



Hochschule
Kaiserslautern
University of
Applied Sciences

Bachelor ALS 1

Praktikumsskript

Grundlagenlabor

Chemie

WS 2019/20

Prof. Dr. Monika Saumer

Assistentin: Verena Böttner

Versuchsinhalte und Organisation

- **Versuchsteil 1:** Versuche zur allgemeinen Chemie, qualitative Bestimmungen und Thermodynamik, Seiten 5-11
- **Versuchsteil 2:** Potentiometrische Titration, Seiten 12-14
- **Versuchsteil 3:** Enzymatische Analytik und Potentiometrie, Seiten 15-18
- **Gruppeneinteilung, Termine und Räume** siehe gesonderten Aushang
- Bitte pro Gruppe einen **Taschenrechner** und **Lehrbuch Mortimer: Chemie** mitbringen!

Voraussetzung zur Laborteilnahme

Jeder Studierende muss vorab an den **Sicherheitseinweisungen** teilnehmen:

1. **Allgemeine Sicherheitseinweisung**
(gleichzeitig für alle; Termin wird per Aushang bekannt gegeben)
2. **Tätigkeitsbezogene Sicherheitseinweisung**
(zu Beginn der jeweiligen Versuche, durchgeführt vom Betreuer im Labor)
Inhalte sind klausurrelevant!

Anwesenheit

Die Anwesenheit bei allen Laborversuchen ist verpflichtend. Wenn Sie an einem der Versuche aus zwingenden Gründen (z.B. Krankheit - hierbei ist eine Krankmeldung vorzulegen) nicht teilnehmen können, so benachrichtigen Sie bitte so früh wie möglich Frau Böttner und lassen sich einen Ersatztermin geben.

Kontakt: E-Mail: verena.boettner@hs-kl.de, Tel: 0631/3724 5347

Antestat

Vor Versuchsbeginn wird ein Antestat durchgeführt, d.h. den Gruppenteilnehmern werden Fragen zu dem Versuchsteil gestellt. Daher ist es zwingend erforderlich, sich anhand der fett gedruckten Stichworte, der Versuchsvorschriften, des Vorlesungsskriptes und ggf. weiterführender Literatur vorab auf die Laborversuche vorzubereiten!

Nicht vorbereitete Studierende werden vom Versuchsteil ausgeschlossen!

Hinweise:

- Das Antestat eines jeweiligen Versuchsteils kann einmalig wiederholt werden. Ein entsprechender Nachholtermin wird vom Versuchsbetreuer bekannt gegeben.
- Das Nichtbestehen aller drei Antestate bedeutet den direkten Ausschluss aus dem Labor.

Protokolle

Jedes Gruppenmitglied muss ein computergeschriebenes Protokoll zu einem Versuchsteil verfassen und zur Bewertung abgeben. Die Protokolle einer Gruppe müssen unterschiedliche Versuchsteile behandeln.

Spätester Abgabezeitpunkt: Zwei Wochen nach jeweiligem Versuchsteilende. Wird das Protokoll nicht rechtzeitig abgegeben, so gilt das Labor als nicht bestanden.

Reichen Sie alle Protokolle bitte per E-Mail bei Frau Böttner ein.

Die Protokolle werden korrigiert und zur Verbesserung an Sie zurückgeschickt. Für die erste Berichtigung wird Ihnen **eine Woche** Zeit eingeräumt. Falls der Bericht den Anforderungen nicht entspricht wird Ihnen nach erneuter Korrektur eine zweite Frist von **drei Tagen** gewährt. Bei verspäteter Abgabe oder ungenügender Berichtigung, gilt das Labor als nicht bestanden.

Erfolgreiche Laborteilnahme

Für die Laborversuche wird die erfolgreiche Teilnahme bestätigt, wenn die Studierenden:

- die Antestate bestanden haben,
- an allen Laborversuchen aktiv teilgenommen haben,
- ein Protokoll angefertigt haben, was rechtzeitig eingereicht wurde und untenstehenden Anforderungen entspricht.

Form und Inhalt der Protokolle:

Jeder Bericht muss formal mindestens folgende Anforderungen erfüllen:

1. Vernünftige Gliederung:

Deckblatt (Protokollführer/in, Matrikelnummer, Gruppe, Art und Datum des Versuchs)

Inhaltsverzeichnis (Angabe von Kapiteln inkl. Seitenzahlen)

Inhalt der tätigkeitsbezogenen Sicherheitseinweisung

Einleitung (Zielsetzung)

Theoretischer Hintergrund

Materialien und Methoden (Auflistung der eingesetzten Materialien und Geräte; kurze Beschreibung des Versuchsaufbaus und Versuchsablaufs mit allen tatsächlich verwendeten Versuchsparametern - Abweichungen zum Skript sind möglich!)

