



Gerät zur Siedepunkterhöhung

36820.00

Betriebsanleitung

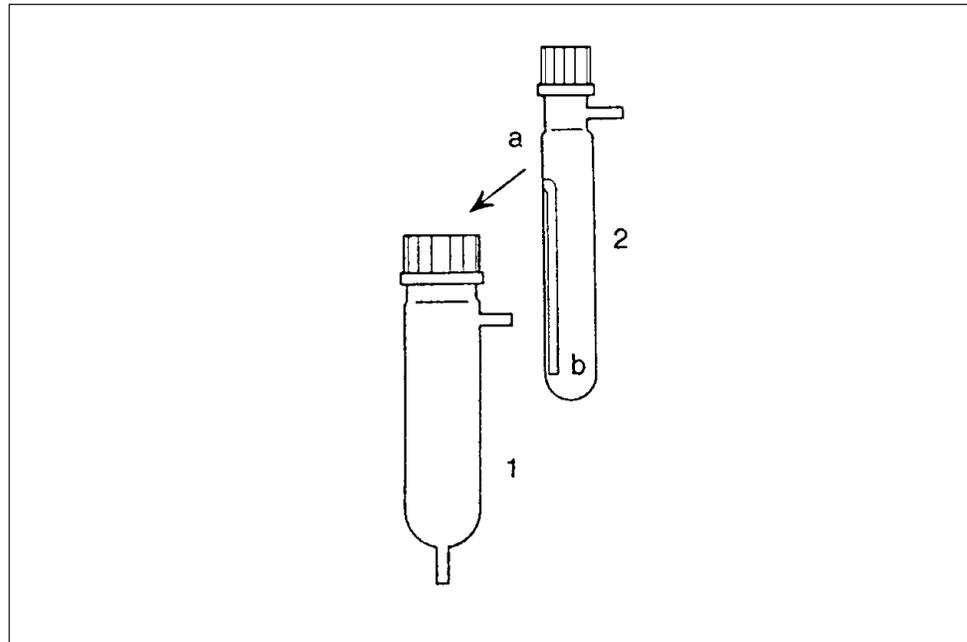


Abb. 1

## 1 GERATEBESCHREIBUNG

Das Gerät zur Messung der Siedepunkterhöhung besteht aus zwei zylindrischen Glasgefäßen, die ineinandergesetzt werden. Das äußere Gefäß 1 besteht aus einem Glasrohr mit GL45 Gewinde, der Verbindungskappe und dem Dichtring GL 45/32 mm. Es ist am Boden und kurz unterhalb des Gewindes seitlich mit Glasrohrstutzen ( $d = 8$  mm) versehen.

Das innere Gefäß 2 ist unten geschlossen. Am oberen Ende befindet sich ein Glasgewinde GL 25 mit Verbindungskappe und Dichtring GL 25/12, an der Seite oben ist ebenfalls ein Glasrohrstutzen ( $d = 8$  mm) angebracht. In diesem Gefäß befindet sich ein enges Glasröhrchen, das bei a mit einer Einlaßöffnung in der Gefäßwand beginnt und bei b kurz oberhalb des Gefäßbodens endet.

Das innere Gefäß 2 wird so in das äußere Gefäß 1 eingesetzt, daß die Einlaßöffnung a sich unterhalb des Dichtringes 45/32 mm befindet, der zusammen mit der Schraubkappe GL 45 die gasdichte Verbindung beider Gefäße bewirkt. Die Öffnung a darf also nicht vom Dichtring verschlossen werden!

## 2 VERSUCHSBEISPIEL

Bestimmung molarer Massen durch Messung der Siedepunkterhöhung (Ebullioskopie).

### 2.1 Versuchsaufbau

Bevor man die beiden Gefäße ineinandersetzt und verschraubt, wird durch eine erste Wägung die genaue Masse des trockenen inneren Gefäßes festgestellt und notiert ( $= m_1$ ). Das zusammengesetzte Gerät 3 wird dann in einen Rundkolben (250 ml) eingesetzt, der mit zirka 150 bis 200 ml des zu verwendenden Lösungsmittels und einigen Siedesteinen gefüllt ist. Den Kolben wiederum setzt man in eine Heizhaube.

