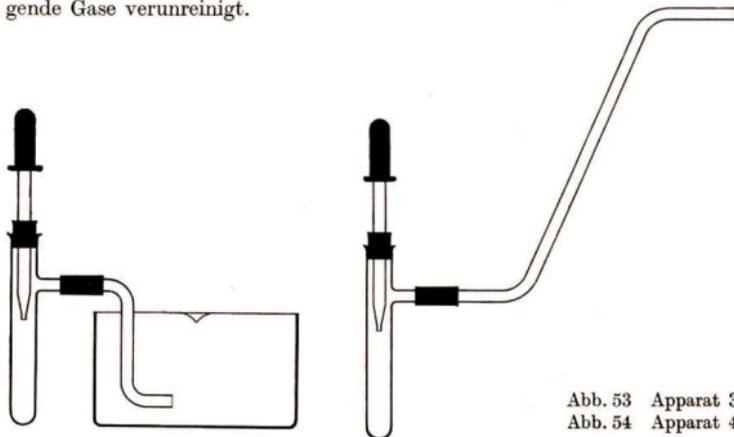


Abb. 53 Apparat 3

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.

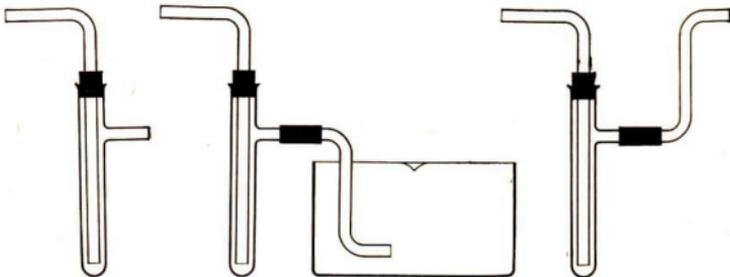


Abb. 56 Apparat 6

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 Kristallschale 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 gehalten 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.

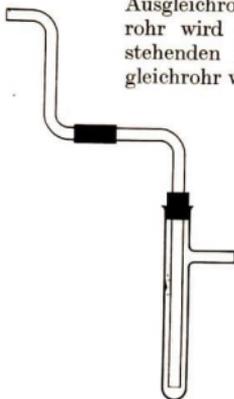


Abb. 59 Apparat 9

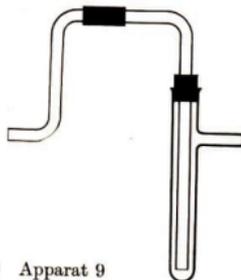


Abb. 60 Apparat 10

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 Filtrierpapiers. 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.

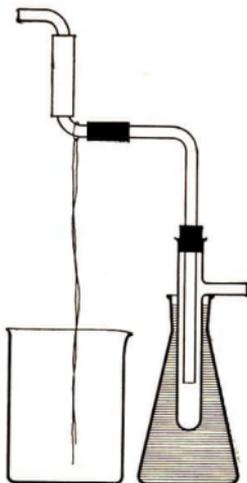


Abb. 61 Apparat 11

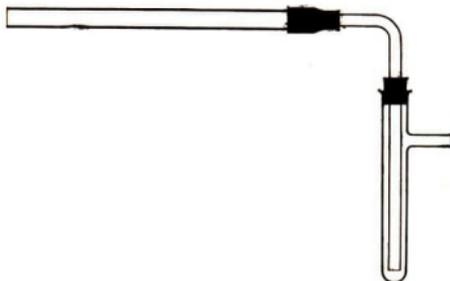


Abb. 62 Apparat 12

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).

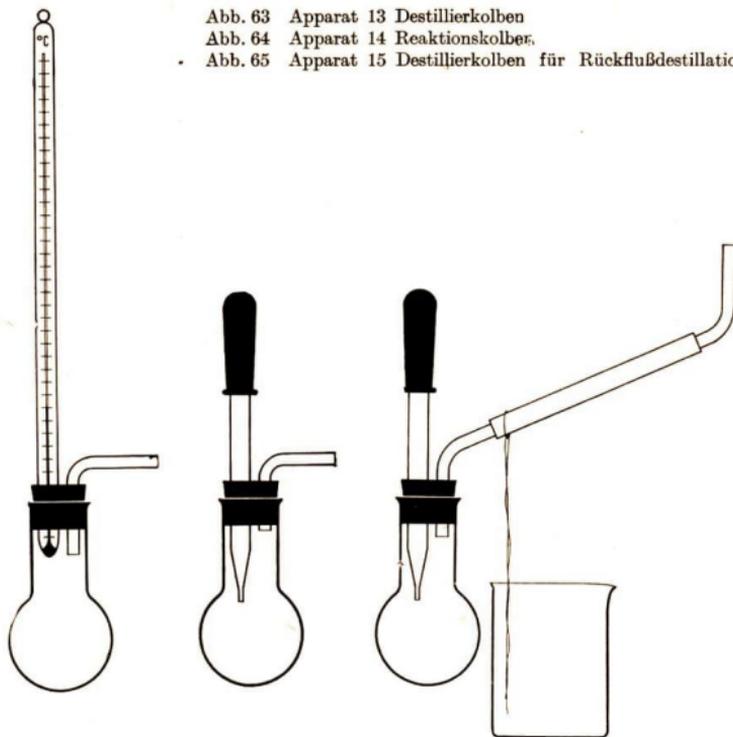
Als Destillierkolben dient ein 25-ml-Rundkolben mit passendem zweifach durchbohrtem Stopfen nach TGL 16534. Je nach der Art des Experiments benutzt man Kurzhals- oder Langhalsrundkolben. Wenn keine Rundkolben zur Verfügung stehen, können an ihrer Stelle auch 25-ml-Erlenmeyerkolben verwendet werden. Durch 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 Rückflußdestillation 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.

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 Schalexperimenten 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 Schalexperimenten 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 angeedrückt. 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 Reagenzglasänder, 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. <i>Vorsicht!</i> Beim Erhitzen von Magnesiumgrieß darf nur eine Spatelspitze verwendet werden! Magnesiumpulver (fein oder extrafein) ist für diesen Versuch ungeeignet!
Instrumentarium	Magnesiumrinne, Uhrglasschale, Spatel, Pinzette, Asbestdrahtnetz, Brenner
Chemikalien	Magnesiumgrieß (Magnesiumspäne), Zink pulv., Eisen pulv., Blei granuliert, Kupfer pulv.
Durchführung	Auf dem Ende einer Magnesiumrinne 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 Uhr-glasschale, 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 Magnesiumrinne, Spatel, Brenner

Chemikalien Schwefel subl., Holzkohle pulv.

Durchführung Eine Spatelspitze sublimierter Schwefel oder Holzkohlepulver wird auf dem Ende einer Magnesiumrinne 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 Kupferrollchen, indem man sie mit einer Tiegelflange 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 Uhr-glasschale gelöscht werden! Kupferblech an Stelle von Kupfernetz zu verwenden ist nicht günstig.

Instrumentarium Halbmikro-Reagenzglas mit Stopfen, Reagenzglashalter, Brenner, Asbestdrahtnetz, Tiegelflange

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 Kupferrollchens im Glas 2...3 min erhitzt. Anschließend erhitzt man das Röllchen in der ganzen 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 eingetropfelt (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	Magnesiumrinne, 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 Magnesiumrinne 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

Magnesiumrinne, Spatel, Brenner

Chemikalien

Kerzenmasse (Hartparaffin), Braunkohle pulv., Sägespäne

Durchführung

Die Substanzen werden nacheinander untersucht. Auf das Ende einer Magnesiumrinne 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 Magnesiumrinne 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 „Flammpunkttemperatur“ 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, Freiburger 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:



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:



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:



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, Freiburger 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 Freiburger 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:



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:



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



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	<i>Vorsicht!</i> 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: $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 3\text{Zn} \rightarrow 2\text{Fe} + 3\text{ZnO}$ $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 3\text{Mg} \rightarrow 2\text{Fe} + 3\text{MgO}$ Das Reaktionsgemisch aus Zinkoxid und Magnesium glüht auf. Es bildet sich im Reagenzglas ein Zinkbeschlag: $\text{ZnO} + \text{Mg} \rightarrow \text{Zn} + \text{MgO}$

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 trinkt man den Sand so mit Wasser, daß die

darüber befindliche Glaswandung nicht benetzt wird. In die Mitte des waagrecht 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 Uhrglaschale.

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



Die Wasserstoffflamme am Reduktionsrohr erlischt bei einsetzender Reaktion.

3.2. Experimente zu den Elementengruppen

3.2.1. Alkalimetalle

Nachweis der Kalium-Ionen

17

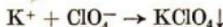
Zielstellung Die Schüler üben das Ausführen und Auswerten analytischer Reaktionen.

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:



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 Magnesiarrinnen, Spatel, Brenner

Chemikalien Kalziumchlorid, Strontiumchlorid, Bariumchlorid, Salzsäure konz.

Durchführung Eine Spatelspitze der zu untersuchenden Substanz wird auf dem ausgeglühten Ende einer Magnesiarrinne 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 Reagenzglasstände, 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: $\text{CaCl}_2 + \text{Na}_2\text{CO}_3 \rightarrow \text{CaCO}_3\downarrow + 2\text{NaCl}$ $\text{Ca}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} \rightarrow \text{CaCO}_3\downarrow$
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: $\text{CaCl}_2 + \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \rightarrow \text{CaC}_2\text{O}_4\downarrow + 2\text{HCl}$ $\text{Ca}^{2+} + \text{C}_2\text{O}_4^{2-} \rightarrow \text{CaC}_2\text{O}_4\downarrow$

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: $\text{BaCl}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{BaSO}_4\downarrow + 2\text{HCl}$ $\text{Ba}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} \rightarrow \text{BaSO}_4\downarrow$ $\text{BaCl}_2 + \text{Na}_2\text{CO}_3 \rightarrow \text{BaCO}_3\downarrow + 2\text{NaCl}$ $\text{Ba}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} \rightarrow \text{BaCO}_3\downarrow$ $\text{BaCl}_2 + \text{K}_2\text{CrO}_4 \rightarrow \text{BaCrO}_4\downarrow + 2\text{KCl}$ $\text{Ba}^{2+} + \text{CrO}_4^{2-} \rightarrow \text{BaCrO}_4\downarrow$

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. $\text{Mg} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{MgO} + \text{H}_2\uparrow$ Kalzium reagiert bereits bei Raumtemperatur und besonders in der Hitze lebhaft mit Wasser. Es entweicht Wasserstoff, der durch die Brennprobe nachgewiesen wird: $\text{Ca} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ca(OH)}_2 + \text{H}_2\uparrow$ Das Kalziumhydroxid scheidet sich teilweise in Form von weißen Flocken ab.

Löslichkeit und Reaktion von Erdalkalimetalloxiden mit Wasser

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): $\text{CaO} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ca}(\text{OH})_2$
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

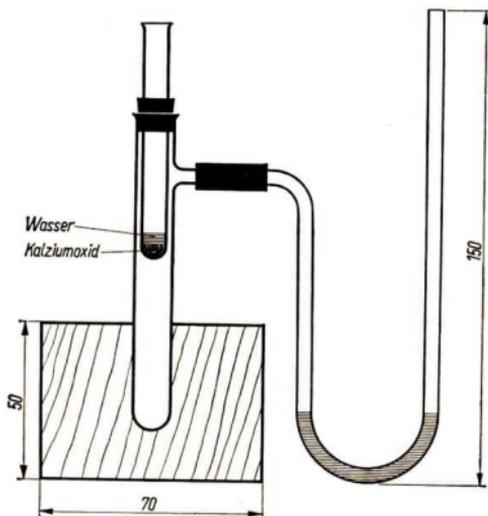


Abb. 66 Thermoskop

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

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:
	$\text{Mg}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} + \text{Ca}^{2+} \rightarrow \text{CaSO}_4 \downarrow + \text{Mg}^{2+}$
	$\text{Ca}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} + \text{Sr}^{2+} \rightarrow \text{SrSO}_4 \downarrow + \text{Ca}^{2+}$
	$\text{Sr}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} + \text{Ba}^{2+} \rightarrow \text{BaSO}_4 \downarrow + \text{Sr}^{2+}$

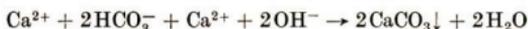
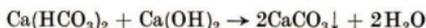
Zielstellung	Die Schüler fällen aus Kalziumhydroxidlösung Kalziumkarbonat aus und weisen nach, daß sich der Niederschlag bei längerer Einwirkung von Kohlendioxid löst.
Instrumentarium	Apparat 2, Apparat 6, 2 Reagenzglasständer, Spatel, Aktivkohleadsorptionsrohr
Chemikalien	Kalziumkarbonat, Salzsäure 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: $\text{CaCO}_3 + 2\text{HCl} \rightarrow \text{CaCl}_2 + \text{H}_2\text{CO}_3$ $\text{H}_2\text{CO}_3 \rightarrow \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2 \uparrow$ <p>Das Kohlendioxid als Anhydrid der Kohlensäure reagiert mit dem Kalziumhydroxid. Dabei entsteht ein Niederschlag:</p> $\text{Ca}(\text{OH})_2 + \text{CO}_2 \rightarrow \text{CaCO}_3 \downarrow + \text{H}_2\text{O}$ <p>Der Niederschlag löst sich bei längerem Einleiten von Kohlendioxid wieder:</p> $\text{CaCO}_3 + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ <p>Es entsteht Kalziumhydrogenkarbonat.</p>

Zersetzen des Kalziumhydrogenkarbonats durch Erhitzen

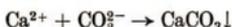
27

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: $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2 \rightarrow \text{CaCO}_3 \downarrow + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2$ <p>Kalziumhydrogenkarbonat ist im Leitungswasser vorhanden. Zusammen mit anderen Verbindungen verursacht es die temporäre Härte des Wassers. Beim Erhitzen fällt Kalziumkarbonat (Kesselstein) aus.</p>

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:



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



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

Enthärten des Wassers durch Ionenaustauscher

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. <i>Vorsicht!</i> 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 Aufschlammung 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.

