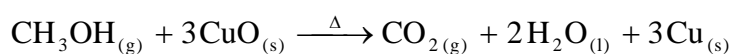


Gruppe 1 – eigener Versuch

Quantitative Bestimmung von Kohlenstoff (volumetrisches Verfahren)

Reaktion:



Zeitbedarf:

Vorbereitung: 20 min
 Versuchsdurchführung: 15 min
 Nachbereitung 10

Chemikalien:

Chemikalien	Summenformel	Menge	R-Sätze	S-Sätze	Gefahrensymbole	Schuleinsatz (HessGiss)
Methanol	CH ₃ OH _(l)	ca. 6 mL	11-23/24/25- 39/23/24/25	(1/2)-7-16- 36/37-45	F, T	S 1
Kupfer(II)-oxid	CuO _(s)	ein gefülltes Reagenzglas	22-50/53	22-61	Xn, N	S 1

Geräte und Materialien:

- Kolbenprober
- Wasserschlauch (ca. 8 – 10 cm Länge)
- 2 Schlauchschellen
- 2 mL Spritze mit Kanüle
- dickwandiges Reagenzglas
- durchbohrter Reagenzglasstopfen
- Glasröhrchen (ca. 7 – 10 cm Länge)
- Gasbrenner

Versuchsaufbau:

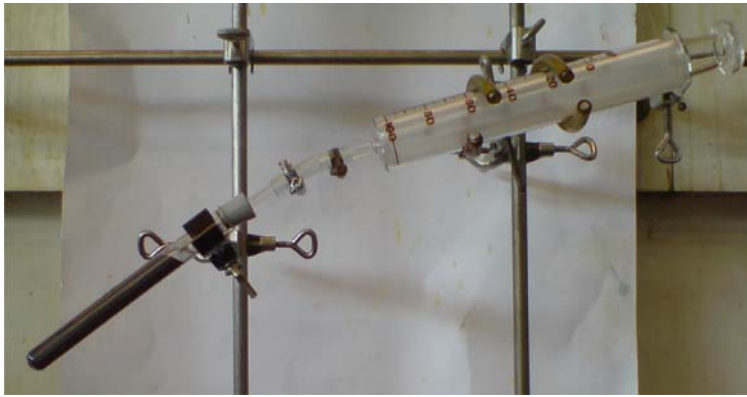


Abb. 1: Reagenzglas mit Kupfer(II)-oxid, Methanol und verbundener Kolbenprober.

Versuchsdurchführung:

Mit einer 2 mL Spritze sind in ein trockenes, kaltes Reagenzglas 0,1 mL wasserfreies Methanol (das entspricht einer Masse von $m(\text{CH}_3\text{OH}) = 0,08 \text{ g}$) einzufüllen. Das Reagenzglas wird nun rasch mit drahtförmigem Kupfer(II)-oxid bis etwa 1,5 cm unter die Öffnung gefüllt. Dabei darf das Reagenzglas nur an der Öffnung mit zwei Fingern gehalten werden, um jede Erwärmung zu vermeiden. Das gefüllte Reagenzglas ist über ein kurzes Glasrohr an den Kolbenprober anzuschließen. Nun wird bei leichter Schräglage des Reagenzglases der obere Teil des Kupfer(II)-oxids auf Rotglut erhitzt und dann die Flamme langsam zum Boden des Reagenzglases vorgerückt. Es wird so lange erhitzt, bis die Gasentwicklung, ersichtlich an der Bewegung des Kolbens aufhört.

Achtung! Durch vorsichtiges Drehen muss ein Festsetzen des Kolbens verhindert werden.

Nach Beendigung der Reaktion ist etwa 5 min zu warten. Dann wird das Volumen am Kolbenprober abgelesen.

Zimmertemperatur und Luftdruck sind zu messen.

Beobachtungen:

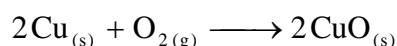
Das Kupfer(II)-oxid am oberen Ende des Reagenzglases glühte nach etwa 5 - 7 min Erhitzen mit der Bunsenbrennerflamme. Im Bereich des Reagenzglasstopfens, sowie im verbindenden Schlauchabschnitt bildete sich Kondensationswasser. Der Kolbenprober füllte sich auf ein Volumen von 42 mL mit dem Produktgas. Im Reagenzglas ist unter dem Kupfer(II)-oxid auch elementares Kupfer zu sehen.



