



Gerät zur Gefrierpunktniedrigung

36821.00

Betriebsanleitung

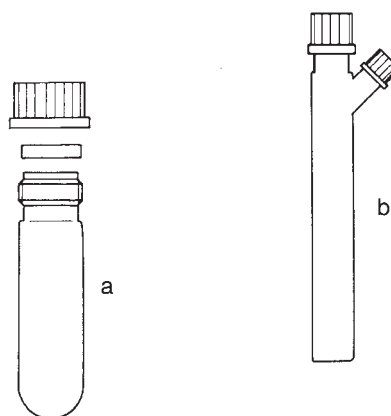


Abb. 1

1 GERATEBESCHREIBUNG

Das Gerät zur Messung der Gefrierpunktniedrigung besteht aus zwei zylindrischen Glasgefäßen, die ineinandergesetzt und mittels einer Schraubverbindung GL 45 verbunden werden. Das äußere reagenzglasähnliche Gefäß (a in Abb.1) bildet den Mantel, der das innere Gefäß (Gefriergefäß, b in Abb.1) umgibt. Der Mantel kann luftgefüllt bleiben. Besser ist jedoch, ihn mit etwa 35 bis 40 ml Ethanol zu beschicken (es kann Brennspritus verwendet werden!). Das äußere Gefäß mit dem Zwischenmedium (Luft oder Ethanol) gewährleistet den gleichmäßigen Wärmetransport vom inneren Gefäß zur Kältemischung.

Das innere Gefäß (b) nimmt die Lösung oder das Lösungsmittel auf, dessen Gefrierpunkt bestimmt werden soll. Es hat am oberen Ende eine Schraubverbindung GL 25 zur Aufnahme eines Beckmannthermometers und einen Glasrohrstutzen mit Schraubverschluß GL 18 zum Eintragen der zu lösenden Substanz. Der Boden des inneren Gefäßes ist flach gehalten, damit ein kleines Rührstäbchen ($l = 15 \text{ mm}$) ungehindert darauf rotieren kann.

2 VERSUCHSBEISPIEL

Bestimmung molarer Massen durch Messung der Gefrierpunktniedrigung (= Kryoskopie).

2.1 Versuchsaufbau

Nach Abb. 2 wird eine Wanne oder Schale (z.B. Kristallschale, Kunststoffwanne o.ä.) auf einen Magnetrührer gestellt. In diese Schale setzt man ein Becherglas 1000ml (niedrige Form), das mit einer Kältemischung gefüllt ist. (Siehe Tabelle möglicher Mischungen. Für den Unterricht wird meist eine Mischung aus kleingeklopftem Eis und Kochsalz ausreichen. In die Mitte des Becherglases bzw. der Kältemischung setzt man nach Abb. 2 das zusammengesetzte Gerät und hält es an einem Stativ.

Nun gibt man in das innere Gefäß ein Rührstäbchen. Das Beckmannthermometer wird nach den Angaben der Bedie-

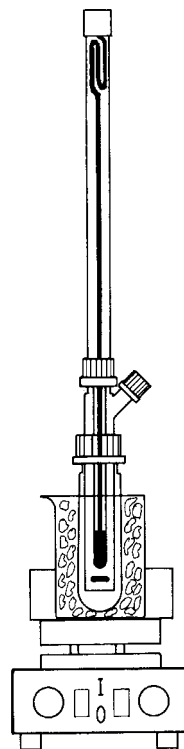


Abb. 2

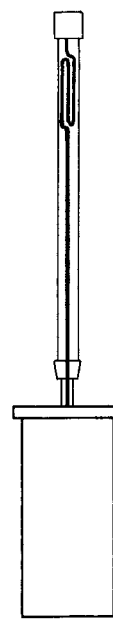


Abb. 3

nungsanleitung auf den vorgesehenen Meßbereich eingestellt und dann in einer Kältemischung, die sich zweckmäßig in einem Dewargefäß befindet, bereitgestellt (Abb. 3). Zusätzlich wird ein Laborthermometer mit Tauchschaft ($-10 \dots + 110^\circ \text{C}$) bereitgehalten. Ist die genaue Dichte des vorgesehenen Lösungsmittels nicht bekannt, stellt man

durch Wägung die genaue Masse von 50 ml Lösungsmittel fest ($= m_L$). Die Abmessung der 50 ml muß mit einer Vollpipette erfolgen.