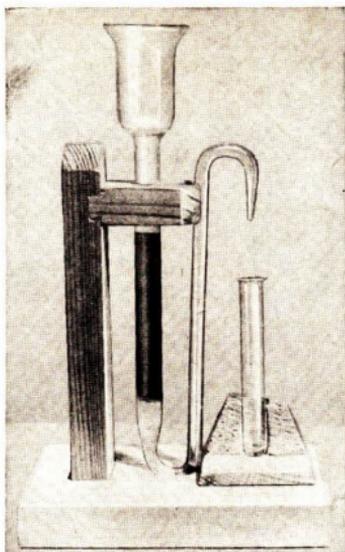


Abb. 67 Ionenaustauscherrohr
im Holzgestell

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

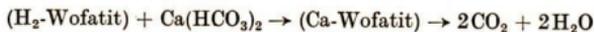
Chemikalien Wofatit F, Glaswolle, destilliertes Wasser, Kalziumhydrogenkarbonatlösung, Natriumäthandiat-(Natriumoxalat-)lösung, Salzsäure verd., alkoholische Seifenlösung, Un­testpapier, Ammoniaklösung konz.

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:



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



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



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

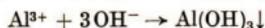
Zielstellung Die Schüler lernen eine analytische Nachweisreaktion auf Aluminium-Ionen kennen. Sie werden in die Theorie der Puffergemische eingeführt.

Instrumentarium Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasstände, Spatel, Glasstab

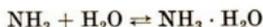
Chemikalien Aluminiumsulfatlösung 1 n, Ammoniumchlorid, Ammoniaklösung verd.

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:



Ammoniak reagiert mit dem Wasser entsprechend den Gleichungen:



Wendet man auf dieses Gleichgewicht das Massenwirkungsgesetz an,

$$\frac{[\text{NH}_4^+] \cdot [\text{OH}^-]}{[\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}]} = K_D,$$

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.

Amphoterer Verhalten des Aluminiums

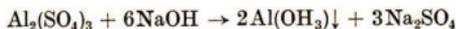
Zielstellung Der Nachweis der amphoterer Eigenschaften des Aluminiumhydroxids und des Aluminiums wird erbracht, und es wird erläutert, worauf das amphoterer Verhalten zurückzuführen ist.

Instrumentarium a Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasstände, Glasstab

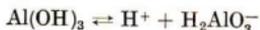
Chemikalien a Aluminiumsulfatlösung 1 n, Natriumhydroxidkonz.

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 Natriumhydroxidkonz. einen Niederschlag, der sich im Überschuß der Hydroxidkonz. löst:



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:



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.

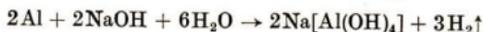
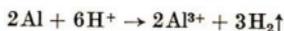
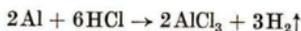


Instrumentarium b 2 Halbmikro-Reagenzgläser, Spatel, Brenner, 2 Reagenzglasständer, Reagenzglashalter

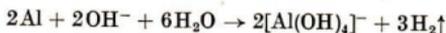
Chemikalien b Aluminiumgrieß, Salzsäure verd., Natriumhydroxidlösung verd.

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:



Natrium-tetrahydroxoaluminat



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 Universaltestpapier 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, Freiburger 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.

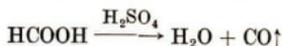
Zielstellung	Die Schüler reduzieren Kohlendioxid mit Kohlenstoff und weisen die Brennbarkeit des entstandenen Kohlenmonoxids nach.
Bemerkungen	<i>Vorsicht!</i> Kohlenmonoxid ist sehr giftig!
Instrumentarium	Apparat 1, Verbrennungsrohr, Ausgleichrohr, Kristallisierschale als pneumatische Wanne, Halbmikro-Reagenzglas mit Stopfen, Brenner, Halbmikro-Tropfer, Freiburger 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: $\text{CO}_2 + \text{C} \rightarrow 2\text{CO}$ 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	<i>Vorsicht!</i> 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:



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, Freiburger 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:



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 Wasser-
austritt 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 Freiburger Mörser mit Pistill, Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglashalter, Brenner, Spatel

Chemikalien Trockengel (Blaugel)

Durchführung 2...3 Stück Trockengel werden im Freiburger 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 Freiburger 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 $150^\circ C$ 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 Kohlen-säurediamid (Harnstoff) mit 3... 4 ml verdünnter Äthansäure (Essigsäure) angesäuert. Der Halbmikro-Tropfer wird mit konzentrierter Natriumnitrit-lösung gefüllt. Die Kohlen-säurediamidlösung 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

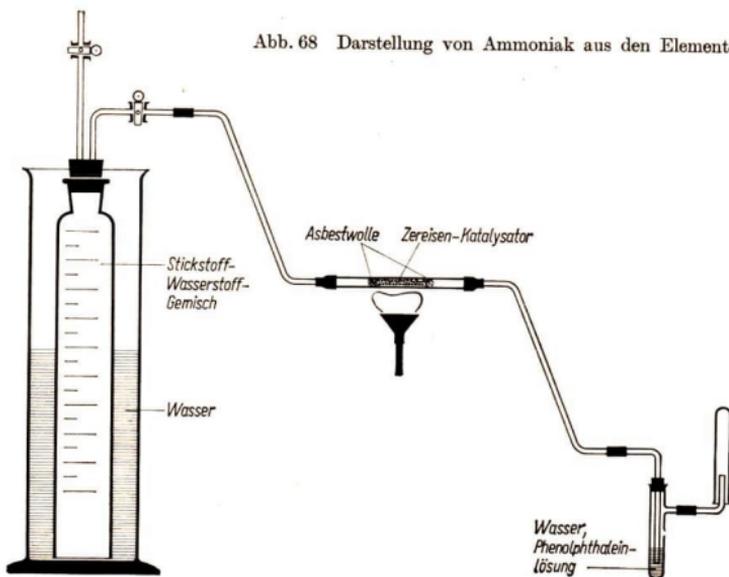


Abb. 68 Darstellung von Ammoniak aus den Elementen

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: $\text{N}_2 + 3\text{H}_2 \rightleftharpoons 2\text{NH}_3$

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:



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

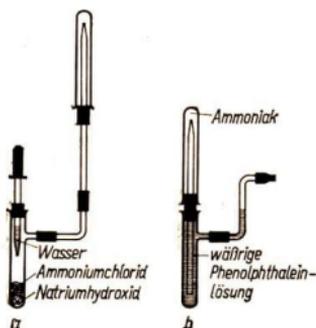


Abb. 69 Löslichkeit von Ammoniak in Wasser
 a) Darstellung von Ammoniak für den Springbrunnenversuch
 b) Nachweis der Löslichkeit von Ammoniak in Wasser (Durchführung a)

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



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 (Ammoniak-springbrunnen).

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

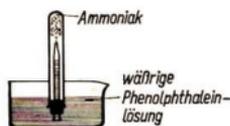


Abb. 70 Nachweis der Löslichkeit von Ammoniak in Wasser (Durchführung b)

Nachweis des Ammoniaks in Ammoniumverbindungen

48

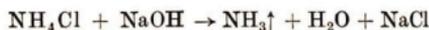
Zielstellung Die Schüler lernen analytische Nachweisreaktionen für Ammoniak kennen, das aus Ammoniakverbindungen durch Verdrängungsreaktionen dargestellt wurde.

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:



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: $\text{NH}_3 + \text{HCl} \rightarrow \text{NH}_4\text{Cl}$

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:

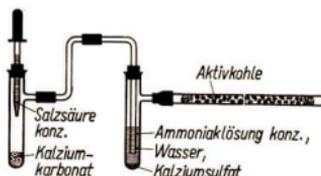
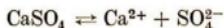
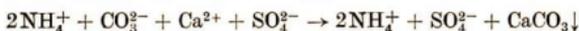


Abb. 71 Darstellung von Ammoniumsulfat

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:



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:



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	<p>Als Katalysatoren benötigt man für die Durchführung des Ostwaldverfahrens Platinasbest oder den Mischkatalysator nach P. Lange¹ oder Eisen(III)-oxid auf Asbestwolle. Sie können folgendermaßen hergestellt werden:</p> <p>Metallisches Platin wird mit einer entsprechenden Menge Königswasser, das Salzsäure im Überschuß enthält, versetzt und so lange erhitzt, bis es sich vollständig gelöst hat.</p> <p>Anschließend gibt man noch etwas konzentrierte Salzsäure hinzu und vertreibt durch Erhitzen den größten Teil der Salpetersäure. Die eingeeengte 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) $(\text{NH}_4)_2[\text{PtCl}_6]$ fällt aus. Der Rückstand wird abfiltriert, gewaschen und verglüht. Das Ammonium-hexachloroplatinat(IV) zersetzt sich beim Erhitzen auf schwache Rotglut vollständig. Dabei wird feinverteiltes, katalytisch sehr wirksames Platin auf dem Asbest niedergeschlagen.</p> <p>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 $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 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</p>

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 Porzellantiigel auf $900^\circ C$ 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 Reagenzglasänder, Stativ mit Klemme und Muffe, Sifonsauger, Spatel, Halbmikro-Tropfer klein, Freiburger 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).

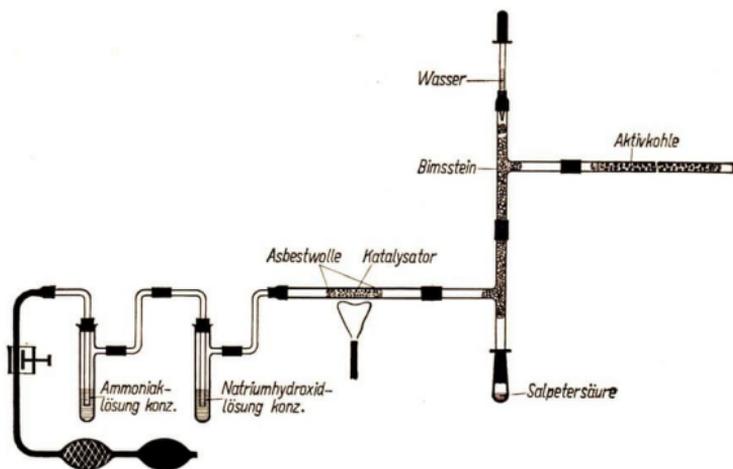


Abb. 72 Darstellung der Salpetersäure nach dem Ostwaldverfahren (Durchführung a)

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:



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 besetzte Verbrennungsrohr dem Ammoniak-Verbrennungsöfen 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, Aktivkohleabsorptionsrohr, 3 Reagenzglasständer, Brenner, Ablage für Halbmikro-Tropfer, Spatel, Halbmikro-Reagenzglas, Freiburger 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.

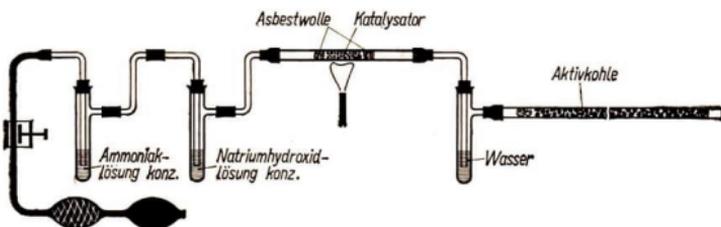


Abb. 73 Darstellung der Salpetersäure nach dem Ostwaldverfahren (Durchführung b)

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: $\begin{array}{ccccccc} +2 & & +5 & & +2 & +2 & +3 \\ 8\text{FeSO}_4 & + & 2\text{HNO}_3 & + & 3\text{H}_2\text{SO}_4 & \rightarrow & 2\text{Fe}[(\text{NO})\text{SO}_4] & + & 3\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 & + & 4\text{H}_2\text{O} \\ & & \uparrow & & & & & & & & & \\ & & \text{6e}^- & & & & \text{Nitrosoeisen(II)-sulfat} & & & & & \end{array}$
Instrumentarium b	Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasänder, 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 Alkalimetallnitratre 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, Reagenzglasänder, 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:



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



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

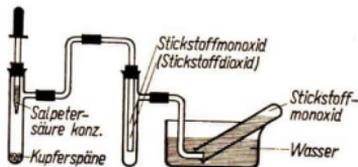
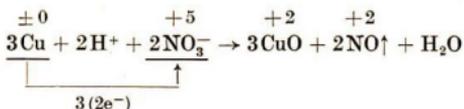
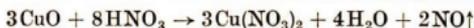


Abb. 74 Einwirkung von konzentrierter Salpetersäure auf Kupfer

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



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



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

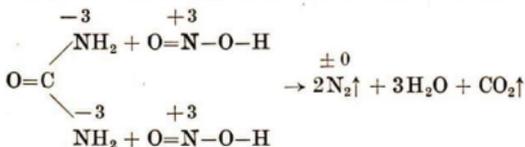
Kohlensäurediamid (Harnstoff), Natriumnitrit, Äthansäure (Essigsäure) verd., Wasser

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 Verschuß 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:



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

Zielstellung	Die Schüler lernen eine analytische Nachweisreaktion auf Phosphat-Ionen kennen und stellen die Reaktionsgleichung auf.
Instrumentarium	Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasstände, 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: $\text{Na}_3\text{PO}_4 + \text{NH}_4\text{Cl} + \text{MgCl}_2 \rightarrow 3\text{NaCl} + \text{NH}_4\text{MgPO}_4\downarrow$

3.2.6. Chalkogene

Erhitzen von Schwefel

56

Zielstellung	Die Veränderungen des Aggregatzustandes sollen beobachtet werden.
Instrumentarium	Spatel, Brenner, Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasstände, 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	<i>Vorsicht!</i> 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 Reagenzglasstände, 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 schütelt.