Ergebnisse

Diskussion inklusive Fehleranalyse

Literaturverzeichnis (Quellen nummerieren und Verweis im Fließtext)

2. Blocksatz, Präsens, Sachlichkeit (Vermeiden von Ausdrücken wie „man“, „nun“, „und dann, ...und dann“, „wir“ etc.)
3. Auf Rechtschreibung, Grammatik und Ausdruck achten
4. Die Beantwortung der Fragen aus den Versuchsvorschriften erfolgt knapp, vollständig und richtig an sinnvollen Stellen im Fließtext (nicht die Fragen abschreiben und dann beantworten) ggf. Lehrbücher benutzen, keine Abschrift oder Kopie der Versuchsvorschriften, keine Texte aus Internet oder Lehrbücher kopieren, verwendete Literatur zitieren
5. Nummerierung und zentrierte Darstellung von Gleichungen und Formeln (Formeleditor verwenden)
6. Alle Tabellen, Graphen und Abbildungen müssen vernünftig beschriftet (Achsen, Einheiten), skaliert und nummeriert sein (Verweis im Fließtext)
7. Bei Berechnungen ist immer der komplette Lösungsweg inkl. der Einheiten mitanzugeben
8. Einheitliche Textausrichtung, Textformatierung, Schriftart und Schriftgröße
9. keine handschriftlichen Ergänzungen
10. Angabe von Seitenzahlen, evtl. Kopf- und Fußzeile

Versuchsteil 1: Versuche zur Allgemeinen Chemie, Qualitative Bestimmungen und Thermodynamik (Quali)

V1a Oxidation und Reduktion

Stichworte: Redoxreaktion, Oxidationszahlen, Katalysatoren

Geräte: Reagenzgläser, Reagenzglasalter, Tropfpipetten

Reagenzien: Zinkpulver (Zn), Salzsäure (HCl, 1:1 verd), Kupfersulfat (CuSO₄), Jod (I₂)-Kaliumjodid (KI)-Lösung (I₂KI)

Versuchsdurchführung (Darstellung von Wasserstoff):

In einem Reagenzglas wird zu 2-3 Spatelspitzen Zinkpulver 1-2 ml verdünnte Salzsäure zugegeben.

- Welches Gas entsteht? Reaktionsgleichung!

Falls die Gasentwicklung zu langsam ist, setzen Sie einen Tropfen Kupfersulfatlösung hinzu.

- Welche Wirkungsweise hat sie? Reaktionsgleichung!

Tropfen Sie zu dieser Lösung tropfenweise Jod-Kaliumjodid-Lösung (I₂-KI; eine Lösung von Jod in Kaliumjodid) bis die Lösung gelbbraun ist. Lassen Sie die Lösung einige Zeit stehen.

- Was stellen Sie fest? Erklärung, Reaktionsgleichung!

Entsorgung: Chemieabwasser

V1b Verschiebung des chemischen Gleichgewichts

Stichworte: Massenwirkungsgesetz, schwache und starke Säuren und Basen, pH-Indikatoren

Geräte: Reagenzgläser, Reagenzhalter, Tropfpipetten

Reagenzien: Essigsäure (CH_3COOH) mit $c = 0,1 \text{ mol/L}$, Natriumacetat (CH_3COONa), Methylorange

Versuchsdurchführung:

2-3 Tropfen verdünnte Essigsäure ($0,1 \text{ mol/L}$) werden mit etwa 2 ml Wasser versetzt. Dazu geben Sie einen Tropfen Methylorange als Indikator.

- Welche Farbe tritt auf?

Fügen Sie nun tropfenweise gesättigte Natriumacetatlösung hinzu.

- Was stellen Sie fest? Erklärung des Versuches (Mengenverhältnis beachten)!

Entsorgung: Chemieabwasser

V1c Pufferlösungen

Stichworte: Pufferlösungen, Wirkung von Puffern, Henderson-Hasselbach-Gleichung

Geräte: Reagenzgläser, Reagenzhalter, Tropfpipetten

Reagenzien: Natronlauge (NaOH) mit $c = 2 \text{ mol/L}$, Essigsäure (CH_3COOH) mit $c = 2 \text{ mol/L}$, Natriumacetat (CH_3COONa) mit $c = 2 \text{ mol/L}$, Salzsäure mit $c = 2 \text{ mol/L}$, Methylorange, Phenolphthalein

Versuchsdurchführung:

Füllen Sie zwei Reagenzgläser mit je 2 ml Essigsäure ($c = 2 \text{ mol/L}$) und 2 ml Natriumacetatlösung ($c = 2 \text{ mol/L}$). Sie erhalten je eine Pufferlösung.