2.2 Bestimmung des relativen Gefrierpunktes des Lösungsmittels

Mit einer Vollpipette werden 50 ml des vorgesehenen Lösungsmittels (z.B. Wasser) in das innere Gefäß gegeben. Dann wird der Magnetrührer angeschaltet und so eingestellt, daß sich das Rührstäbchen lebhaft dreht (Achtung! Nicht versehentlich die Heizung des Rührers mit einschalten!). Mit dem Laborthermometer kontrolliert man nun die absinkende Temperatur im Lösungsmittel. Liegt sie nur noch etwa 1°C über dem Gefrierpunkt des Lösungsmittels, wird das Beckmannthermometer rasch in das Gerät eingesetzt (Abb. 2). Dabei ist zu beachten, daß mit dem Beckmannthermometer keine Verunreinigungen in das Lösungsmittel eingetragen werden. Es muß also nach der Entnahme aus dem Bereitstellungsgefäß (Dewar-Gefäß mit Kältemischung) rasch mit einem Tuch abgewischt werden. Das muß schnell gehen, damit die Quecksilbersäule nicht zu weit aufsteigt. Sie darf auf keinen Fall Anschluß an den Quecksilbervorrat im oberen Gefäß (Überlaufgefäß) bekommen, sonst ist die Thermometereinstellung hinfällig und muß wiederholt werden. Mit einem Rührstab wird die Kältemischung im Becherglas leicht bewegt, um gleichmäßige Kühlung des Gerätes zu erreichen.

Beobachtung: Das Beckmannthermometer zeigt weiter absinkende Temperatur an. Plötzlich steigt die Quecksilbersäule jedoch wieder etwas an und erreicht einen Höchststand.

Diesen Höchststand liest man genau ab. Es ist der relative Gefrierpunkt des Lösungsmittels ($= t_1$). Die Ablesung muß auf mindestens $1/100^\circ\text{C}$ genau erfolgen. Bei Verwendung einer Lupe lassen sich jedoch noch Zwischenwerte in Tausendstel schätzen.

Zur Übung und zur Demonstration der Bestimmung molarer Massen durch Messung der Gefrierpunktniedrigung eignet sich als Testsubstanz Hydrochinon oder Harnstoff. Die Stoffe müssen jedoch gut getrocknet zur Verfügung stehen (Exsikkator).

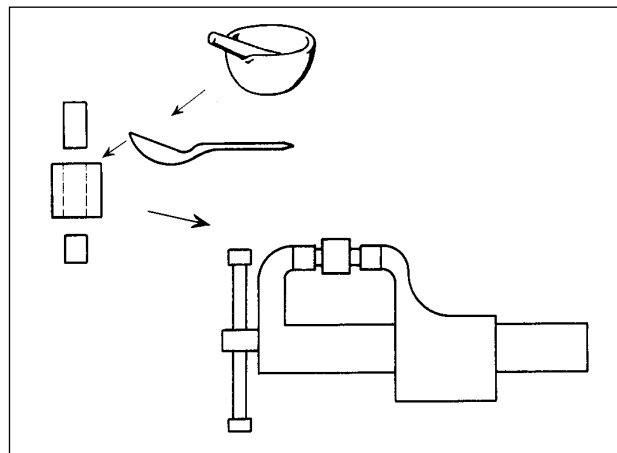
Bei Verwendung anderer Stoffe ist zu beachten, welches Lösungsmittel jeweils zu wählen ist. Die für jedes Lösungsmittel spezifische kryoskopische Konstante K kann einschlägigen Tabellenwerken entnommen werden.

Statt eines Beckmannthermometers kann zur Temperaturmessung auch ein elektronisches Meßgerät eingesetzt werden, wenn es die erforderliche Meßgenauigkeit aufweist ($1/100^\circ\text{C}$), z.B. das Digital-Temperaturmeßgerät 4-2 Nr. 13617.93.