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.

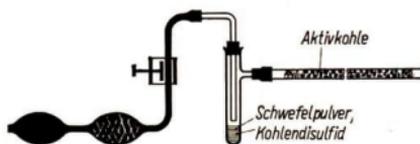


Abb. 75 Gewinnung von Schwefelkristallen

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 „Gemeenge“ 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:



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 Verschuß 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, pH-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 pH-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:

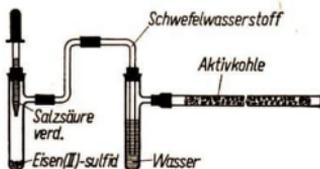
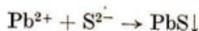
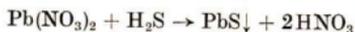


Abb. 76 Darstellung von Schwefelwasserstoffwasser

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



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



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	<i>Vorsicht!</i> 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, Freiburger 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 gehaltete 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.

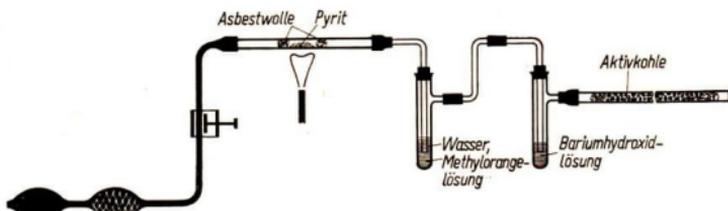


Abb. 77 Darstellung und Nachweis des Schwefeldioxids

Ergebnis

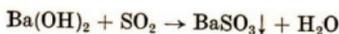
Die Methylorangelösung färbt sich rot. Es ist eine Säure entstanden. Schweflige Säure kann durch Reaktion von Schwefeldioxid mit Wasser entstehen. Durch Überleiten von Luft über den erhitzten Schwefel beziehungsweise den erhitzten Pyrit ist Schwefeldioxid entstanden:



beziehungsweise



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



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

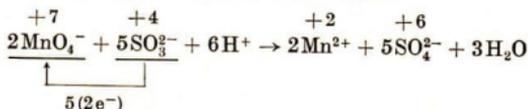


Beim Sieden der Lösung des Apparates 12 entsteht wieder die ursprüngliche Färbung des Indikators. Schweflige Säure zerfällt beim Sieden in ihr Anhydrid und Wasser. Sie ist wenig beständig.

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:

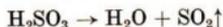


Das Mangan im Kaliumpermanganat wird von der Oxydationsstufe +7 zur Oxydationsstufe +2 reduziert. Der Schwefel mit der Oxydationsstufe +4 im Sulfit-Ion wird oxydiert und liegt im Sulfat-Ion mit der Oxydationsstufe +6 vor.

Nachweis von Sulfiten

64

Zielstellung	Die Schüler lernen eine analytische Nachweisreaktion für Sulfiten 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.



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



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 Sulfidnachweis 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	Natriumsulfid, Natriumkarbonat, Schwefelsäure konz., Bariumhydroxidlösung, Wasserstoffperoxidlösung 3%ig, Salzsäure konz., Bromwasser
Durchführung a	<i>Sulfidnachweis:</i> Im Apparat 2 vermischt man eine reichliche Spatelspitze Natriumsulfid 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 Bariumsulfid oder aus Bariumkarbonat oder sogar aus beiden Salzen bestehen. Bariumsulfid wird durch Bromwasser oder Wasserstoffperoxidlösung zu Bariumsulfat oxydiert, das von konzentrierter Salzsäure nicht gelöst wird: $\text{BaSO}_3 + \text{Br}_2 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{BaSO}_4 + 2\text{HBr}$ $\text{BaSO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2 \rightarrow \text{BaSO}_4 + \text{H}_2\text{O}$ Bariumkarbonat reagiert nicht mit Wasserstoffperoxidlösung oder Bromwasser. Es wird durch konzentrierte Salzsäure zersetzt: $\text{BaCO}_3 + 2\text{HCl} \rightarrow \text{BaCl}_2 + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2\uparrow$ Der verbleibende Niederschlag von Bariumsulfat ist ein Beweis dafür, daß Sulfid anwesend war.
Durchführung b	<i>Karbonatnachweis:</i> Im Apparat 2 löst man je eine reichliche Spatelspitze Natriumkarbonat und Natriumsulfid 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 Sulfid zu Sulfat oxydiert (↗ Ergebnis a). Bei der nachfolgenden Zugabe von Schwefelsäure wird nur das Karbonat zersetzt:



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



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 Freiburger 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 Reagenzglasänder, 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.

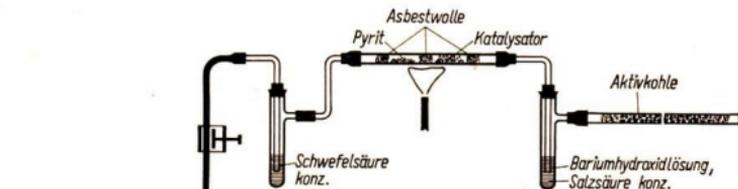
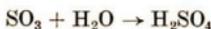


Abb. 78a Darstellung der Schwefelsäure nach dem Kontaktverfahren (Durchführung a)

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 Bariumsulfid von der konzentrierten Salzsäure gelöst würde. Das beim Abrösten des Pyrits entweichende Schwefeldioxid (\nearrow Versuch 62) muß nachträglich zu Schwefeltrioxid oxydiert worden sein. Schwefeltrioxid verbindet sich in geringem Maße mit Wasser zu Schwefelsäure, die sich mit Bariumchloridlösung umsetzt:



Vergleicht man das Experiment mit der technischen Herstellung der Schwefelsäure nach dem Kontaktverfahren, dann entspricht der mit dem Pyrit beschickte Teil des Verbrennungsrohres dem „Rösten“, 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“.

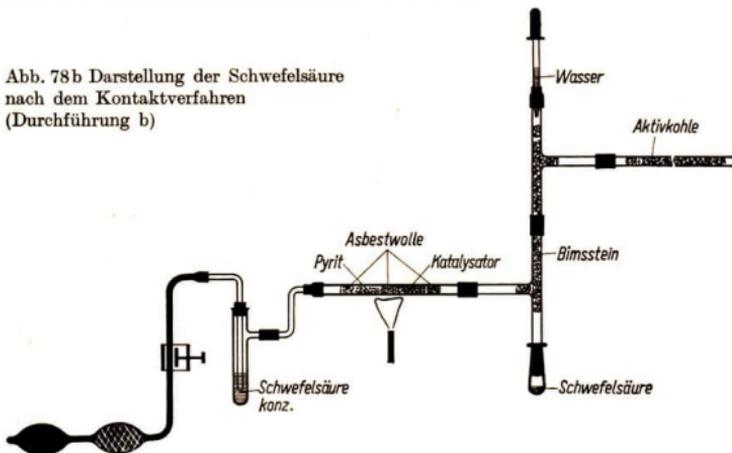
Instrumentarium b Gummidoppelgebläse, Quetschhahn, Apparat 8, Verbrennungsrohr, Ausgleichrohr, 2 T-Stücke, Aktivkohleadsorptionsrohr, Brenner, Stativ mit Klemme und Muffe, Reagenzglasständer, Spatel, Glasstab, Pinzette, Sifonsauger

Chemikalien b \nearrow 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. 78 b). Das untere T-Stück wird mit einem Sifonsauger verschlossen. Vor der Versuchsdurchführung durchnäßt man den Bimsstein im „Waschturm“ mit Wasser.

Abb. 78 b 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, Aktivkohle-adsorptionsrohr, Brenner, Reagenzglasstell, Reagenzglasständer, Ablage für Halbmikro-Tropfer, Pinzette, Glasstab, Spatel

Chemikalien

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

Durchführung

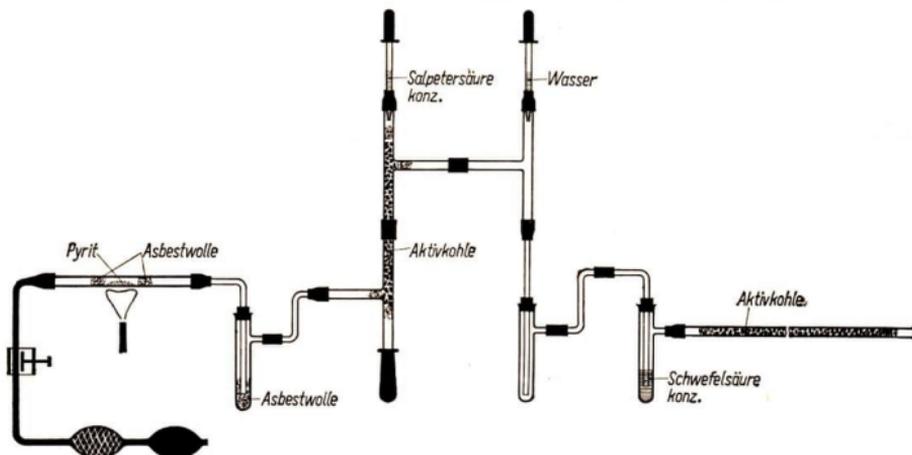
Das Verbrennungsrohr des Apparates 12 beschickt man mit 2 Spatel feinkörnigem Pyrit, der auf beiden Seiten durch Asbestwollepfropfen locker

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 gehalten. 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 Bleikammervorfahren



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



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. <i>Vorsicht!</i> 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, Aktivkohle-adsorptionsrohr
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. <i>Vorsicht!</i>
Ergebnis a	Durch Einwirkung von verdünnter Schwefelsäure auf Zink- oder Eisenpulver entstehen Wasserstoff und das entsprechende Salz: $\text{Zn} + 2\text{H}^+ + \text{SO}_4^{2-} \rightarrow \text{Zn}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} + \text{H}_2\uparrow$ $\text{Fe} + 2\text{H}^+ + \text{SO}_4^{2-} \rightarrow \text{Fe}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} + \text{H}_2\uparrow$ 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:

$$\text{CuO} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{CuSO}_4 + \text{H}_2\text{O}$$
- 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:

$$\text{Cu} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{CuO} + \text{H}_2\text{SO}_3$$
 Kupfer(II)-oxid wird von Schwefelsäure gelöst:

$$\text{CuO} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{CuSO}_4 + \text{H}_2\text{O}$$
 Die entstehende schweflige Säure zerfällt:

$$\text{H}_2\text{SO}_3 \rightarrow \text{H}_2\text{O} + \text{SO}_2\uparrow$$

Das Schwefeldioxid entweicht und bildet mit Bariumhydroxidlösung schwerlösliches Bariumsulfid:



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



3.2.7. Halogene

Fluorwasserstoff ätzt Glas

69

Zielstellung	Die Schüler lernen die Darstellung von Fluorwasserstoff und die Umsetzung mit Siliziumdioxid kennen.
Bemerkungen	<i>Vorsicht!</i> 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: $\text{CaF}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow 2\text{HF}\uparrow + \text{CaSO}_4$ $4\text{HF} + \text{SiO}_2 \rightarrow \text{SiF}_4\uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$

Darstellung und Nachweis von Chlorwasserstoff

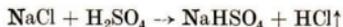
70

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:



Beim Erwärmen setzt erneut eine Gasentwicklung ein:



Chlorwasserstoff bildet mit Silbernitratlösung einen schwerlöslichen Niederschlag:



und mit dem aus konzentrierter Ammoniaklösung entweichenden Ammoniak weißen Rauch:



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

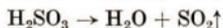
Durchführung

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:



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 Reagenzglasstände, 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 oxidiert: $2\text{J}^- + \text{Cl}_2 \rightarrow \text{J}_2 + 2\text{Cl}^-$ $2\text{J}^- + \text{Br}_2 \rightarrow \text{J}_2 + 2\text{Br}^-$ Durch Einwirkung von Chlorwasser auf Bromide entsteht Brom: $2\text{Br}^- + \text{Cl}_2 \rightarrow \text{Br}_2 + 2\text{Cl}^-$ 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

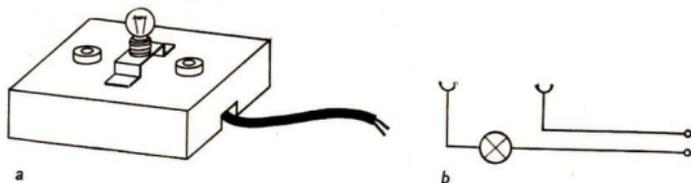


Abb. 80 Leitfähigkeitsprüfer a) Gerät; b) Schaltbild

- 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, 0,7 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.