Füllen Sie zwei weitere Reagenzgläser mit je 4 ml Wasser.

(Sie haben nun insgesamt 4 Reagenzgläser vorbereitet!!)

Geben Sie zu je einem "Wasser-Reagenzglas" und einem "Puffer-Reagenzglas" 2 Tropfen Methylorange hinzu.

- Welche Farben treten auf?

Das "Wasser-Reagenzglas" mit Methylorange und das "Puffer-Reagenzglas" mit Methylorange werden mit 1 Tropfen Salzsäure ($c = 2 \text{ mol/L}$) versetzt.

- Welche Farben treten auf?

Wiederholen Sie dasselbe mit den anderen beiden Reagenzgläsern, verwenden Sie jedoch als Indikator Phenolphthalein und geben Sie statt Salzsäure Natronlauge ($c = 2 \text{ mol/L}$) zu.

- Welche Farben treten auf?
- Schlagen Sie die Umschlagbereiche der verwendeten Indikatoren in einem Lehrbuch der Chemie nach und erklären Sie den Versuch!

Entsorgung: Chemieabwasser

V1d Anionen-Nachweisreaktionen

Stichworte: Löslichkeitsprodukt, Komplexverbindung, Reaktion von Ammoniak als Base

Geräte: Reagenzgläser, Reagenzlashalter, Tropfpipetten

Chlorid:

Reagenzien: Natriumchlorid-Lösung (NaCl), Salpetersäure (HNO₃), Silbernitrat (AgNO₃), Ammoniak-Lösung (NH₃)

Versuchsdurchführung:

Stellen Sie in einem Reagenzglas eine verdünnte, wässrige Natriumchloridlösung selbst her, indem Sie eine Spatelspitze NaCl in ca. 2 ml Wasser auflösen. Fügen sie 1 Tropfen Salpetersäure und dann 1-2 Tropfen Silbernitratlösung hinzu.

- Was geschieht? Reaktionsgleichung!

Geben Sie dann zu dem Niederschlag im Reagenzglas Ammoniak-Lösung dazu.

- Was geschieht? Reaktionsgleichung!

Geben Sie zur Lösung wieder Salpetersäure.

- Was geschieht? Reaktionsgleichung!

Entsorgung: saure Probe → silberhaltige Abfälle

Sulfat:

Reagenzien: Natriumsulfat (Na₂SO₄), Salzsäure (HCl; Mischungsverhältnis 1:1), Bariumchlorid (BaCl₂)

Versuchsdurchführung:

Versetzen Sie eine selbst hergestellte verdünnte, wässrige Natriumsulfatlösung (Vorgehensweise zur Herstellung der Lösung: siehe Chloridnachweis) zuerst mit 1 Tropfen Salzsäure(1:1 verd) und dann mit Bariumchlorid.

- Was geschieht? Reaktionsgleichung!

Entsorgung: getrennt sammeln! Barium-Abfälle

Nitrat: (Ringprobe)

Reagenzien: Kaliumnitrat (KNO_3), Eisensulfat (FeSO_4), Schwefelsäure konz. (H_2SO_4)

Versuchsdurchführung:

Zu 2 ml einer selbst hergestellten, verdünnten, wässrigen Kaliumnitratlösung geben Sie 2 ml einer frisch bereiteten Eisensulfatlösung hinzu. Unterschichten Sie vorsichtig mit 1 mL konz. Schwefelsäure, indem Sie das Reagenzglas schräg halten und die Schwefelsäure an der inneren Wandung langsam herunterfließen lassen. **Nicht schütteln!!**

An der Berührungsstelle beider Flüssigkeiten entsteht ein brauner Ring von Eisennitrosylsulfat $[\text{FeNO}(\text{H}_2\text{O})_5]\text{SO}_4$.

Erklärung: KNO_3 wird zunächst durch FeSO_4 zu NO reduziert, wobei Fe^{2+} zu Fe^{3+} oxidiert wird. Das NO lagert sich an überschüssiges Fe^{2+} an.

- Reaktionsgleichungen! Wie heißt der entstandene Komplex nach den Nomenklaturregeln?