2.3 Bestimmung des relativen Gefrierpunktes der Lösung mit dem zu untersuchenden Stoff

Nach der Bestimmung des Gefrierpunktes des Lösungsmittels wird der relative Gefrierpunkt der Lösung bestimmt. Dazu geht man folgendermaßen vor:

Zuerst wird das Beckmannthermometer wieder in das Bereitstellungsgefäß zurückgebracht, damit es sich nicht verstellt. Dann wird das innere Gefäß des Gerätes herausgenommen und etwas angewärmt, bis sich das gefrorene Lösungsmittel gerade wieder verflüssigt hat. In diesem Lösungsmittel (50 ml, Masse m_L) wird eine genau ausgewo-



gene Substanzmenge (zirka 0,5 bis 1 g) gelöst ($= m_s$). Es ist empfehlenswert, die Substanz vorher in 1 bis 2 Pillen zu pressen, dann zu wiegen und zu lösen. Auf diese Weise bleiben keine Substanzteilchen an den Wänden des Gerätes haften, wie bei einem Eintrag in Pulverform.

Das Gefäß mit der Lösung wird dann wieder in den Mantel eingesetzt, der Rührer eingeschaltet. Die absinkende Temperatur wird, wie oben beschrieben, mit einem Laborthermometer beobachtet; ist sie nur noch 1°C über dem Gefrierpunkt des Lösungsmittels, wird das Beckmannthermometer wieder in das Gerät eingesetzt.

Beobachtung: Das Beckmannthermometer zeigt weiterabsinkende Temperatur an, doch plötzlich steigt der Quecksilberfaden wieder an. Der Höchststand des Quecksilberfadens entspricht dem Gefrierpunkt der Lösung ($= t_2$).

2.4 Auswertung

Masse des Lösungsmittels	$= m_L$
Masse der gelösten Substanz	$= m_s$
rel. Gefrierpunkt Lösungsmittel	$= t_1$
rel. Gefrierpunkt Lösung	$= t_2$
Gefrierpunktniedrigung	$= t_2 - t_1 = \Delta t$
kryoskopische Konstante	$= K$
(ist für das verwendete Lösungsmittel einem Tabellenwerk zu entnehmen.)	
Für Wasser hat K den Wert $1,853^\circ\text{C/mol}$	

Da sich die Gefrierpunktniedrigung proportional zur molalen Konzentration verhält, gilt:

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

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

Beispiel einer Messung:

m_L	$= 49,91\text{ g (H}_2\text{O)}$
m_s	$= 0,59\text{ g (Hydrochinon)}$
Δt	$= 0,20^\circ\text{C (Aus } 0,94 - 0,74)$
K	$= 1,853\text{ (für Wasser)}$

$$M = \frac{0,59\text{ g} \cdot 1000 \cdot 1,853}{49,91 \cdot 0,20} = 109,52\text{ g/mol}$$

(Hydrochinon = $110,1\text{ g/mol}$)

Kältemischungen

Die Zahlen bedeuten Gewichtsteile	Sinken der Temperatur	
	von (°C)	auf
4 Wasser + 1 Kaliumchlorid	+ 10	– 12
1 Wasser + 1 Ammoniumnitrat	+ 10	– 15
1 Wasser + 1 Natriumnitrat + 1 Ammoniumchlorid	+ 8	– 24
3 Eis gemahlen + 1 Natriumchlorid	0	– 21
1,2 Eis gemahlen + 2 Calciumchlorid (CaCl ₂ · 6H ₂ O)	0	– 39
1,4 Eis gemahlen + 2 Calciumchlorid (CaCl ₂ · 6H ₂ O)	0	– 55
Methanol oder Aceton + feste Kohlensäure	+ 15	– 77

2.5 Material

Stativstab, l = 500 mm, Gewinde M10	02022.05
Doppelmuffe	(2x) 37697.00
Universalklemme	(2x) 37715.00
Magnetrührer mit Heizung	35714.93
Gerät zur Gefrierpunktniedrigung	36821.00
Beckmannthermometer für Gefrierpunktniedrigung	36821.10
Rührstäbchen, l = 15 mm	46299.01
Wanne 150 x 150 x 65 mm	33928.00
Becherglas 1000 ml, niedrige Form	36017.00
Dewargefäß 500 ml	33006.00
Laborthermometer mit Tauchschaft, –10. . . +110° C	38060.00
Vollpipette 50 ml	36581.00
Glasstab, d = 8 mm, l = 300 mm	40485.06
Pillenpresse	04403.04
Mörser mit Pistill, 150 ml	32604.00
Löffel mit Spatelstiel, l = 150 mm	33398.00
Waage	
Schraubstock	
Brennspiritus, 1000 ml	31150.70
Eis	
Kochsalz	
Tuch (z.B. Papiertuch)	