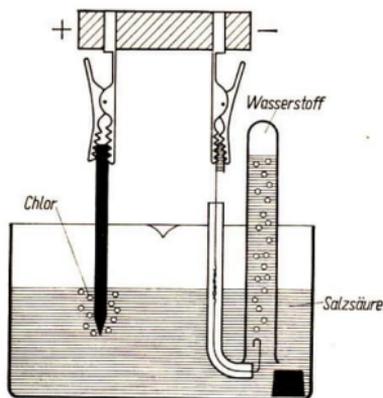


Abb. 81 Elektrolyse verdünnter Salzsäure

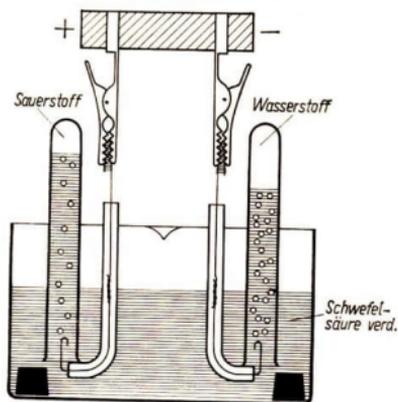


Abb. 82 Elektrolyse verdünnter Schwefelsäure

Bemerkungen	Bei Einhaltung der angeführten Versuchsbedingungen fließt bei einer Spannung von 6 V ein Strom von etwa 150 mA.
Instrumentarium	Elektrodenhalter, Kohlelektrode, 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 Kathode (Drahtelektrode) wird ein gefülltes Halbmikro-Reagenzglas gestülpt. In die Nähe der Anode (Kohlelektrode) 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 Kathode Wasserstoff, an der Anode Chlor. Das Chlor setzt aus dem Kaliumjodid des Reagenz-papiers elementares Jod in Freiheit, das mit Stärke unter Bildung einer blauen Verbindung reagiert.

Elektrolyse verdünnter Schwefelsäure

77

Zielstellung	Die Schüler elektrolysieren verdünnte Schwefelsäure. Die Abscheidungs-produkte 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-Prozefer
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 elektro-negativer 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:



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 Ab-scheidungsprodukte Kupfer und Chlor nach.
Bemerkungen	Bei Einhaltung der angeführten Versuchsbedingungen fließt bei 6 V ein Strom von etwa 400 mA.

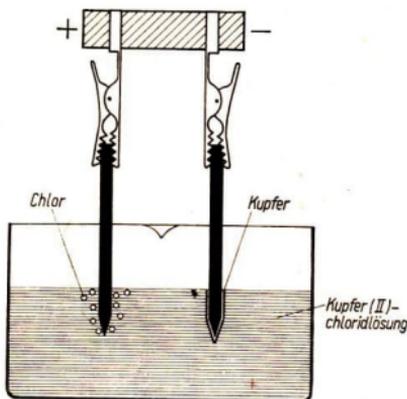


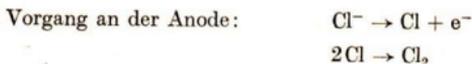
Abb. 83 Elektrolyse von Kupfer(II)-chloridlösung

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 Kathode.

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 Kathode elementares Kupfer, an der Anode gasförmiges Chlor ab:



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

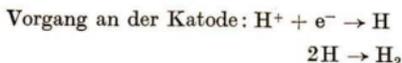
Durchführung

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 Anode: ↗ Versuch 80

Durch das Entladen von Wasserstoff-Ionen an der Katode wird das Ionen-gleichgewicht 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 Natriumchlorid-lösung angefeuchtet. 3 Tropfen Phenolphthaleinlösung werden gleichmäßig auf dem Papier verteilt. An eine Gleichstromquelle schließt man die Strom-zuleitungen an. Mit den Bananensteckern an den freien Enden der Zu-leitungen (<i>Vorsicht!</i> 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 Abschei-dungsprodukte 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 (Farbumschlag-spunkt von Indikator M). Zeigt die Lösung saure Reaktion, so wird durch tropfenweise Zugabe einer sehr verdünnten Natriumkarbonatlösung der Farbumschlagpunkt eingestellt. Reagiert die Lösung basisch, so wird mit einigen Tropfen Säure angesäuert und dann wie oben verfahren. Bei Einhal-tung 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 Stop-fen, 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: $\text{OH}^- \rightarrow \text{OH} + \text{e}^-$ $2 \text{OH} \rightarrow \text{H}_2\text{O} + \text{O}$ $2 \text{O} \rightarrow \text{O}_2$

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

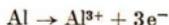
85

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.

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

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 verdreht. Es können auch andere Metallkombinationen, zum Beispiel Aluminium – Eisen, Zink – Eisen und Kupfer – Eisen untersucht werden.
Instrumentarium	Uhrglasschale, Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasstände, 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:



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 (Filterpapier).

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:



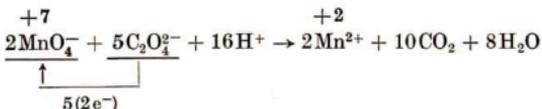
Instrumentarium b ↗ Instrumentarium a

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:



Abhängigkeit der Reaktionsgeschwindigkeit von der Temperatur

89

Zielstellung

Die Schüler erkennen, daß durch Temperaturerhöhung die Reaktionsgeschwindigkeit einer chemischen Umsetzung wesentlich beschleunigt werden kann.

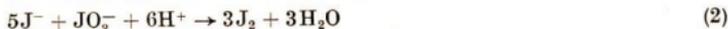
Instrumentarium	2 Halbmikro-Reagenzgläser, 2 Reagenzglasständer, Halbmikro-Tropfer, Reagenzglashalter, Glasstab, Brenner
Chemikalien	Kaliumpermanganatlösung 0,2 n, Äthandisäure-(Oxalsäure-)lösung 1 n, Schwefelsäure verd., destilliertes Wasser
Durchführung	In zwei Halbmikro-Reagenzgläsern stellt man je 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:



Die entstandenen Jodid-Ionen reagieren sofort mit Jodat-Ionen:



Solange noch Sulfit-Ionen vorhanden sind, reduzieren diese sofort das entstandene Jod zu Jodid-Ionen:



Die nach Gleichung 3 entstehenden Wasserstoff-Ionen werden sofort durch die in Gleichung (2) beschriebene Reaktion verbraucht. Solange also noch Sulfid-Ionen vorhanden sind, ändert sich die Wasserstoff-Ionenkonzentration nicht und es entsteht auch kein elementares Jod, das mit Stärke eine intensiv blaue Einschlusßverbindung bildet. Die Reaktionen (2) und (3) verlaufen sehr rasch, so daß die Geschwindigkeit der Gesamtreaktion von der Umsetzung zwischen Jodat- und Sulfid-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 Hebevorgang wird der Wasserstand in beiden Zylindern abgelesen und in eine Tabelle eingetragen. Nach einer Reihe von Hebevorgängen 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 Niveauperänderung 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

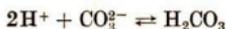
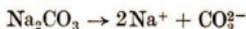
92

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 Reagenzglasstände, 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:

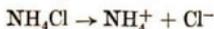


Die Kohlensäure ist als schwache Säure nur wenig dissoziiert. Ein Teil der Karbonat-Ionen des Natriumkarbonats setzen sich daher mit einem Teil der durch Dissoziation des Wassers entstehenden Wasserstoff-Ionen zu undissoziierter Kohlensäure um. Es überwiegen dann in der Lösung die Hydroxid-Ionen.

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, Reagenzglasstände, 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:



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 – Titrationsen

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 Reagenzglasstände, Halbmikro-Tropfer, Glasstab, 3 Blatt Millimeterpapier
Chemikalien a	Salzsäure 0,1 n (oder Schwefelsäure), Natriumhydroxidlösung 0,1 n, pH-Papier mit Vergleichsskala

Chemikalien b Salzsäure 0,1 n (oder Schwefelsäure), Natriumhydroxidlösung 0,1 n, Unitestlösung I (pH 1...11), Vergleichsskala für Unitestindikator

Chemikalien c Salzsäure 0,1 n (oder Schwefelsäure), Ammoniaklösung 0,1 n, Unitestlösung I (pH 1 bis 11), Vergleichsskala für Unitestindikator

Chemikalien d Äthansäure (Essigsäure) 0,1 n, Natriumhydroxidlösung 0,1 n, Unitestlösung I (pH 1 bis 11), Vergleichsskala 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 Vergleichsskala 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 Indikatorkale 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 Indikatorkale 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.

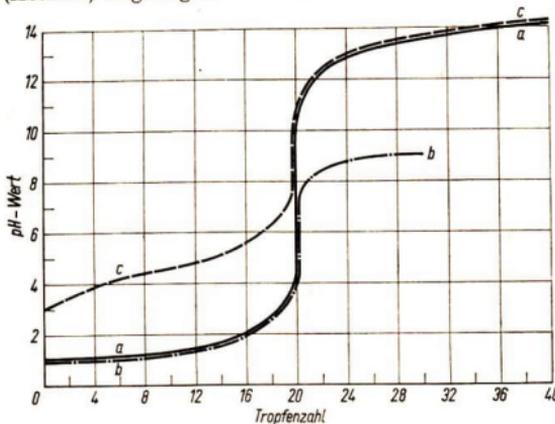


Abb. 84 Titrationskurven

- 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 84 a, die der Durchführung c Abbildung 84 b und die der Durchführung d Abbildung 84 c.

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, Reagenzglasänder
- 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 durchgemischt. 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.

3.5.1.

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 Sodauszug.

Sodauszug. Man gibt einen Spatel feste Analysesubstanz 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:



Die Karbonatniederschläge werden abfiltriert und so aus der Lösung entfernt.

Das Filtrat nennt man Sodauszug. 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 „Sodauszug“ aufgeklebt. In dem Filtrat können jetzt nacheinander die Anionen Cl^- , NO_3^- und SO_4^{2-} nachgewiesen werden.

Chlorid-Ionen. 5 Tropfen vom Sodauszug 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 Sodauszug 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 Analysesubstanz 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 Filtrerröhrchen 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 Filtrerröhrchen 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. (Würden 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 Freiburger 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 brenzlich 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.

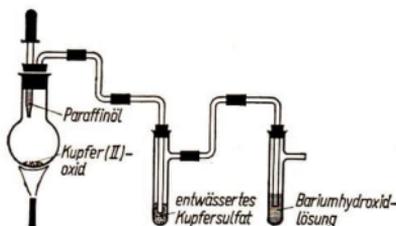


Abb. 85 Nachweis der Elemente Kohlenstoff und Wasserstoff

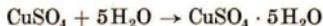
Auf das heiße Kupfer(II)-oxid läßt man aus dem Halbmikro-Tropfer, der bis zur Hälfte gefüllt ist, Paraffinöl fließen. Die Versuchsdauer beträgt etwa 45 s.

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:



Das Wasser bildet mit dem weißen wasserfreien Kupfer(II)-sulfat das blaue Kupfer(II)-sulfat-5-Wasser:



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:



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 48 b).
Bemerkungen	Dieser einfache Nachweis gelingt nicht mit allen organischen Stickstoffverbindungen. Der Stickstoffnachweis nach Lassaigne kann auf Grund erhöhter Unfallgefahr nicht als Schülereperiment 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: $\text{Pb}^{2+} + \text{S}^{2-} \rightarrow \text{PbS} \downarrow$
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, Freiburger Mörser mit Pistill, Apparat 10
Chemikalien	Natriumhydroxid fest, Natriumäthanat(-azetat) wasserfrei, Wasser, Bariumhydroxid-lösung, Salzsäure konz.

Durchführung

2 Hornspatel wasserfreies Natriumäthanat werden mit der gleichen Menge festem Natriumhydroxid im Freiburger 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.

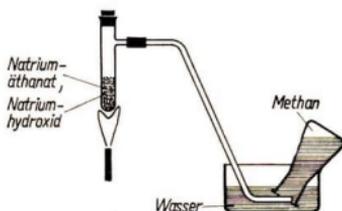


Abb. 86 Darstellung von Methan

Ergebnis

Aus Natriumäthanat und Natriumhydroxid entsteht beim Erhitzen ein brennbares Gas, das Methan:



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:



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

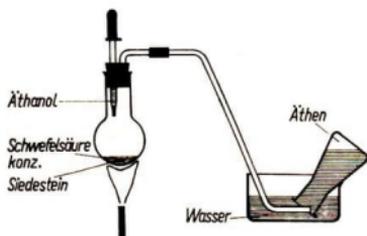
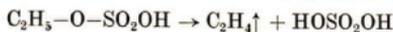
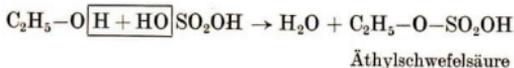


Abb. 87 Darstellung des Äthens

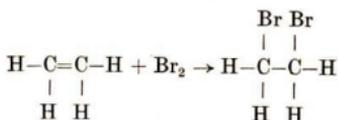
Baeyers Reagens, das man sich aus 5 Tropfen etwa 0,1 n Kaliumpermanganatlösung und 5 Tropfen 10%iger Natriumcarbonatlösung hergestellt hat. Das Reagenzglas wird sofort verschlossen und geschüttelt.