Entsorgung: Chemieabwasser

V1e Kationen-Nachweisreaktionen

Stichworte: **Komplexverbindung, Chelatkomplexe, Extraktion**

Geräte: Reagenzgläser, Reagenzglashalter, Tropfpipetten

Eisen (III) als Fe(SCN)₃:

Chemikalien: Eisen(III)-Chlorid-Lösung (FeCl₃) , Ammoniumthiocyanat (NH₄SCN), 1-Pentanol = n-Amylalkohol (H₃C-(CH₂)₃-CH₂OH)

Versuchsdurchführung:

Geben Sie in ein Reagenzglas 2 Tropfen der schwach salzsauren FeCl₃-Lösung. Diese wird mit 2 Tropfen der Ammoniumthiocyanat-Lösung (c = 1 mol/l) versetzt, mit ca. 2 ml DI-Wasser aufgefüllt und geschüttelt bis die Lösungen sich vermischt haben. Ca. 3 ml Pentanol **vorsichtig** zugeben. Was passiert? Danach das Reagenzglas erneut schütteln, hierdurch wird der rote Komplex aus der wässrigen Phase extrahiert.

- Reaktionsgleichung!
- Welchen Zweck erfüllt das Ausschütteln mit Pentanol?

Störungen: Co²⁺, Mo³⁺, einige Anionen

Entsorgung: Pentanol → halogenfreie Lösemittelabfälle
wässrige Lösung → Chemieabwasser

Nickel mit Diacetyldioxim (= Dimethylglyoxim):

Chemikalien: Ni-haltige Probelösung, gesättigte Lösung von Diacetyldioxim in 96%igem Alkohol (DMG)

Versuchsdurchführung:

Geben Sie in ein Reagenzglas 2 ml Wasser, dieses wird mit 2 Tropfen Nickel-Lösung versetzt. Hierzu geben Sie 1 Tropfen Diacetyldioxim-Lösung (vgl. Abb. 1). Es bildet sich ein roter Niederschlag.

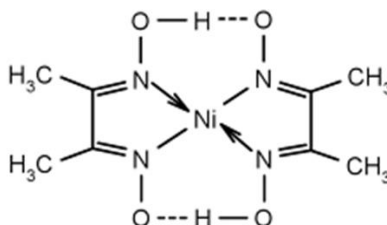
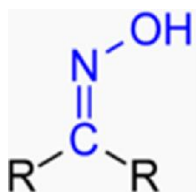


Abbildung 1.1: Allgemeine Oximstruktur (links) und Ni-Diacetyldioxim-Grenzstruktur (rechts).

- Was ist ein Chelatkomplex? Nennen Sie noch 2 andere Chelatkomplexe!

Störungen: Fe²⁺, Fe³⁺, Co²⁺

Entsorgung: halogenfreie Lösungsmittelabfälle

V1f Thermodynamik

Stichworte: Reaktionsenthalpie, exotherme und endotherme Reaktion

Exotherme Reaktion

Geräte: 250 ml Becherglas, Thermometer, Glasstab, Löffel

Chemikalien: Brandkalk (CaO), destilliertes Wasser

Versuchsdurchführung: **Bitte diesen Versuch im Abzug durchführen!**

In einem Becherglas ca. 80 g CaO einwiegen. Das Thermometer mittig in das CaO-Pulver stellen und vorsichtig 25 ml destilliertes Wasser am Thermometer hinunter laufen lassen.

- Beobachtung (Temperatur, Volumen, Dampfbildung, pH-Wert) (eventuell pH-Wert mit pH-Papier überprüfen!)
- Reaktionsgleichung
- Erklärung

Entsorgung: wird vom Betreuer entsorgt

Endotherme Reaktion

Geräte: 200 ml Becherglas, Thermometer, Glasstab, Holzbrett

Chemikalien: Bariumhydroxid ($\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$), Ammoniumthiocyanat (NH_4SCN)

Versuchsdurchführung:

15 g Bariumhydroxid werden mit 5 g Ammoniumthiocyanat in dem Becherglas eingewogen und dieses auf ein nasses Holzbrett gestellt. Danach mit dem Thermometer gut vermischen.