An die seitlichen Glasrohrstutzen werden kurze Silikonschläuche angeschlossen, die bei Verwendung von Wasser

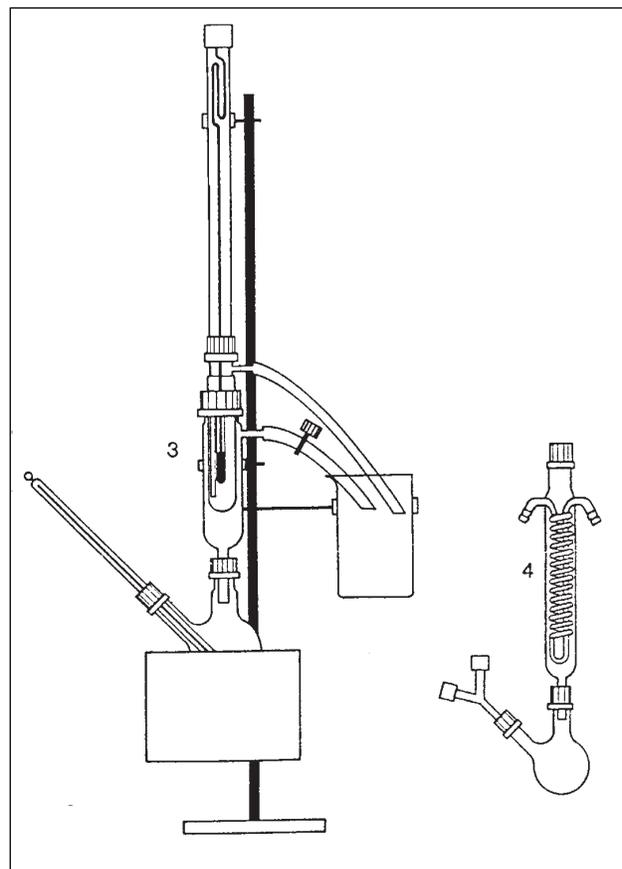


Abb. 2

als Lösungsmittel einfach in ein Becherglas führen, dort jedoch nicht bis auf den Boden reichen dürfen, sondern etwa in der Becherglasmitte enden. Bei Verwendung organischer Lösungsmittel werden diese Schläuche über ein Y-förmiges Verbindungsrohr mit einem Zweihalskolben (100ml) verbunden, der mit einem Rückflußkühler (Dimroth-Kühler)

versehen ist (4). Auf den mit dem äußeren Gefäß verbundenen Schlauch wird eine Schlauchklemme gesetzt, die zunächst geöffnet bleibt.

In das innere Gefäß werden zirka 40 ml Lösungsmittel gegeben. Dann wird dieses Gefäß mit eingesetztem Beckmann-Thermometer verschlossen. Letzteres ist vorher nach der speziellen Bedienungsanleitung auf das verwendete Lösungsmittel (Siedepunkt und etwa zu erwartende Siedepunkterhöhung beachten) einzustellen. Man bedenke, daß das Beckmann-Thermometer nur zur Messung von Temperaturdifferenzen bis 5° C geeignet ist und nicht zur Messung von absoluten Temperaturen.