Ergebnis

Aus Äthanol und konzentrierter Schwefelsäure entsteht beim Erwärmen ein brennbares Gas, das Äthen:



Äthen entfärbt Bromwasser. Brom wird an das Äthen angelagert (addiert):



Äthen kann auch mit Baeyers Reagens nachgewiesen werden. Es entsteht dabei ein brauner Niederschlag. Das Kaliumpermanganat wird zu Mangan(IV)-oxidhydrat $\text{MnO}(\text{OH})_2$ reduziert.

Darstellung von Äthen (Äthylen) durch katalytische Dehydratisierung 105 von gasförmigem Äthanol (Äthylalkohol)

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 überdestilliertes Äthanol reduziert wird!

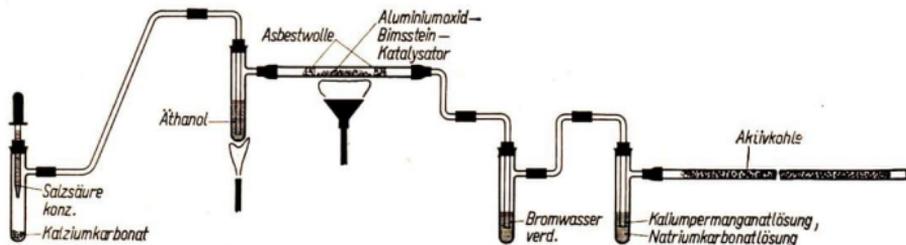
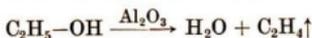


Abb. 88 Darstellung des Äthens durch katalytische Dehydratisierung von Äthanol (Durchführung a)

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 Äthanolämpfe über den erhitzten Katalysator. Äthanol wird dabei dehydratisiert:



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).

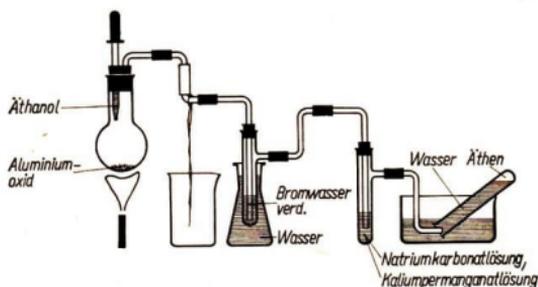


Abb. 89 Darstellung des Äthens (Durchführung b)

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

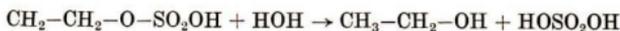
**Darstellung von Äthanol (Äthylalkohol)
durch katalytische Wasseranlagerung an Äthen (Äthylen)**

106

Zielstellung	Die Schüler sollen eine petrochemische Synthese des Äthanols aus Äthen kennenlernen.
Instrumentarium	Apparate zur Herstellung des Äthens (↗ Versuch 105 b), außerdem 4 Halbmikro-Reagenzgläser, Halbmikro-Tropfer, Filterröhrchen, Glasstab, Reagenzglashalter, Spatel, Brenner, Siedesteinchen, weiße Unterlage, Tamponträger
Chemikalien	Äthen (Äthylen) (aus Versuch 105 b), Silbersulfat, Schwefelsäure verd., Salpetersäure verd., Salzsäure verd., Natriumhydroxidlösung verd., Jod-Kaliumjodidlösung verd., Unitestpapier
Durchführung	Das Ausgangsprodukt Äthen wird durch katalytische Dehydratisierung (↗ Versuch 105 b) 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 Schwefelsäure. Das ausgefallte 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:



In der Wärme wird Äthylschwefelsäure verseift:



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.

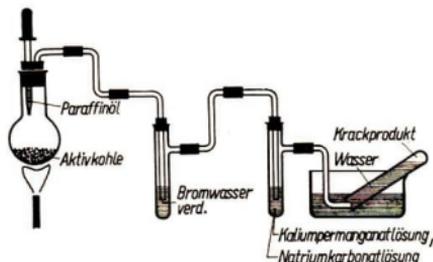


Abb. 90 Kracken

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)

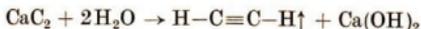
108

Zielstellung	Die Schüler untersuchen das aus Kalziumkarbid und Wasser hergestellte und pneumatisch aufgefangene Gas.
Bemerkungen	<i>Vorsicht!</i> 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:



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 g

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 Schiff's 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** Schiff's Reagens färbt sich rot. Es ist Äthanal entstanden. Quecksilber(II)-sulfat katalysiert die Anlagerung von Wasser an Äthin:



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.

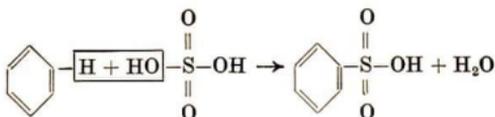
Bemerkungen *Vorsicht!* Benzoldämpfe sind sehr giftig! An Stelle des Benzols kann auch Aminobenzol sulfoniert und 4-Aminobenzolsulfonsäure (Sulfanilsäure) hergestellt werden!

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:



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	<i>Vorsicht!</i> Methylbenzol ist feuergefährlich!
Instrumentarium	Brenner, Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglashalter, Reagenzglasänder, 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 Benzolcarbonsäure (Benzolsäure) oxydiert. Es entsteht das Kaliumbenzoat:



Wasserdampfdestillation von Methylbenzol (Toluol)

115

Zielstellung	Die Schüler sollen das Wasserdampfdestillieren kennenlernen.
Bemerkungen	<i>Vorsicht!</i> 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 Siedesteinen 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 wasserdampflich (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	<i>Vorsicht!</i> 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, Eisenpulv., 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!

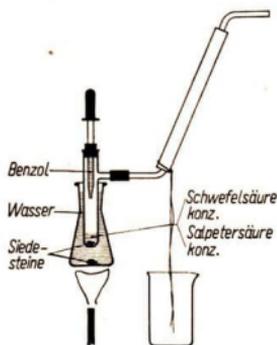


Abb. 93
Darstellung von Nitrobenzol

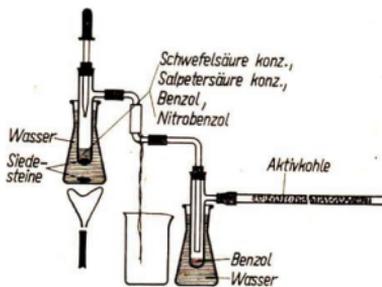
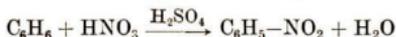


Abb. 94 Abtrennung des Benzols aus dem Reaktionsgemisch Benzol/Nitrobenzol

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:



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:



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

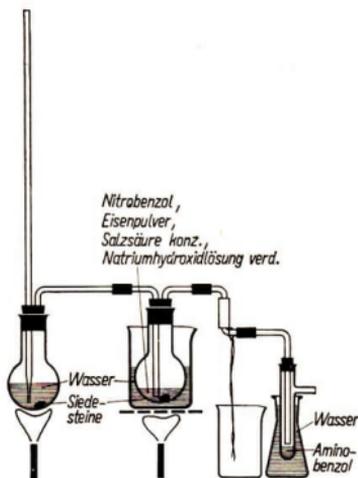


Abb. 95 Abtrennung von Aminobenzol durch Wasserdampfdestillation

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:



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

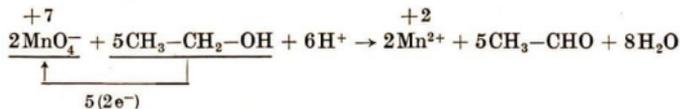
Die Schüler reduzieren Kaliumpermanganat und Kaliumchromat mit Äthanol. Sie erkennen die unterschiedliche Reduktionswirkung in saurer und in alkalischer Lösung und erarbeiten die entsprechenden Reaktionsgleichungen. Ihre Kenntnisse über Redoxreaktionen werden gefestigt und erweitert.

Instrumentarium 3 Halbmikro-Reagenzgläser, Reagenzglasgestell, Glasstab, Reagenzglashalter, Brenner

Chemikalien Kaliumpermanganatlösung, Schwefelsäure verd., Äthanol (Äthylalkohol), Natriumkarbonatlösung 10%ig, Kaliumchromatlösung

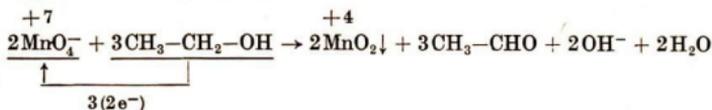
Durchführung a Zu 2 Tropfen etwa 0,1 n Kaliumpermanganatlösung gibt man im Halbmikro-Reagenzglas 10 Tropfen verdünnte Schwefelsäure und 5 Tropfen Äthanol. Mit einem Glasstab wird gut umgerührt und das Reagenzglas ein wenig erhitzt.

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:



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.



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 Ansäuern Kaliumdichromat:



Das Äthanol reduziert in saurer Lösung das Dichromat. Es entstehen grüne Chrom(III)-salze (↗ S. 152).

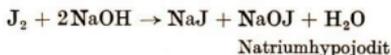
Nachweis von Äthanol (Äthylalkohol) (Jodoformprobe)

119

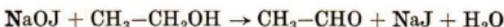
Zielstellung Die Schüler lernen eine analytische Nachweisreaktion für Äthanol und damit das Prinzip des Trunkenheitstests, wie er zum Beispiel mit Kraftfahrern durchgeführt wird, kennen. Sie können mit den Reaktionen, die zur Bildung von Trijodmethan (Jodoform) führen, vertraut gemacht werden.

Bemerkungen Außer mit Äthanol verläuft die Reaktion auch positiv bei Anwesenheit von Äthanal (Azetaldehyd), Propanon (Azeton) und 2-Hydroxypropansäure (Milchsäure).

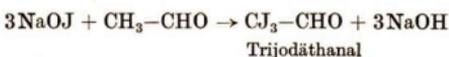
Instrumentarium	Uhrglasschale, schwarzer Hintergrund
Chemikalien	Jod-Kaliumjodidlösung, Äthanol (Äthylalkohol), Natriumhydroxidlösung 10%ig
Durchführung	Auf einer Uhrglasschale gibt man zu 2 Tropfen Äthanol 2 Tropfen 10%ige Natriumhydroxidlösung und 10 Tropfen etwa 1 n Jod-Kaliumjodidlösung. Man beobachtet 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:



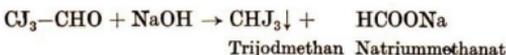
Hypoiodite geben an andere Stoffe leicht Sauerstoff ab. Das Natriumhypoiodit oxydiert das Äthanol zum Äthanal (Azetaldehyd):



Anschließend wirkt Natriumhypoiodit jodierend auf das Äthanal ein:



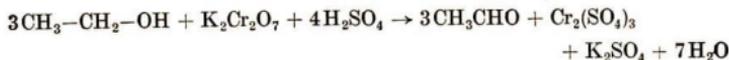
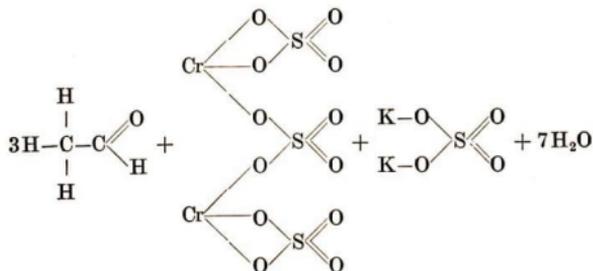
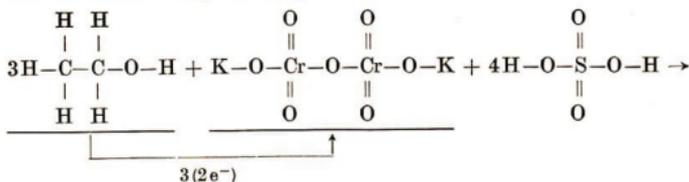
Das entstandene Trijodäthanal wird durch Natriumhydroxidlösung unter Bildung von Trijodmethan zersetzt:



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 zugegropft. 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.

Äthanol wird durch eine saure Kaliumdichromatlösung zu Äthanal oxydiert, das mit Schiff's Reagens nachgewiesen wird.



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 waagrecht 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 Äthanol dampf unter Kohlenstoffabscheidung zersetzt. Bei höherer Temperatur reagiert Magnesium mit dem Sauerstoff des Äthanol unter Bildung von weißem Magnesiumoxid. Ein Vergleichsversuch mit Alkanen (z.B. Benzin) läßt nur Rußabscheidung erkennen.

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.