- Beobachtung (Temperatur, Geruch...)
- $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8 \text{H}_2\text{O} (\text{s}) + 2\text{NH}_4\text{SCN} (\text{s}) \rightarrow \text{Ba}(\text{SCN})_2 (\text{s}) + 2\text{NH}_3 (\text{g}) + 10\text{H}_2\text{O} (\text{l})$
- Erklärung

Entsorgung: getrennt sammeln, Bariumabfälle

Versuchsteil 2: Potentiometrische Titrations (Quanti)

Stichworte:

Elektrochemie, Elektrodenpotentiale, Konzentrationsabhängigkeit des Potentials, Nernst-Gleichung, Spannungsreihe; Kaliumpermanganat als Oxidationsmittel für Fe²⁺-Ionen, Silber-Silberchlorid-Elektrode; Fällungsreaktion; Redoxelektrode

Geräte: Magnetrührer, Rührfisch, Heizplatte mit Thermoelement, Erlenmeyerkolben, Vollpipette, Pipettierball ("Peleusball"), Bürette, Ag/AgCl-Redoxelektrode mit Messgerät

V2a Redox Titration: Bestimmung von Fe²⁺ mittels Permanganometrie

1. Teil: Titerbestimmung der 0,02 molaren KMnO₄-Lösung

Die Konzentration der Lösung, die zum Titrieren verwendet wird, muss genau bekannt sein. Bei längerer Lagerung kann sich die Konzentration verändern. Deshalb muss sie kurz vor Durchführung der Analyse noch mal überprüft werden. Im Falle einer Kaliumpermanganatlösung erfolgt dies üblicherweise durch Titrieren einer Natriumoxalat-Lösung mit genau bekannter Konzentration. Der Quotient, der die tatsächliche Konzentration im Zähler und die theoretische Konzentration im Nenner enthält, ist der „Titer“ der Lösung.

Chemikalien: KMnO₄-Lösung (0,02 mol/l) , Schwefelsäure (1:4 V(H₂SO₄)/V(H₂O))
Natriumoxalat

Versuchsdurchführung:

Einwaage von 150-200 mg Natriumoxalat (genaue Einwaage notieren!!!) mittels Wägeschiffchen in einen Erlenmeyerkolben und auf ca. 200 ml mit deionisiertem Wasser auffüllen. Zugabe von 10 ml verdünnter Schwefelsäure (ca. 1:4 verdünnt) und Erwärmen auf ca. 80°C mittels Heizplatte und Thermoelement.

Füllen Sie die Bürette mit der einzustellenden KMnO₄-Lösung und titrieren Sie die heiße Oxalatlösung derart, dass man vor jeder neuen Zugabe so lange wartet, bis sich die Lösung im Erlenmeyerkolben völlig entfärbt hat.

- Formulieren Sie die Reaktionsgleichung für die Redoxreaktion des Oxalats mit KMnO₄; es entstehen CO₂ und Mn²⁺.
- Bestimmen Sie die Konzentration sowie den Titer der KMnO₄-Lösung.
- Fragen Sie beim Assistenten nach, ob Ihr Wert für den Titer richtig ist. Falls nicht, wiederholen Sie den Versuch!

Entsorgung: Chemieabwasser

2. Teil: Eisen-(II)-Bestimmung mittels Permanganometrie

Chemikalien: KMnO_4 -Lösung (0,02 mol/l) , Schwefelsäure (1:4 V(H_2SO_4)/V(H_2O))
Probelösung

Versuchsdurchführung:

10 ml der unbekanntes Fe-(II)-Probelösung werden in einen Erlenmeyerkolben pipettiert. Dann werden ca. 270 ml DI-Wasser vorgelegt und 10 ml verdünnte Schwefelsäure (4:1 V(H_2O)/V(H_2SO_4)) hinzugegeben. Mit DI-Wasser wird auf 300ml aufgefüllt.

Titration mit Ag/AgCl-Elektrode

Bringen Sie die Elektrode in die Probelösung ein und schalten Sie das Messgerät auf den „mV“-Bereich. Warten Sie, bis sich eine konstante Spannung eingestellt hat. Hierfür ist eine konstante Rührgeschwindigkeit wichtig!!

Titrieren Sie in 0,5 ml-Schritten bis ca. 2 ml vor den Äquivalenzpunkt (ÄP) und ab dann in 0,1 ml-Schritten. Titrieren Sie bis ca. 1-2 ml über den ÄP hinaus. Notieren Sie für jeden Schritt den Verbrauch und die zugehörigen Spannungswerte.

- Formulieren Sie die Reaktionsgleichung für die Reaktion von Fe^{2+} mit KMnO_4 .
- Bestimmen Sie den Äquivalenzpunkt im Diagramm.
- Bestimmen Sie die Konzentration der Probelösung in g/L und mol/L Eisen. (Bitte Diagramm mit abgeben)
- Fragen Sie beim Assistenten nach, ob ihr Ergebnis richtig ist! Falls nicht, wiederholen Sie den Versuch!
- Erklären Sie kurz das Prinzip dieser potentiometrischen Titration! Erklären Sie auch warum es zu dem sprunghaften Anstieg am ÄP kommt.
- Beschreiben Sie kurz Aufbau und Funktionsweise der Ag/AgCl-Elektrode! Wie verhält sich das Potential dieser Elektrode im Vergleich zur Normalwasserstoffelektrode?