Abb. 2: Gebildetes elementares Kupfer zwischen dem Kupfer(II)-oxid

Entsorgung:

Die gasdichte Apparatur wurde vorsichtig unter dem Abzug geöffnet, um das Gas entweichen zu lassen. Das drahtförmige Kupfer(II)-oxid–Kupfer-Gemisch wurde in eine große Porzellanschale gegeben und durch Erhitzen mit der Bunsenbrennerflamme zu reinem Kupfer(II)-oxid oxidiert. Auf diese Weise konnte das Oxidationsmittel regeneriert werden und musste nicht in der Feststofftonne entsorgt werden.



Da der Oxidationsprozess des Methanols mittels Kupfer(II)-oxid viel Energie benötigt ist es möglich, dass Spuren von Methanol und oxidativ gebildetem Formaldehyd in dem Oxid verbleiben. Durch das Erhitzen mit dem Gasbrenner wurden diese Spuren verbrannt bzw. ausgetrieben.

Fachliche Analyse:

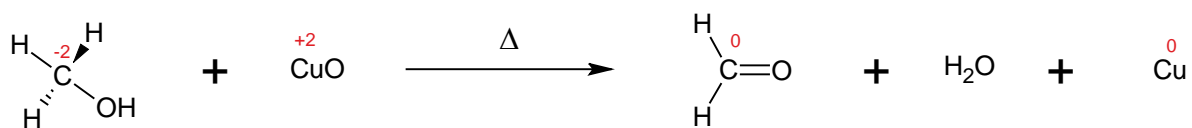
Schon lange befassen sich Chemiker mit dem Problem der Strukturanalyse von Molekülen. Hierbei gibt es stets zwei Fragen, die von Interesse sind. Erstens gilt es zu klären, welche Elemente mit welchem Anteil innerhalb einer Verbindung vorhanden sind und zweitens, in welcher Art und weise die Atome miteinander verknüpft sind. Erst wenn die genaue Struktur eines Moleküls bekannt ist, kann nach Möglichkeiten gesucht werden, um das Molekül gezielt zu synthetisieren. Moderne Strukturanalyseverfahren wie die NMR-Spektroskopie (**N**uclear **M**agnetic **R**esonance), auch als Kernspinresonanz-Spektroskopie bezeichnet, können beide Fragen in einem Prozess beantworten. Die NMR-Spektroskopie ist trotz des enormen technischen Aufwandes die mit Abstand wichtigste Analyseverfahren zur Strukturaufklärung organischer Substanzen. Ein häufig in der Anorganischen Chemie verwendetes Verfahren zur Strukturklärung ist die Röntgenstruktur-Analyse. Durch die Beugung von Röntgenstrahlen kann z. B. die Koordination von Kristallgittern geklärt werden kann.

Vor der Entwicklung dieser modernen Analysemethoden stand meist eine ganze Versuchsreihe, um den molekularen Aufbau einer Substanz nachweisen zu können. Um beispielsweise den Kohlenstoffgehalt in Methanol nachzuweisen, ist zunächst ein qualitativer Kohlenstoff-

nachweis erforderlich. Dieser kann beispielsweise über die Luftverbrennung von Methanol und das Überleiten der Verbrennungsgase durch eine Calciumhydroxid-Lösung erfolgen. Bei Anwesenheit von Kohlenstoff, in Form des CO_2 -Moleküls, bildet sich Calciumcarbonat, das für eine deutliche Trübung der Lösung sorgt.

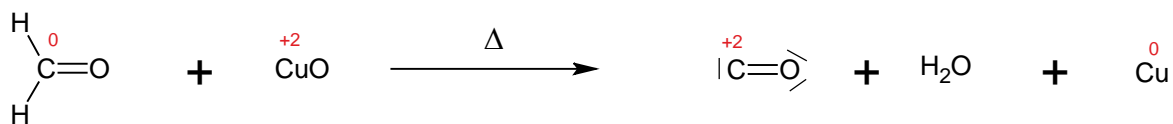
Ist der Nachweis eines Elementes in einer Substanz erbracht, so wird nun geklärt welchen Anteil das Element innerhalb des Moleküls trägt. Die Gehaltsbestimmung eines Elements innerhalb einer Verbindung wurde früher oft über das Volumen eines Produktgases geführt. Der Kohlenstoffgehalt von Methanol kann so über die Bildung von Kohlenstoffdioxid bestimmt werden. Da für die Volumenbestimmung eines Gases eine gasdichte Apparatur benötigt wird, muss eine Alternative zum Oxidationsmittel Sauerstoff gefunden werden. Als Oxidationsmittel für die volumetrische Kohlenstoffgehaltsbestimmung in Methanol dient Kupfer(II)-oxid.