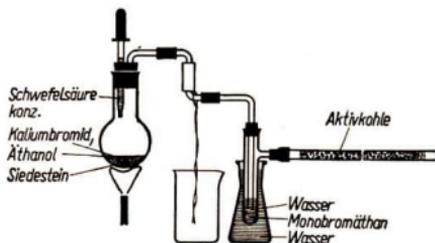
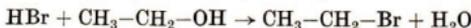


Abb. 96
Darstellung von Monobromäthan

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:



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 totem 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, Ausgleichrohr, 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.

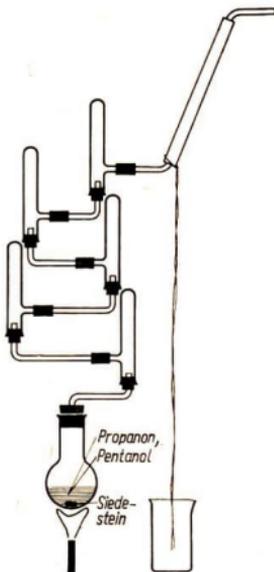


Abb. 97 Gegenstrom-Destillation bei Verwendung einer „einfachen Fraktionierkolonne“

Zielstellung	Die Schüler lernen eine Nachweismöglichkeit des Phenols kennen.
Bemerkungen	<i>Vorsicht!</i> 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	<i>Vorsicht!</i> Phenol ist giftig und wirkt ätzend.
Instrumentarium	Apparat 2, Apparat 6, 2 Reagenzglasänder, 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:



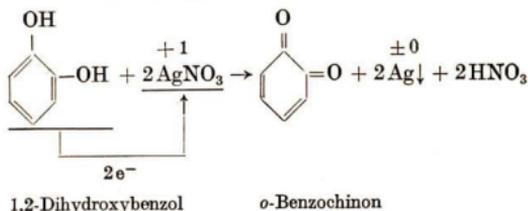
Das Natriumphenolat ist in Wasser löslich. Durch Einwirkung von Kohlensäure auf Natriumphenolat entsteht wieder Phenol:



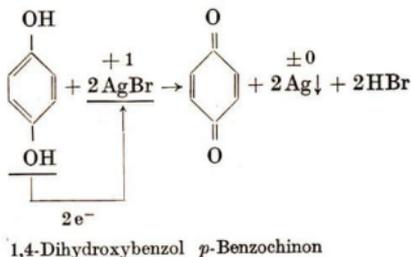
Nachweis der Reduktionswirkung der Dihydroxybenzole (zweiwertige Phenole) 126

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 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:



Eine entsprechende Reduktion erfolgt im fotografischen Entwickler:



4.2.6. Alkanale und aromatische Aldehyde

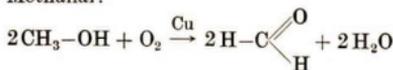
Darstellung von Methanal (Formaldehyd)

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, Brenner, Glasstab, Tiegelzange, Erlenmeyerkolben
Chemikalien	Methanol (Methylalkohol), Kupferdraht Länge 15 cm, Schiff's 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:



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 Äthanol 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:

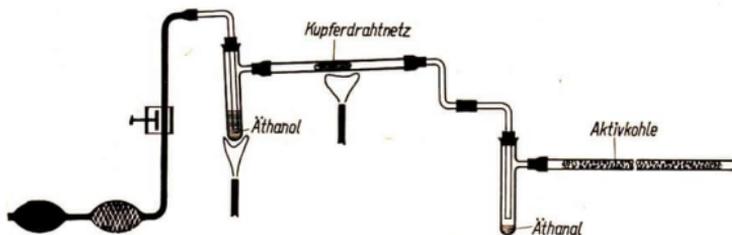
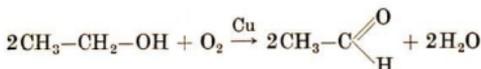


Abb. 98 Darstellung von Äthanal

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 ge- glüht, 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 Schüler- arbeitsgruppen 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.

Darstellung von Äthanal (Azetaldehyd)

129

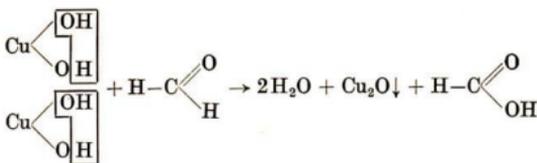
Zielstellung

Die Schüler lernen eine weitere Möglichkeit der Oxydation von Äthanol (Äthylalkohol) zum Äthanal kennen.

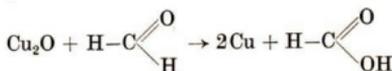
Instrumentarium	Apparat 14, Apparat 11, Stativ mit Klemme und Muffe, Brenner, Spatel, Siedesteine
Chemikalien	Kaliumdichromat, Äthanol (Äthylalkohol), Schwefelsäure konz., Wasser, Schiffs Reagens
Durchführung	In den Apparat 14, der von einem Stativ gehalten wird, gibt man einen Spatel Kaliumdichromat 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	<i>Vorsicht!</i> 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:
	$\text{CuSO}_4 + 2\text{NaOH} \xrightarrow{\text{Seignettesalz}} \text{Cu}(\text{OH})_2 + \text{Na}_2\text{SO}_4$
	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:



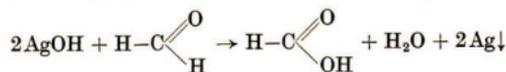
Alkanale sind Reduktionsmittel und werden zu Karbonsäuren oxydiert.

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 $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{OH}$ 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

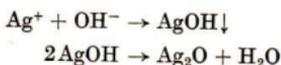
Silbernitratlösung, Ammoniaklösung konz., Äthanal (Azetaldehyd), Äthanol (Äthylalkohol)

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

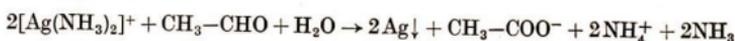
Silbernitrat bildet mit den Hydroxid-Ionen braungelbes Silberoxid:



Silberoxid löst sich in überschüssiger Ammoniaklösung unter Bildung des Diamminsilberhydroxids:



Diamminsilberhydroxid oxydiert das Äthanal zur Äthansäure (Essigsäure) und wird dabei selbst zum Silber reduziert, das sich auf dem sauberen Objektträger abscheidet:

**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

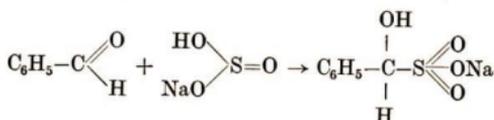
Benzaldehyd, Natriumhydrogensulfit, Wasser, Natriumkarbonatlösung, Salzsäure verd.

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, Filterpapier, Freiburger 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 Freiburger 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!

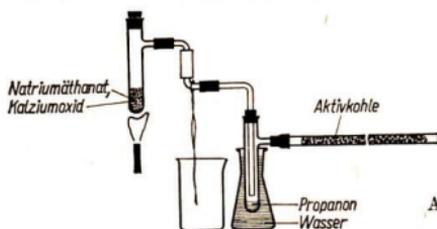
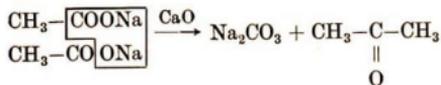


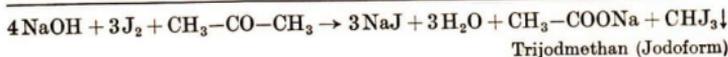
Abb. 99 Darstellung von Propanon

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.:



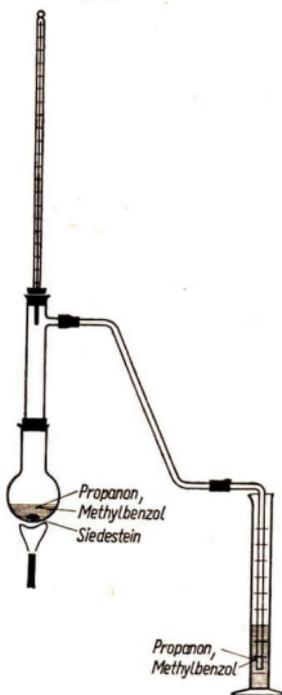
Propanon (Azeton)



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 $56,2^{\circ}\text{C}$ und die des Methylbenzols bei $110,6^{\circ}\text{C}$. *Vorsicht!* Beide Stoffe sind sehr feuergefährlich.
- Instrumentarium** Rundkolben, Destillationsaufsatz mit durchbohrtem Stopfen und Thermometer $0\text{--}250^{\circ}\text{C}$, 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 (\nearrow 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 $^{\circ}\text{C}$) benötigt werden, trägt man in eine Tabelle ein.

$^{\circ}\text{C}$
ml

Abb. 100 Destillation eines Propanon-Methylbenzol-Gemisches

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	<i>Vorsicht!</i> 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. $\text{C}_2\text{H}_5\text{-OH} + \text{HOSO}_2\text{OH} \rightarrow \text{C}_2\text{H}_5\text{-O-SO}_2\text{OH} + \text{H}_2\text{O}$ $\text{C}_2\text{H}_5\text{-OH} + \text{C}_2\text{H}_5\text{-O-SO}_2\text{OH} \rightarrow \text{C}_2\text{H}_5\text{-O-C}_2\text{H}_5 + \text{H}_2\text{SO}_4$ Es handelt sich bei diesen Reaktionen um eine Zwischenstoffkatalyse.

4.2.9. Alkansäuren (aliphatische Karbonsäuren) und aromatische Karbonsäuren

Reduktionswirkung der Methansäure (Ameisensäure)

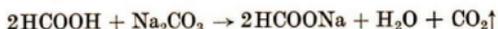
136

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

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:



Methansäure und Äthansäure sind schwerer flüchtig als Kohlensäure:



Das entweichende Kohlendioxid wird mit Bariumhydroxidlösung nachgewiesen:



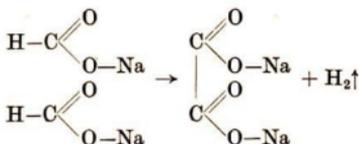
Darstellung von Natriumäthandiat (Natriumoxalat)

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:



Darstellung von Benzolkarbonsäure (Benzoesäure) aus Benzaldehyd 140

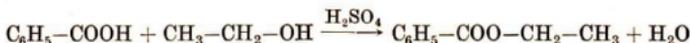
Zielstellung Die Schüler oxydieren Benzaldehyd zu Benzolkarbonsäure und weisen die entstehende Säure durch Veresterung nach.

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

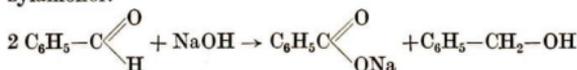
Durchführung Ein Gemisch aus einem Spatel Kaliumpermanganat, 2-3 ml 10%iger Natriumkarbonatlösung und 2 ml Benzaldehyd wird im Apparat 15 unter Rückfluß erhitzt. Die Lösung wird etwa 5 min im leichten Sieden gehalten. Nach dem Abkühlen läßt man bei verschlossenem Rundkolben konzentrierte Schwefelsäure 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:



Bemerkungen Die Reinigung der hergestellten Benzolkarbonsäure ist sehr gut durch Wasserdampfdestillation möglich.

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 (Benzoessäureäthylesters)], 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 gehalten. 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 (Benzoessäureäthylester) nachgewiesen werden kann.

4.2.10

Ester und Fette

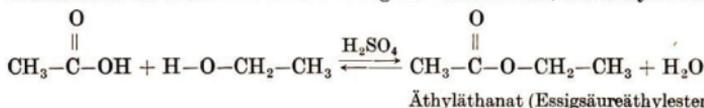
Darstellung von Äthyläthanat (Essigsäureäthylester)

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) (<i>n</i> -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 (Benzoessäureäthylester) aus Äthanol und Benzolkarbonsäure (Benzoessäure).

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) (<i>n</i> -Butylalkohol), Pentanol-(1) (<i>n</i> -Amylalkohol), Äthansäure (Eisessig), Propansäure (Propionsäure), Benzolkarbonsäure (Benzoessäure), 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:



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 Reagenzglasstände, 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.

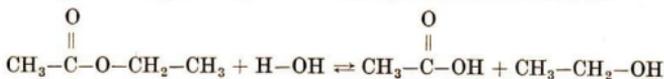


Durch laufende Neutralisation der entstehenden Methansäure (Ameisensäure) wird das Gleichgewicht zugunsten von Methanol (Methylalkohol) und Methansäure verschoben. Die Verseifung verläuft praktisch quantitativ. Bei der höheren Konzentration der Reaktionspartner im ersten Reagenzglas verläuft die Verseifung 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:



Diese entgegengesetzt zur Esterbildung verlaufende Reaktion bezeichnet man als Verseifung. Die entstehende Äthansäure (Essigsäure) wird durch

Reaktion mit Natriumhydroxidlösung laufend aus dem Gleichgewicht entfernt:



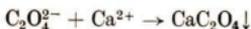
Das Äthylathanat wird dadurch vollständig gespalten.