Entsorgung: Chemieabwasser

Allgemeiner Hinweis zu Titrations:

Bei der Angabe der Ergebnisse (Konzentrationen) ist immer der Fehler mitanzugeben:

z.B.: $c=0,12\text{mol/l} \pm 0,01\text{mol/l}$

Der Fehler ergibt sich aus dem Ablesefehler und dem volumetrischen Fehler (Bürette, Pipette). Das Ergebnis ist mit dem Sollwert zu vergleichen! Liegt das Ergebnis innerhalb der Fehlergrenzen? Woran liegt es, wenn das Ergebnis stark abweicht?

V2b Potentiometrische Bestimmung von Chlorid und Iodid

Chemikalien: AgNO₃-Maßlösung (0,1 mol/l) , Eisessig (96-99%) Probelösung

Versuchsdurchführung:

10 ml der unbekanntes Chlorid/Iodid-Probelösung werden in einen Erlenmeyerkolben pipettiert, auf 200 ml mit deionisiertem Wasser aufgefüllt und mit 10 ml Eisessig angesäuert (unter dem Abzug!).

Füllen Sie die Bürette mit 0,1 molarer Silbernitrat-Lösung und titrieren Sie die unbekanntes Probelösung in 0,2 ml-Schritten. Notieren Sie jeweils den Verbrauch und die zugehörigen Spannungswerte; warten Sie jeweils bis die Spannung konstant bleibt!

- Formulieren Sie die Reaktionsgleichungen der Fällungsreaktionen.
- Warum kann man nicht mit Salzsäure ansäuern?
- Bestimmen Sie die Konzentration an Iodid und Chlorid in der Probelösung in mol/l und g/l (Bitte Diagramm mit abgeben).
- Fragen Sie beim Assistenten nach, ob ihr Ergebnis richtig ist. Falls nicht, wiederholen Sie den Versuch!
- Erklären Sie kurz das Prinzip dieser potentiometrischen Titration! Erklären Sie auch, warum es zu dem sprunghaften Anstieg an den Äquivalenzpunkten kommt.
- Warum kann man Iodid und Chlorid nebeneinander bestimmen?

Entsorgung: Chemieabwasser

Allgemeiner Hinweis zu Titrationsen:

Bei der Angabe der Ergebnisse (Konzentrationen) ist immer der Fehler mitanzugeben:

z.B.: $c=0,12\text{mol/l} \pm 0,01\text{mol/l}$

Der Fehler ergibt sich aus dem Ablesefehler und dem volumetrischen Fehler (Bürette, Pipette). Das Ergebnis ist mit dem Sollwert zu vergleichen! Liegt das Ergebnis innerhalb der Fehlergrenzen? Woran liegt es, wenn das Ergebnis stark abweicht?

Versuchsteil 3: Enzymatische Analytik und Potentiometrie (Enz)

V3a UV-Test zur quantitativen Bestimmung von Ethanol mittels enzymatischer Analytik

Stichworte: UV-Spektrometrie, Absorption (alt: Extinktion), Lambert-Beer-Gesetz, Absorptionskoeffizient (alt: Extinktionskoeffizient); Absorptionsspektren; Enzyme und Coenzyme (z.B.: ADH; NADH)

Geräte: UV-Spektrometer, Einwegküvetten mit 1 cm Schichtdicke, Rührstäbchen, Kolbenhub-Pipetten und dazugehörige Pipettenspitzen, Messkolben, Vollpipetten

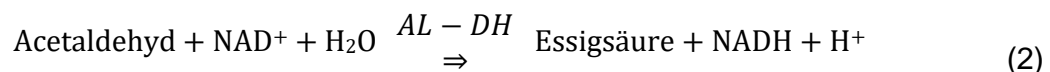
Chemikalien: Spirituose, UV-Test-der Fa. R-Biopharm AG, Boehringer Mannheim (Flasche 1: Kaliumdiphosphatpuffer (pH ca. 9,0), Flasche 2: Tabletten (NAD + AL-DH) Flasche 3: Suspension (ADH))

Prinzip:

Ethanol wird durch Nicotinamid-adenin-dinucleotid (NAD) in Gegenwart des Enzyms Alkoholdehydrogenase (ADH) zu Acetaldehyd oxidiert (1):



Das Gleichgewicht dieser Reaktion liegt auf der Seite von Ethanol und NAD. Durch alkalisches Milieu und durch Abfangen des gebildeten Acetaldehyds kann das Gleichgewicht auf die rechte Seite verschoben werden. Acetaldehyd wird in Gegenwart von Aldehyd-Dehydrogenase (AL-DH) quantitativ zu Essigsäure oxidiert (2).