Das anfangs flüssige Methanol geht durch das Erhitzen mittels Bunsenbrennerflamme in die Gasphase über und setzt sich am glühenden Kupfer(II)-oxid zunächst zu Formaldehyd und Wasser um. Dabei findet eine Redoxreaktion statt, bei der das Kohlenstoff-Atom des Methanols von der Oxidationszahl -2 auf die Oxidationszahl 0 im Formaldehyd oxidiert wird. Gleichzeitig wird das Kupfer(II)-oxid zu elementarem Kupfer reduziert.



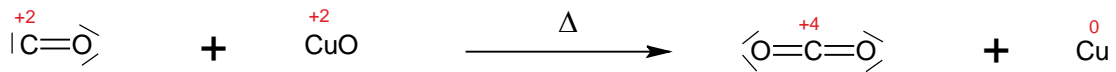
Methanol Kupfer(II)-oxid Formaldehyd Kupfer

In einem zweiten Reaktionsschritt wird der gebildete Formaldehyd vom Kupfer(II)-oxid zu Kohlenstoffmonooxid und Wasser weiteroxidiert. Hierbei findet ebenfalls ein Elektronentransfer von zwei Elektronen vom C-Atom des Aldehyds auf das Cu-Atom statt. Der Kohlenstoff hat als Endprodukt im CO -Molekül die Oxidationszahl +2. Das Cu(II) -oxid wird analog zur vorangegangenen Reaktion zu elementarem Kupfer reduziert.



Formaldehyd Kupfer(II)-oxid Kohlenstoffmonooxid Kupfer

Schließlich wird in einer dritten Redoxreaktion das Kohlenstoffmonooxid vom Kupfer(II)-oxid zu Kohlenstoffdioxid oxidiert. Analog zu den vorangegangenen Reaktionen wird elementares Kupfer gebildet. Das C-Atom des CO_2 -Moleküls trägt die Oxidationszahl +4.



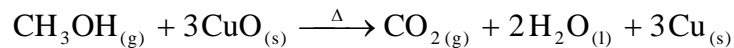
Kohlenstoffmonooxid

Kupfer(II)-oxid

Kohlenstoffdioxid

Kupfer

Die drei Einzelgleichungen können in der folgenden Gesamtreaktionsgleichung formuliert werden.



Das entstehende Wasser kondensiert am oberen Teil des Reagenzglases sowie im Verbindungsstück zum Kolbenprober und kann bei der Volumenmessung vernachlässigt werden. Am Kolbenprober wird daher das $\text{CO}_{2(g)}$ Volumen abgelesen.

Die Messung ergab ein Volumen von: $V(\text{CO}_2) = 42 \text{ mL}$

Mit Hilfe des Idealen Gasgesetzes kann nun die Stoffmenge an Kohlenstoffdioxid berechnet werden. Dabei gilt für ideale Gase die folgende Beziehung:

$$V \cdot p = n \cdot R \cdot T$$

$V \cong$ Volumen

$p \cong$ Druck

$n \cong$ Stoffmenge

$R \cong$ universelle Gaskonstante

$T \cong$ Temperatur

Es wurden folgende Werte im Experiment ermittelt:

$$V = 42 \text{ ml} = 0,042 \text{ L}$$

$$p = 1 \text{ bar (Atmosphäre)}$$

$$T = 23^\circ\text{C (Raumtemperatur)}$$

Daraus ergibt sich folgende Stoffmenge an Kohlenstoff:

$$n(\text{C}) = n(\text{CO}_2) = \frac{V \cdot p}{R \cdot T} = \frac{0,042 \text{ L} \cdot 1 \text{ bar}}{0,083145 \frac{\text{bar}}{\text{mol K}} \cdot 296,15 \text{ K}} = 0,0017 \text{ mol} = 1,7 \text{ mmol}$$

Der im Kohlenstoffdioxid enthaltene Kohlenstoff hat eine Masse von:

$$m(\text{C}) = n(\text{C}) \cdot M(\text{C}) = 0,0017 \text{ mol} \cdot 12 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 0,0204 \text{ g} \approx 0,02 \text{ g}$$

Aus diesem Wert kann der Massenanteil des Kohlenstoffs in Methanol berechnet werden:

$$w(\text{C}) = \frac{m(\text{C})}{m(\text{CH}_3\text{OH})} = 0,25$$

Der experimentell ermittelte Massenanteil an Kohlenstoff in Methanol beträgt damit 25 %. Der theoretische Wert liegt mit 37,45 % deutlich höher.