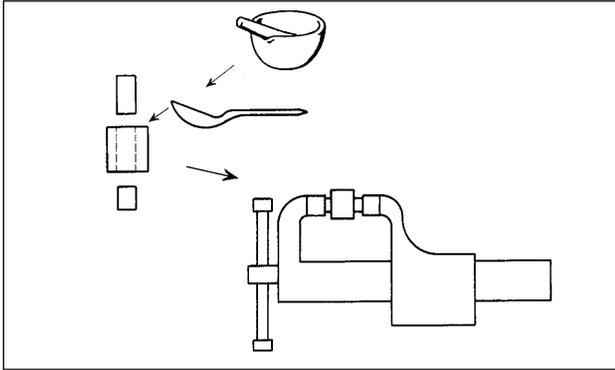


Abb. 3

## 2.2 Vorbereitung der zu untersuchenden Substanz

Die Substanz, deren molare Masse bestimmt werden soll, muß in Pilleform vorliegen. Zur Herstellung der Pillen dient eine einfache Pillepresse (Abb.3). Sie funktioniert folgendermaßen: Die Substanz wird in einem Mörser fein zermahlen. Dann setzt man in die Bohrung des Preßzylinders zuerst den kleinen Stahlstempel ein. Er verschließt die Bohrung auf der Unterseite. Dann füllt man die Bohrung mit der feingemahlene Substanz, setzt den längeren Stempel von oben her auf die Bohrung und drückt die Substanz damit etwas zusammen. Anschließend spannt man die Presse nach Abb. 3 in einen Schraubstock und drückt damit auf die Stempel, so daß die Substanz zu einer festen Pille geformt wird. Nach dem Pressen wird die Pille mit dem langen Stempel aus dem Zylinder herausgedrückt. Für eine Messung werden 1 bis 2 Pillen von etwa 5 bis 7 mm Dicke benötigt. Ihre Masse (=  $m_s$ ) wird durch eine Wägung auf mindestens 1 mg genau bestimmt.

Zur Übung und zur Demonstration der Bestimmung molarer Massen durch Messung der Siedepunkterhöhung eignet sich als Lösungsmittel schon Wasser und als Prüfsubstanz Harnstoff oder Hydrochinon. Die festen Stoffe sind selbstverständlich nur in trockenem Zustand einzusetzen. Sie sollten wenigstens 24 Stunden in einem Exsikkator getrocknet werden.

Bei Verwendung anderer Stoffe ist jeweils zu beachten, welches Lösungsmittel zu wählen ist. Die für jedes Lösungsmittel spezifischen ebullioskopischen Konstanten können einschlägigen Tabellenwerken entnommen werden.

Statt eines Beckmann-Thermometers kann zur Temperaturmessung auch ein elektronisches Meßgerät eingesetzt werden, wenn es die erforderliche Meßgenauigkeit (0,01°C) aufweist, z.B. das Digital-Temperaturmeßgerät 4-2 Nr.13617.93

## 2.3 Durchführung der Messung

Das Lösungsmittel im Kolben wird auf Siedetemperatur erhitzt. Der entstehende Dampf steigt in das äußere Gefäß auf und erwärmt das innere Gefäß. Ein Teil des Dampfes kondensiert dabei, ein anderer Teil entweicht über den

Schlauch mit Schlauchklemme in das Becherglas bzw. den Kolben mit Rückflußkühlung.

Sobald nach einigen Minuten Siedezeit der Quecksilberfaden des Beckmann-Thermometers in den Skalenbereich aufgestiegen ist, senkt man die Heizhaube für ein paar Sekunden ab, so daß das Sieden kurzzeitig aufhört und das im äußeren Gefäß kondensierte Lösungsmittel in den Kolben zurückfließt. Ist das geschehen, führt man die Heizhaube wieder an den Kolben und läßt weitersieden. Steigt wieder Dampf auf, schließt man die Schlauchklemme, so daß nun der Dampf über das innere Glasröhrchen in das innere Gefäß und dort durch das Lösungsmittel strömt. Dieses erreicht nun in kurzer Zeit die Siedetemperatur. Diese wird auf 1 Hundertstel Grad genau abgelesen. Mittels einer Lupe kann man aber auch noch Tausendstel Grad schätzen, wenn sich das Quecksilberende genau zwischen zwei Skalenstrichen befindet. Der gefundene (relative) Temperaturwert wird notiert (=  $t_1$ ).

Nun hebt man das Thermometer an, und wirft rasch die Substanzpillen in das siedende Lösungsmittel. Danach verschließt man das Gefäß wieder und bringt das Thermometer in die ursprüngliche Stellung zurück.

Beobachtung: Während sich die Substanz löst, steigt die Siedetemperatur an.

Hat der Quecksilberfaden erneut einen Höchststand erreicht, wird auch dieser abgelesen und notiert (=  $t_2$ ).