NADH ist die Messgröße und aufgrund seiner Absorption bei 340 nm zu bestimmen.

UV-Spektren von NAD⁺ und NADH:

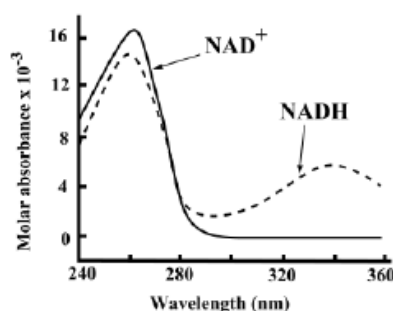


Abbildung 3.1: Absorptionsspektren von NAD⁺ und NADH.

Probenaufbereitung und Versuchsdurchführung:

Da die verwendete Spirituose deutlich mehr Ethanol enthält als der Messbereich des verwendeten Tests (Messbereich: 0,01-0,06 g/L Ethanol) zulässt, muss die Spirituose zunächst mit DI-Wasser verdünnt werden. Die ungefähre Ethanolkonzentration der Spirituose entnehmen sie den Herstellerangaben auf dem Etikett.

- Es sollen 100 mL einer verdünnten Spirituoselösung hergestellt werden. Wie viel mL der Spirituose müssen darin enthalten sein, damit die Ethanolkonzentration der Lösung 0,03 g/L beträgt?
Hinweis: Um die richtige Verdünnung zu bestimmen, berechnen Sie zunächst den Massenanteil von Ethanol in 100 mL Lösung (Dichte von Ethanol $\rho_{\text{Eth}} = 789 \text{ g/L}$).
- Berechnen Sie den tatsächlichen Verdünnungsfaktor!

Bevor die Messung gestartet werden kann, muss das UV-Spektrometer eingestellt (Wellenlänge: 340 nm - Absorptionsmaximum von NADH) und eine Nullpunktmessung mit DI-Wasser durchgeführt werden. Füllen Sie daher eine Küvette zu etwa dreiviertel mit DI-Wasser auf und folgen Sie den Anweisungen der Gerätebeschreibung. Die Küvette kann im Anschluss geleert, gespült und getrocknet werden.

Die Messung läuft in zwei Stufen ab. Dabei wird jeweils ein Leerwert (Reaktionsgemisch mit Wasser) gegen die Probe (Reaktionsgemisch mit verdünnter Spirituoselösung) gemessen. Dies ergibt insgesamt vier Messwerte:

Zunächst werden die zwei Reaktionsgemische hergestellt. Geben Sie hierfür direkt in jede der beiden Küvetten eine Tablette aus Flasche 2 (zur Entnahme der Tabletten bitte Pinzette benutzen) und 3 mL Lösung aus Flasche 1.

In Küvette 1 werden nun 0,1 mL Wasser hinzu pipettiert (\rightarrow Leerwert). In Küvette 2 werden 0,1 mL der verdünnten Spirituoselösung hinzu pipettiert (\rightarrow Probe). Mischen Sie beide Küvetten vorsichtig mit jeweils unterschiedlichen Rührstäbchen durch. Messen Sie nach etwa drei Minuten die Absorption. Dies ergibt die Absorptionswerte $A_{1(\text{Leerwert})}$ und $A_{1(\text{Probe})}$.

Versetzen Sie anschließend die beiden Küvetten mit jeweils 0,05 ml aus Flasche 3 und mischen sie vorsichtig mit zwei neuen Rührstäbchen. Messen sie nach weiteren sieben Minuten erneut die Absorption. Dies ergibt die Absorptionswerte $A_{2(\text{Leerwert})}$ und $A_{2(\text{Probe})}$.