Diese Diskrepanz kann damit erklärt werden, dass das Methanol möglicherweise nicht vollständig zu CO_2 umgesetzt wurde. Für die Umsetzung von Methanol zu Kohlenstoffdioxid am Oxidationsmittel CuO werden sehr hohe Temperaturen benötigt. Es ist denkbar, dass ein Teil des Methanols in die Gasphase übergegangen ist und **nicht** mit dem CuO reagierte, da dieses nicht mehr die erforderliche Temperatur hatte. Das nicht umgesetzte Methanol konnte mit dem Wasser im oberen Teil des Reagenzglases kondensieren und schmälerte dadurch die Gasbildung signifikant.

Methodisch-didaktische Analyse:

1. Einordnung

Der Versuch kann wie folgt in die Themengebiete des hessischen Lehrplans (G8) eingebettet werden.

Jahrgangsstufe u. Unterrichtseinheit	Themengebiet
7G.2	<u>Gesetz von der Erhaltung der Masse:</u> Anhand quantitativer Versuche in geschlossenen Systemen das Gesetz ableiten und mit Hilfe des Teilchenmodells begründen.
8G.1	<u>Stoffmengenbegriff:</u> Quantitative Betrachtungen in verschiedenen Kontexten (Lebensmittelinhaltsstoffe, Grenzen der Nachweisbarkeit, Herstellung von chemischen Verbindungen).
10G	<u>Weg zur Molekül- oder Summenformel:</u> quantitative Elementaranalyse (nach Liebig) und Berechnung der Verhältnisformel; Bestimmung der Molaren Masse nach verschiedenen Methoden und Berechnung der Molekülformel (Summenformel).
11G.2	<u>Identifizierung von Kohlenstoffverbindungen:</u> Qualitative und quantitative Nachweisverfahren für funktionelle Gruppen; Chemische Analyseverfahren zur Ermittlung der Summenformel und der Konstitutionsformel.

2. Aufwand

Die Versuchsapparatur ist einfach gehalten. Alle verwendeten Geräte gehören zur Standardausrüstung einer chemischen Sammlung. Die verwendeten Chemikalien werden nur in kleinen Mengen verbraucht oder können regeneriert werden. Dadurch verursacht der Versuch nur geringe Kosten. Der Aufbau einer gasdichten Apparatur verlangt große Sorgfalt und kann die Vorbereitungszeit deutlich vergrößern. Ebenso ist große Sorgfalt bei der Einwaage der eingesetzten Masse an Methanol erforderlich. Durch die geringe Menge an verwendetem Methanol wirken sich kleine Messfehler signifikant auf das Ergebnis aus. Das Erhitzen des Kupfer(II)-oxids bis zur Rotglut kann die Durchführungsdauer stark verlängern. Hierbei sollte ein gut funktionierender Brenner eingesetzt werden. Bei diesem Versuch fallen keine schwer zu entsorgenden Chemikalien an. Auch die Regeneration des Kupfer(II)-oxids ist schnell und ohne großen zusätzlichen Aufwand durchführbar.

3. Durchführung

Der Versuch funktioniert nur bedingt. Die Gewährleistung idealer Reaktionsbedingungen macht diesen Versuch, trotz des schlichten Versuchsaufbaus, zu einem sehr anspruchsvollen Experiment. Insbesondere das Abdichten der Apparatur, das exakte Abmessen des eingesetzten Methanols sowie das Erhitzen des Kupfer(II)-oxids bis zur Rotglut sind entscheidend für das Versuchsergebnis. Kleine Fehler haben große Auswirkungen und führen zu unbrauchbaren Ergebnissen. Der Versuch sollte nur dann durchgeführt werden, wenn ausreichend Vorbereitungszeit zur Verfügung steht.

Auf Grund der Giftigkeit von Methanol kann dieser Versuch nur als Lehrerversuch durchgeführt werden.

Literatur:

- Versuchsvorschrift aus: M. Just, A. Hradetzky, **Chemische Schulexperimente, Band 4**, 2. Auflage, Volk und Wissen Volkseigener Verlag, Berlin, 1977.
- K. P. C. Vollhardt, N. E. Schore, **Organische Chemie, Dritte Auflage**, Wiley-VCH Verlag GmbH, Weinheim, 2000.
- **Organikum, 21. Auflage**, WILEY-VCH Verlag GmbH, Weinheim, 2001.
- A. F. Holleman, E. Wiberg, N. Wiberg, **Lehrbuch der Anorganischen Chemie, 102. Auflage**, Walter de Gruyter & Co., Berlin, 2007.
- www.dguv.de, **GESTIS-Stoffdatenbank**, 2009; Zugriff: 17.05.09.