

# Chemisches Praktikum

## Experiment 17 :

Durch Destillation soll ein etwa 120 ml Ethanol-Wassergemisch getrennt werden.

### Versuchsaufbau:

Die Steckverbindungen der Glasteile werden mit etwas Vaseline eingeschmiert, damit man sie beim Abbau wieder gut voneinander entfernen kann. Zusätzlich werden die Verbindungen mit Plastikklemmen fixiert. Der Liebigkühler wird nach dem Gegenstromprinzip betrieben. Die gesamte Apparatur wird mit Hilfe von Stativen gehalten. Zur Vermeidung eines Siedeverzugs werden Siedesteinchen in den Kolben gegeben. Nach vollständigem Aufbau wird die Flüssigkeit zugegeben und das Thermometer positioniert.

### Versuchsablauf:

- Spannungsfreiheit der Apparatur überprüfen
- Kühlwasser des Liebigkühlers aufdrehen
- Anmachen des Brenners und langsames destillieren.
- 4 Reagenzgläser mit jeweils ca. 12ml Destillat werden nacheinander aufgefangen, dabei wird die Siedetemperatur abgelesen.
- Nach Beendigung Brenner und Kühlwasser abstellen und die Apparatur vorsichtig entfernen.
- Mit der Ausgangslösung wird ebenfalls ca. 12 ml in ein Reagenzglas gefüllt.
- Dichtepfung mit einem Pyknometer der 5 Destillate.

### Auswertung:

Die Temperatur steigt während der Destillation langsam an. Da das Ethanol schon bei 79°C siedet, verflüchtigt es sich aus der Lösung, so dass die Wasserkonzentration zunimmt.

1.Destillat:	80°C
2.Destillat:	82 °C
3.Destillat:	83 °C
4.Destillat:	83,5 °C

### Dichteberechnung:

Masse Pyknometer:	16,4873 g
Volumen Pyknometer:	10ml

$$\text{Dichte} = (\text{Gesamtmasse} - \text{Masse Pyknometer}) / \text{Volumen Pyknometer}$$

1.Destillat:	(25,165 g – 16,4873 g) / 10 ml	=	0,86777 g/ml
2.Destillat:	(25,223 g – 16,4873 g) / 10 ml	=	0,87357 g/ml
3.Destillat:	(25,262 g – 16,4873 g) / 10 ml	=	0,87747 g/ml
4.Destillat:	(25,301 g – 16,4873 g) / 10 ml	=	0,88137 g/ml
5.Destillat:	(26,117 g – 16,4873 g) / 10 ml	=	0,96297 g/ml

### Ablesung der Ethanolkonzentration aus der Tabelle:

1.Destillat:	70,5 %
2.Destillat:	68%
3.Destillat:	66,5%
4.Destillat:	65%
5.Destillat:	25%

### Fazit:

Wie oben bereits erklärt nimmt die Ethanolkonzentration in dem Glaskolben ab. Im Destillat sinkt sie ebenfalls, da immer mehr Wasser im Kolben mitverdampft.

### Experiment 18:

Gravimetrische (gewichtsanalytische) Bestimmung des Eisengehalts ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) einer Eisensulfatlösung.

#### Arbeitsvorgang:

Von der Eisensalzlösung werden mit einer Pipette 10 ml entnommen und in ein 250 ml-Becherglas gegeben. Diese wird mit etwas Deionat verdünnt und mit Bromwasser versetzt und dazu halbkonzentrierte Salzsäure dazugegeben. Anschließend wird die Lösung bis kurz vor dem Sieden mit einem Bunsenbrenner erwärmt. Dabei werden die Eisenionen weiter oxidiert, so dass sie als Eisen-III-Ionen vorliegen. Außerdem wird so das überschüssige Brom verdampft.

Nun wird 10% Ammoniakwasser (ich nahm konz. Ammoniak) unter rühren mit einem Glasstab in das Becherglas gefüllt. Dadurch wird das  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  gefällt.



Sollte sich die Fällung nicht in Gang setzen, muss mehr Ammoniakwasser dazugegeben werden.

Nach einigen Minuten (bis zum Absetzen des Niederschlags) wird die Lösung mit einem geeigneten Filter (in einem Trichter) filtriert. Dabei ist zu beachten, dass zu Beginn der größte Teil der Flüssigkeit dekantiert, bevor der Niederschlag in den Filter gebracht wird !! Erst wenn die restliche Lösung sicher in den Filter passt, wird umgerührt und schnell in den Trichter geleert. Hierbei bleibt nämlich am wenigsten der Ausfällung im Becherglas.

Um die restliche Ausfällung zu filtrieren, wird mit einer Spüllösung ca. 3 - 4 mal das Becherglas ausgewaschen.

Ist die Flüssigkeit im Filter vollständig abgelaufen, wird der Filter vorsichtig mit einer Pinzette aus dem Trichter entfernt und zusammengefaltet in einen genau abgewogenen Porzellantiegel gebracht.

Nun wird dieser auf einem geeigneten Gestell zunächst vorsichtig erwärmt, bis die Flüssigkeit vollständig verdampft ist. Ist keine Flüssigkeit mehr vorhanden, wird stark erwärmt, um das Filterpapier zu veraschen.

Anschließend wird der Tiegel für etwa 1 Stunde im Tiegelofen bei  $800^\circ\text{C}$  –  $900^\circ\text{C}$  geglüht.

Die Differenz der Masse des Tiegels vor und nach dem Glühen ist die Masse des  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

#### Auswertung:

Masse des  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  : 0,0540g

Molare Masse des  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ : 159,7g

0,0540g  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  entsprechen:  $3,38134 \cdot 10^{-4}$  Mol

In 0,0540g  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sind:  $3,38134 \cdot 10^{-4}$  Mol \* 55,85 g/Mol \* 2 = **0,0377g** Fe enthalten.