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 Reagenzglasstände, 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: $\begin{array}{c} \text{C}=\text{O} \\ \\ \text{O}-\text{C}_2\text{H}_5 \\ \\ \text{O}-\text{C}_2\text{H}_5 \\ \\ \text{C}=\text{O} \end{array} + \begin{array}{c} \text{HOH} \\ \text{HOH} \end{array} \rightleftharpoons \begin{array}{c} \text{C}=\text{O} \\ \\ \text{OH} \\ \\ \text{OH} \\ \\ \text{C}=\text{O} \end{array} + \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{OH} \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{OH} \end{array}$ <p>Die bei der Verseifung entstehende Äthandisäure (Oxalsäure) wird durch Neutralisation laufend aus dem Gleichgewicht entfernt: $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 2\text{NaOH} \rightarrow \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$</p>

Das Gleichgewicht wird damit in Richtung der Zersetzung von Diäthyl-äthandiat verschoben. Das entstehende Äthanol wird aus dem Gemisch abdestilliert und durch Brennprobe nachgewiesen. Die Äthandiat-(Oxalat-) Ionen können mit Kalzium-Ionen ausgefällt werden:



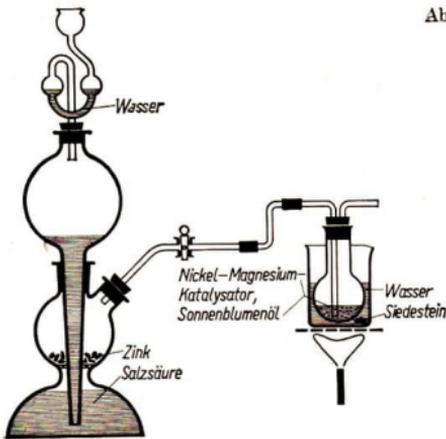
In der Vergleichslösung bilden sich 2 Schichten aus. Der Zusatz von Kalzium-Ionen führt zu keiner Fällung.

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 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ und 35 g $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ werden in 300 ml Wasser aufgelöst, bei 70°C mit einer Lösung von 15 g $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 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



einem Kippchen 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, Freiburger 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 Freiburger 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-

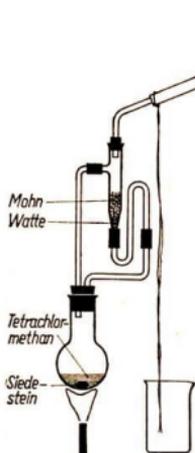


Abb. 102 „Einfacher Soxhlet“

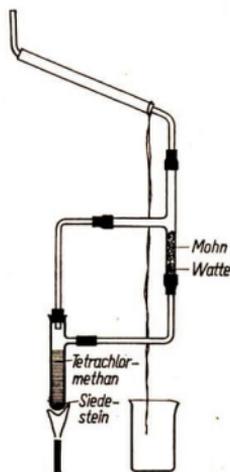
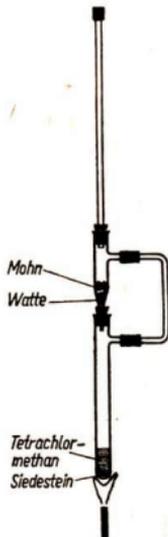


Abb. 103 Extraktionsapparat

(Durchföhrung a)



(Durchföhrung b)

kolben zurück. Die Lösung trübt sich dabei. Das aus dem Mohn herausgelöste Öl reichert sich im Lösungsmittel an. Auf dem Filterpapier 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, Freiburger 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. 103 a). 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 Verschuß 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. 103 b). In das obere Reagenzglas wird ein Wattebausch eingeführt, leicht ange-drückt 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, Freiburger 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

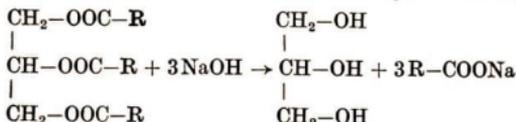
Chemikalien Pflanzenhartfett, Äthanol (Äthylalkohol), Natriumhydroxid fest, destilliertes Wasser, Natriumchlorid

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

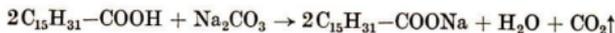
Hexadekansäure (Palmitinsäure), Oktadekansäure (Stearinsäure), Natriumkarbonat, destilliertes Wasser

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 Übersäumen 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

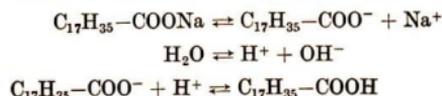
Die Schüler beobachten den für die technische Seifenbereitung wichtigen Effekt des Aussalzens. Die Vorgänge beim Aussalzen werden erklärt.

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:



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

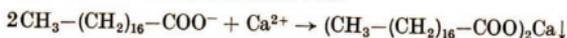
Alkoholische Seifenlösung, destilliertes Wasser, Leitungswasser, Kalziumchloridlösung, Kalziumhydrogenkarbonatlösung

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:



Vergleich der Eigenschaften von Seifen- und Waschmittellösungen

155

Zielstellung

Der Versuch soll den Unterschied zwischen Seife und Neutralwaschmittel, den unterschiedlichen pH-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 Fawalösung und einem Tropfen Seifenlösung auf Unitestpapier der pH-Wert ermittelt.

Ergebnis

Bei Zugabe von Kalziumchlorid zeigt sich in der Fawalösung 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 Fawalösung 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 Fawalösung 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 pH-Wertes zeigen den neutralen Charakter von Fawalösung, 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: $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{16}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{SO}_3\text{Na} \rightarrow \text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{16}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{SO}_3^- + \text{Na}^+$ 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.

4.2.12. Stickstoffhaltige organische Verbindungen

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. <i>Vorsicht!</i> 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 Biurettreaktion

158

Zielstellung	Die Schüler führen die Biurettreaktion aus und lernen damit einen Eiweißnachweis kennen.
Instrumentarium	Halbmikro-Reagenzglas, Spatel, Glasstab, Filtrierpapier, Reagenzglasständer
Chemikalien	Albumin, Wasser, Natriumhydroxidkonz., 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 Natriumhydroxidkonz. 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 Biurettreaktion.

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 Kohlendiamid (Harnstoff) 160

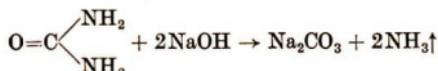
Zielstellung Es wird nachgewiesen, daß bei der Zersetzung von Kohlendiamid mit Natriumhydroxidlösung Ammoniak entsteht.

Instrumentarium 2 Uhrglasschalen, Spatel

Chemikalien Kohlendiamid (Harnstoff), Natriumhydroxidlösung konz., Wasser, Unitestpapier

Durchführung Auf einer Uhrglasschale gibt man zu einer Spatelspitze Kohlendiamid 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 Kohlendiamid entsteht Ammoniak:



Nachweis von Kohlendiamid (Harnstoff) mit Salpetersäure 161

Zielstellung Die Schüler weisen Kohlendiamid durch Fällung als Kohlendiamidnitrat (Harnstoffnitrat) nach.

Instrumentarium Halbmikro-Reagenzglas, Spatel, Glasstab, Reagenzglasständer

Chemikalien Kohlendiamid (Harnstoff), Wasser, Salpetersäure konz.

Durchführung Eine Spatelspitze Kohlendiamid wird in einem Halbmikro-Reagenzglas in 10 Tropfen Wasser gelöst und mit 5 Tropfen konzentrierter Salpetersäure versetzt.

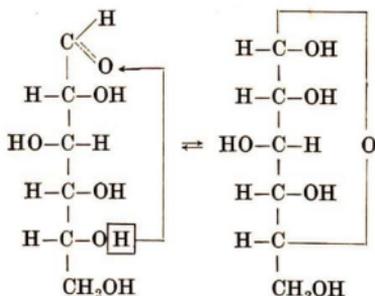
Ergebnis Kohlendiamid bildet mit Salpetersäure in wäßriger Lösung einen Niederschlag, das Kohlendiamidnitrat $\text{OC}(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{HNO}_3$.

4.2.13. Kohlenhydrate

Reaktion von Glukose (Traubenzucker) mit Schiff's 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 Halbzetals (\nearrow 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) 165 **mit ammoniakalischer Silbernitratlösung (Tollenssche Probe)**

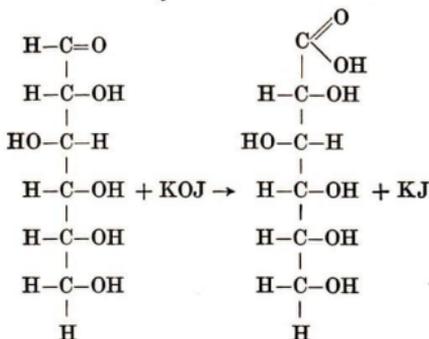
Zielstellung	Die Schüler weisen die funktionelle Gruppe der Alkanale (Aldehyde) in der Glukose nach.
Instrumentarium	Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Glasstab, Reagenzglashalter, (Spiritus-) Brenner
Chemikalien	Silbernitratlösung 1 n, Ammoniaklösung verd., Glukose-(Traubenzucker-)lösung 10%ig
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) 166 **und Fruktose (Fruchtzucker)**

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 Kaliumhypoioditlösung zu der Glukose- und Fruktoselösung gebracht.

Ergebnis

Glukose, die zu den Aldosen gehört, wird durch Kaliumhypojuditlösung 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, Reagenzglasstände, 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

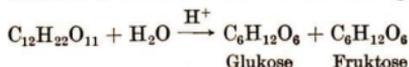
Zielstellung

Unter dem katalytischen Einfluß von Wasserstoff-Ionen wird Sacharose invertiert (hydrolysiert). Die reduzierenden Eigenschaften des Invertzuckers werden nachgewiesen.

Instrumentarium

Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasstände, 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:



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)

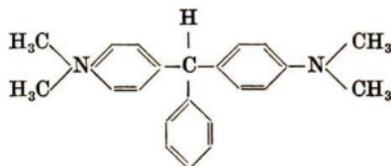
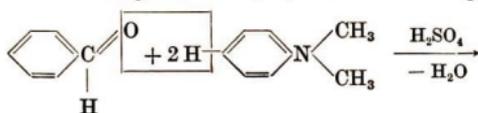
Durchführung Ein kleines Stück Sicherheitsfilm wird in einem Halbmikro-Reagenzglas mit Propanon übergossen. Die Lösung wird gerührt und auf einem Objektträger verstrichen.

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, Reagenzglasänder, Filterröhrchen, Tamponträger, Glasstab, Siedesteine
Chemikalien	Benzaldehyd, Dimethylanilin, Schwefelsäure konz., Wasser, Blei(IV)-oxid, Ammoniaklösung konz.
Durchführung	Im Apparat 15, der von einem Stativ gehalten 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



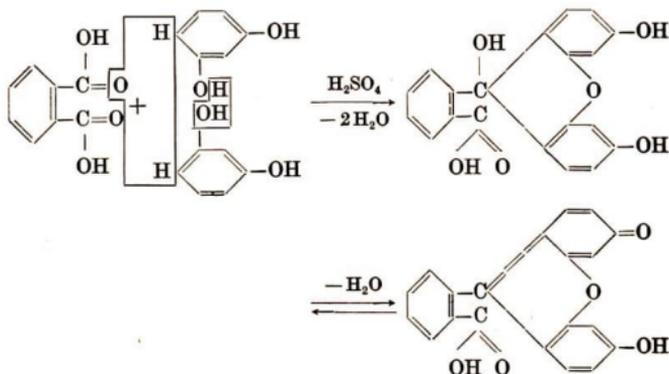
Malachitgrün

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 geschlossenem 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:

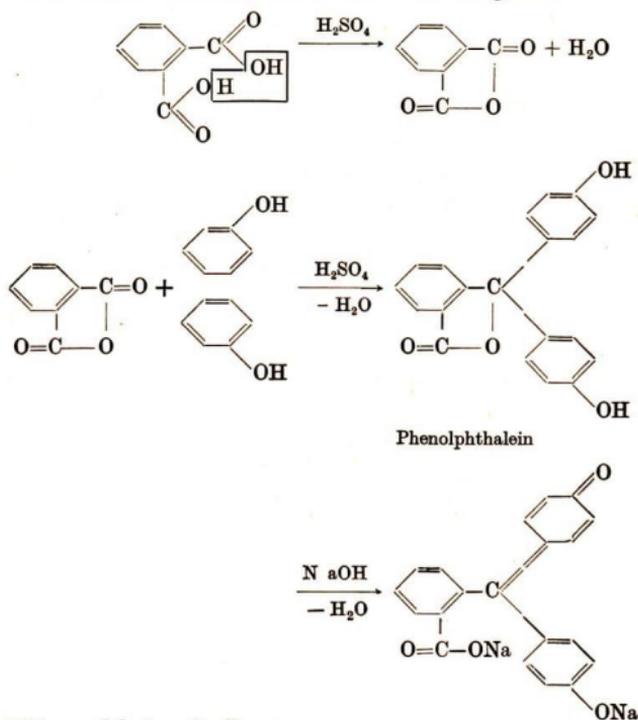


Darstellung von Phenolphthalein

175

Zielstellung	Die Schüler stellen den Indikatorfarbstoff Phenolphthalein aus Benzoldikarbonsäure-(1,2) und Phenol durch Kondensation her. Die Reaktionsgleichungen werden erarbeitet.
Bemerkungen	<i>Vorsicht!</i> 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 Verschuß 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.

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.

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, Filterpapier
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 Filterpapier.
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.