Hinweise:

- Ethanol ist sehr flüchtig! Beim Dosieren daher stets unter die Oberfläche von Wasser bzw. Puffer pipettieren
- Zum Verdünnen der Proben und zum Dosieren von Reagenzien nie dieselbe Pipettenspitze verwenden

Auswertung:

Die Berechnung der Konzentration c der Spirituose erfolgt mittels Gleichung (3) und (4):

$$c = \frac{V \cdot M}{\varepsilon \cdot d \cdot v \cdot 2} \cdot \Delta A \cdot F \quad (3)$$

und

$$\Delta A = (A_2 - A_1)_{Probe} - (A_2 - A_1)_{Leerwert} \quad (4)$$

mit

Testvolumen: $V = 3,15 \text{ mL}$

Probenvolumen: $v = 0,10 \text{ mL}$

Schichtdicke der Küvette: $d = 1,00 \text{ cm}$

Molare Masse von Ethanol: $M = 46,07 \text{ g/mol}$

Extinktionskoeffizient von NADH bei 340 nm : $\varepsilon = 6300 \text{ L/(mol}\cdot\text{cm)}$

F: Verdünnungsfaktor

- Warum eignet sich NADH als Messgröße?
- Warum sind zwei enzymatische Reaktionen notwendig für die quantitative Bestimmung von Ethanol?
- Warum eignet sich für diesen Versuch nur eine **Quarzküvette**?
- Warum sind vier Messwerte notwendig?
- Geben Sie die berechnete Konzentration in g/L und mol/L an!
- Vergleichen sie die berechnete Konzentration mit der Einwaage und begründen sie mögliche Abweichungen!

Entsorgung: Chemieabwasser

V3b Potentiometrie

pH-Glaselektrode zur indirekten Bestimmung von CO₂

Stichworte: Dissoziation von Kohlensäure, pH-Elektrode, pH-Wert

Geräte: pH-Glaselektrode und Messgerät, Stativ mit Muffe und Klammer, 500 mL Becherglas, Apparatur zur Herstellung von Kohlendioxid (Dreihalskolben, Stopfen, Tropfflasche, Kunststoffschlauch, Klemmen, Magnetrührer, Rührfisch)

Reagenzien:

Calciumcarbonat (CaCO₃), verdünnte Salzsäure (HCl : Wasser 1:1), Pufferlösungen zum Kalibrieren der pH-Elektrode

Versuchsdurchführung:

Zur Vorbereitung des Versuches kalibrieren Sie zuerst das pH-Meter (siehe Gerätebeschreibung). Notieren Sie die Werte der Nullpunktverschiebung (ASY) und der Kennliniensteigung (SLO) der pH-Elektrode.

- Erklären Sie die chemisch-physikalischen Vorgänge an der Glaselektrode!
- Welche Gleichung liegt der Messung zugrunde?
- Was ist die eigentliche Messgröße des "pH-Meters" und wie ermittelt man daraus den pH-Wert?
- Warum muss vor der Messung kalibriert werden?
- Fertigen Sie anhand der bereitgestellten Geräte- und Materialienliste sowie der nachfolgenden Beschreibung eine Skizze des Versuchsaufbaus an!

Füllen Sie in ein Becherglas etwa 400 mL Leitungswasser und lösen darin einen Teelöffel NaCl auf. Geben Sie in den Dreihalskolben einen Rührfisch und füllen Sie das pulverförmige Calciumcarbonat bis zur Markierung ein. Bauen Sie die Apparatur nach Ihrer angefertigten Skizze auf. Füllen Sie 100 mL der verdünnten Salzsäure in die geschlossene Tropfflasche. Messen Sie den pH-Wert des Wassers und notieren Sie den Ausgangswert. Die Salzsäure wird nun tropfenweise in den Dreihalskolben gegeben. Das entstehende Kohlendioxid wird mit Hilfe eines Kunststoffschlauchs in das Becherglas eingeleitet. Notieren Sie den pH-Wert in 10 mL-Schritten bis der pH-Wert konstant bleibt (erste Stelle nach dem Komma).

Auswertung:

- Stellen Sie die dazugehörigen chemischen Reaktionsgleichungen auf (Reaktion im Kolben, Reaktion im Becherglas)!
- Welchen Zweck erfüllt das NaCl?
- Berechnen Sie die Konzentration der Kohlensäure in mol/L und in g/L! (Berücksichtigen Sie nur die erste Dissoziationsstufe der Kohlensäure)
- Vergleichen Sie den letzten Messwert der pH-Messung mit einem geeigneten Literaturwert und begründen Sie mögliche Abweichungen!
- Welchen Einfluss hat der Messfehler, der vom Messgerät ausgeht, auf das Ergebnis?

Entsorgung und Reinigung: **Entfernen Sie zunächst den Rührfisch aus dem Dreihalskolben mit Hilfe eines Magnetstabes!!** Geben Sie die stark verdünnte Lösung in das Chemieabwasser und reinigen Sie die Geräte mit Wasser.