Danach öffnet man zuerst wieder die Schlauchklemme (wichtig! Damit beim Abschalten des Heizgerätes keine Flüssigkeit aus dem inneren Gefäß in den Kolben gesaugt wird). Anschließend erst wird die Heizhaube ausgeschaltet und abgesenkt, so daß das Sieden im Kolben rasch aufhört.

Zur Bestimmung der Masse des Lösungsmittels (=  $m_L$ ) wird nun das Thermometer entfernt, das innere Gefäß vorsichtig ausgebaut (Achtung! Es ist noch sehr warm) und mit samt der darin befindlichen Lösung gewogen. Die gefundene Masse (=  $m_2$ ) wird notiert.

## 2.4 Auswertung

Es wurden gemessen:

Masse des leeren Gefäßes	= $m_1$
Masse des Gefäßes mit Lösung	= $m_2$
Masse der gelösten Substanz	= $m_s$
Siedetemperatur Lösungsmittel	= $t_1$
Siedetemperatur der Lösung	= $t_2$

$$\text{Masse des Lösungsmittels } m_L = m_2 - m_1 - m_s$$

$$\text{Siedepunkterhöhung } \Delta_t = t_2 - t_1$$

Da sich die Siedepunkterhöhung proportional zur molalen Konzentration (= mol auf 1000 g Lösungsmittel) verhält, gilt:

$$M: \frac{m_s \cdot 1000}{m_L} = K: \Delta_t$$

M = molare Masse

$$M = \frac{m_s \cdot 1000 \cdot K}{m_L \cdot \Delta_t}$$

K = ebullioskopische Konstante (Sie ist spezifisch für jedes Lösungsmittel).

Sie können einschlägigen Tabellenwerken entnommen werden .

Beispiel einer Messung:

$$\begin{aligned}
 m_s &= 0,675 \text{ g Harnstoff} \\
 \Delta_t &= 0,128^\circ\text{C (letzte Stelle geschätzt)} \\
 m_L &= 45,0 \text{ g (H}_2\text{O)} \\
 K &= 0,515 \text{ (für Lösungsmittel Wasser)}
 \end{aligned}$$

$$M = \frac{0,675 \text{ g} \cdot 1000 \cdot 0,515}{45,0 \text{ g} \cdot 0,128 \text{ }^\circ\text{C}} = 60,35 \text{ g/mol}$$

(Harnstoff = 60,05 g)

Bei Bestimmung der ebullioskopischen Konstanten von Lösungsmitteln durch Verwendung bekannter Substanzen ergibt sich K aus:

$$K = \frac{M \cdot \Delta_t \cdot m_L}{m_s \cdot 1000}$$

## 2.5 MATERIAL

Bunsenstativ, $h = 750 \text{ mm}$	37694.00
Doppelmuffe	(4x) 37697.00
Universalklemme	(2x) 37715.00
Universalklemme mit Gelenk	(2x) 37716.00
Gerät zur Siedepunkterhöhung	36820.00
Beckmann-Thermometer für Siedepunkterhöhung	36820.10
Rundkolben 250 ml, GL 25/12	35812.15
Dichtungen GL 25/8 mm, 10 Stück	41242.03
Becherglas 250 ml, hohe Form	36004.00
Rundkolben 100 ml, zweihalsig, GL 25/12; GL 18/8	35842.15
Dimroth-Kühler, GL 25/12	35815.15
Verbindungsrohrchen, Y-förmig, $d = 8 \text{ mm}$	47518.03
Silikonschlauch, $d_i = 7 \text{ mm}$	39296.00
Gummischlauch, $d_i = 8 \text{ mm}$	(2x) 39283.00
Mörser mit Pistill, $d = 100 \text{ mm}$	32604.00
Schlauchklemme 15 mm	43631.15
Löffel mit Spatelstiel	33398.00
Pillenpresse	04403.04
Heizhaube 250 ml	47550.93
Stativklemme für Heizhauben	47557.01
Harnstoff, 250 g	30086.25
Hydrochinon, 250 g	30089.25
Siedesteinchen, 200 g	36937.20
Losungsmittel nach Bedarf	
Waage und Schraubstock	