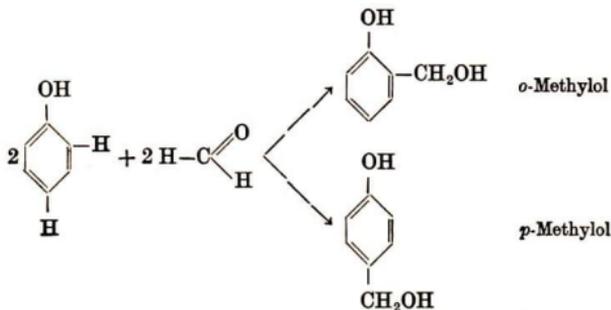
Bemerkungen *Vorsicht!* Phenol ist giftig und wirkt ätzend!

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

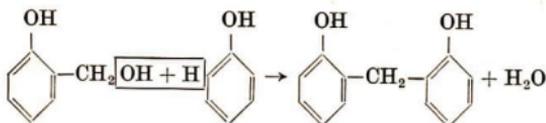
Chemikalien Phenol, Methanal (Formaldehyd), Salzsäure konz., Natriumhydroxidlösung konz.

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 Kohlsäurediamid (Harnstoff) und Methanal (Formaldehyd)

182

Zielstellung	Die Schüler lernen die Bildung eines Aminoplastes kennen.
Instrumentarium	Halbmikro-Reagenzglas, Reagenzglasständer, Glasstab, Spatel, Brenner
Chemikalien	Methanal (Formaldehyd), Kohlsäurediamid (Harnstoff), Salzsäure konz.
Durchführung	In einem Halbmikro-Reagenzglas löst man zwei reichliche Spatel Kohlsäurediamid in 20 Tropfen Methanal. Es wird gründlich verrührt bis zur vollständigen Auflösung des Kohlsäurediamids, vorsichtig erwärmt und dann ein Tropfen konzentrierte Salzsäure zugegeben. Der Glasstab bleibt dabei im Reagenzglas!
Ergebnis	Kohlsäurediamid und Methanal polykondensieren zu einer festen weißen Masse: $\text{H}_2\text{N}-\text{CO}-\text{NH}_2 + \text{HCHO} + \text{H}_2\text{N}-\text{CO}-\text{NH}_2 \rightarrow$ $\text{H}_2\text{N}-\text{CO}-\text{NH}-\text{CH}_2\text{NH}-\text{CO}-\text{NH}_2 + \text{H}_2\text{O}$

Im Verlauf der weiteren Reaktion entstehen zunächst kettenförmige Moleküle, die mit einem Überschuß an Methanal auch untereinander vernetzt werden können.

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) (Glycerin)
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 $\text{HOOC}-(\text{CH}_2)_4-\text{COOH}$ und Propantriol-(1, 2, 3) $\text{CH}_2(\text{OH})-\text{CH}(\text{OH})-\text{CH}_2\text{OH}$ 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	Kalziumkarbonat gekörnt
Aktivkohle pulv.	Kalziumnitrat
Aluminiumchlorid krist.	Kalziumoxid
Aluminiumdraht	Kalziumsulfat
Aluminiumgrieß	Kupferdraht
Aluminiumoxid	Kupferdrahtnetz
Aluminiumsulfat	Kupfer geraspelt
Asbestwolle	Kupfer(II)-chlorid
Ammoniumchlorid	Kupfer(II)-oxid
Bariumchlorid	Kupfer(II)-nitrat
Bariumhydroxid	Kupfer(II)-sulfat
Bariumoxid	Magnesiumgrieß
Bimsstein	Magnesium pulv.
Blei gekörnt	Magnesiumoxid
Blei(II)-chlorid	Magnesiumsulfat
Blei(II)-oxid	Mangan(IV)-oxid
Blei(IV)-oxid	Natriumchlorid
Blei(II)-nitrat	Natriumhydrogensulfid
Chrom(III)-oxid	Natriumhydroxid
Eisen pulv.	Natriumkarbonat
Eisen(III)-oxid	Natriumnitrat
Eisen(II)-sulfat	Natriumnitrit
Glaswolle	Natriumphosphat
Holzkohle pulv.	Platinasbest
Jod	Pyrit
Kaliumbromid	Quecksilber(II)-oxid
Kaliumdichromat	Schwefel pulv.
Kaliumhydrogensulfat	Seesand
Kaliumhydroxid	Silbersulfat
Kaliumjodid	Strontiumchlorid
Kaliumnitrat	Strontiumsulfat
Kaliumnitrit	Trockengel (Blaugel)
Kaliumpermanganat	Vanadin(V)-oxid
Kalzium geraspelt	Zer-Eisen-Katalysator
Kalziumchlorid	Zink gekörnt
Kalziumfluorid	Zink pulv.
Kalziumkarbonat gefällt	Zinkoxid

Anorganische Lösungen

Alle nicht besonders gekennzeichneten Lösungen sind 1 normal.

Ammoniaklösung konz.	Kupfer(II)-chloridlösung 5%ig
Ammoniaklösung verd.	Kupfer(II)-sulfatlösung 2 n
Ammoniumsulfatlösung	Magnesiumchloridlösung
Bariumchloridlösung	Natriumhydroxidlösung konz.
Bariumhydroxidlösung	Natriumhydroxidlösung verd.
Blei(II)-nitratlösung	Natriumkarbonatlösung 10%ig
Bromwasser verd.	Natriumsilikatlösung (Wasserglas) (7° Bé)
Chlorwasser gesättigt	Natriumsulfatlösung 10%ig
Eisen(III)-chloridlösung	Natriumsulfatlösung 0,5%ig
Jod-Kaliumjodidlösung	Perchlorsäure 30%ig
Kadmiumsulfatlösung	Phosphorsäure verd.
Kaliumbromidlösung	Salpetersäure konz.
Kaliumchloridlösung	Salpetersäure verd.
Kaliumchromatlösung 0,5 m	Salzsäure konz.
Kaliumjodatlösung 2%ig	Salzsäure verd.
Kaliumjodidlösung	Schwefelsäure konz.
Kaliumpermanganatlösung	Schwefelsäure verd.
Kaliumthiozyanatlösung	Schwefelwasserstoffwasser
Kalziumchloridlösung	Silbernitratlösung
Kalziumhydroxidlösung gesättigt	Strontiumchloridlösung
Kalziumhydrogenkarbonatlösung	Wasserstoffperoxidlösung 3%ig
Kohlendisulfid (Schwefelkohlenstoff)	

Organische Festsubstanzen

Albumin	Mohn
Aluminiumäthanat (Aluminiumazetat)	Natriumäthanat (Natriumazetat) wasserfrei
Benzoldikarbonsäure (Phthalsäure)	Natriummethanat (Natriumformiat)
Benzolkarbonsäure (Benzoessäure)	Oktadekansäure (Stearinsäure)
1,2-Dihydroxybenzol (Brenzkatechin)	Paraffin
1,3-Dihydroxybenzol (Resorzin)	PC-Flocken
1,4-Dihydroxybenzol (Hydrochinon)	Pflanzenhartfett
Fewa	Phenol
Fruktose (Fruchtzucker)	Sacharose (Rohrzucker)
Glukose (Traubenzucker)	Stärke
Hexadekansäure (Palmitinsäure)	Wofatit F
Hexandisäure (Adipinsäure)	Zellulose (Watte)
Kernseife	
Kohlensäureamid (Harnstoff)	

Organische Lösungen und Flüssigkeiten

4-Aminobenzolsulfonsäurelösung (Sulfanilsäure)	Methansäure (Ameisensäure) konz.
1-Aminonaphthalinlösung (α -Naphthylaminlösung)	Methylbenzol (Toluol)
Äthanal (Azetaldehyd)	Methylmethanat (Ameisensäuremethyl-ester)
Äthandisäurelösung (Oxalsäurelösung) 1 n	Natriumäthandiatlösung (Natriumoxalatlösung)
Äthansäure (Essigsäure) konz.	Nitrobenzol
Äthansäure (Essigsäure) verd.	Paraffinöl
Äthanol (Äthylalkohol) 96%ig	Pentanol-(1) (<i>n</i> -Amylalkohol)
Äthoxyäthan (Diäthyläther)	Phenol verflüssigt
Äthyläthanat (Essigsäureäthylester)	Propanon (Azeton)
Benzaldehyd	Propansäure (Propionsäure)
Benzin	Propantriol-(1, 2, 3) (Glycerin)
Benzol	Sacharoselösung 10%ig
Butanol-(1) (<i>n</i> -Butylalkohol)	Seifenlösung alkoholisch (nach Boutron-Boudet)
Diäthyläthandiat (Oxalsäurediäthylester)	Seifenlösung wäßrig
Dimethylaminobenzol (Dimethylanilin)	Sonnenblumenspeiseöl
Malachitgrünlösung etwa 0,01%ig	Tetrachlormethan (Tetrachlorkohlenstoff)
Methanal (Formaldehyd) 30...35%ig	
Methanol (Methylalkohol)	

Indikatoren und Reagenzien

Bleiäthanatpapier (Bleiazetatpapier)	Lackmuspapier rot
Fehlingsche Lösung I	Methylorangefärbung
Fehlingsche Lösung II	Methylrotlösung
Indikator M (125 mg Methylrot und 85 mg Methylenblau in 100 ml Methanol)	Phenolphthaleinlösung
Kaliumjodidstärkepapier	Schiffs Reagens
Lackmuslösung	Unitestlösung I
Lackmuspapier blau	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
 —, amphoterer 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
 amphoterer 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 150
 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
 Cannizzarische 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 23
 Destillieren eines Propanon-Methylbenzol-Gemisches 163
 Destillierkolben (Apparat 13) 49
 — für Rückfußdestillationen (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
 Freiburger 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 Schiff's Reagens 182
 Gummidoppelgeläse 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
 Kohensäureamid, 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
 Lehrereperimente 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
Methylmethanot, 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 Kohlensäureamid 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 39
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 Kohlen-
säurediamid 192
 salpetrige Säure, Einwirkung auf Kohlen-
säurediamid 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 Verbindun-
gen 135
 Schwefeldioxid
 —, Darstellung und Nachweis 98
 —, Reduktionswirkung 99
 Schwefelkristalle 95
 Schwefelsäure
 —, Darstellung nach dem Bleikammerv-
fahren 103
 —, Darstellung nach dem Kontaktver-
fahren 101
 —, Reaktionen der verdünnten und der
konzentrierten 105
 Schwefelwasserstoff, Darstellung aus
Schwefel und Paraffin 97
 Schwefelwasserstoffwasser, Darstellung
und Eigenschaften 96
 Schweizer Reagenz 187
 Seife
 —, Aussalzen aus einer wäßrigen Lösung
177
 —, Bildung von Kalkseife in hartem
Wasser 179
 —, Darstellung nach dem Karbonat-
verfahren 177
 Seife, Darstellung nach dem Laugenver-
fahren 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 Halbmikrokoehgläser 40
 Standflaschen mit Gewindekappe 32
 Standflaschen mit Kegelschliff 32
 Stärke
 —, Einwirkung von Salzsäure 186
 —, Nachweis 186
 Stativmaterial 40
 Stickstoff, Nachweis in organischen Ver-
bindungen 134
 Stofftransportieren (Luft, Flüssigkeiten)
55
 Sulfit
 —, Nachweis 99
 —, Nachweis neben Karbonaten 99

 Tablett 22
 Tamponträger 30
 Thermoplast, Unterscheidung Duroplast
194
 Thermoskop 69
 Technologische Experimente, Charak-
teristik 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 Demon-
strationsexperiment 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
verwendendes 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

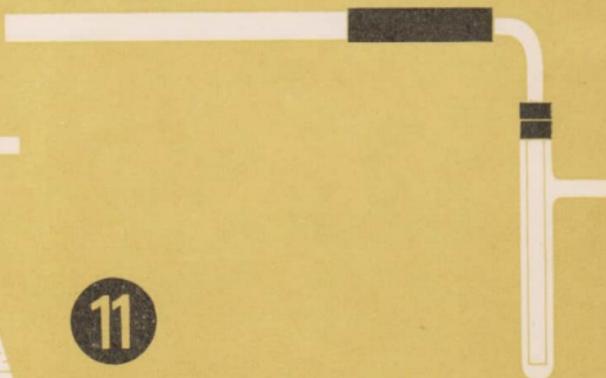
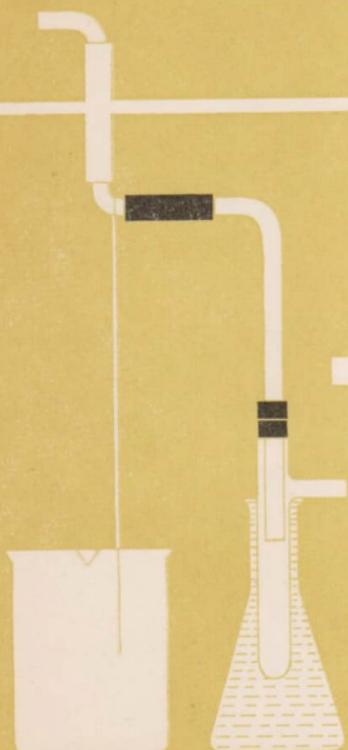
Halbmikrogaswäscher mit nach oben gerichtetem Ausgleichrohr am Gaseinleitungsrohr

12

Verbrennungsrohr mit Halbmikrogaswäscher

11

Halbmikrokondensationsvorlage



13

Destillierkolben



14

Reaktionskolben



15

Destillierkolben für Rückfluß-
destillation

