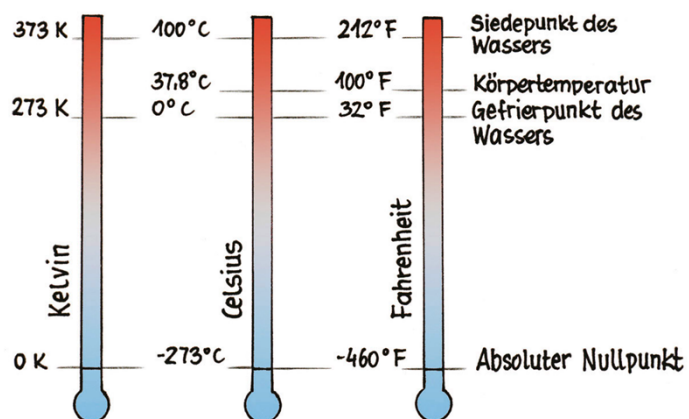


## Kapitel 2: Einstellen und Messen von Temperaturen

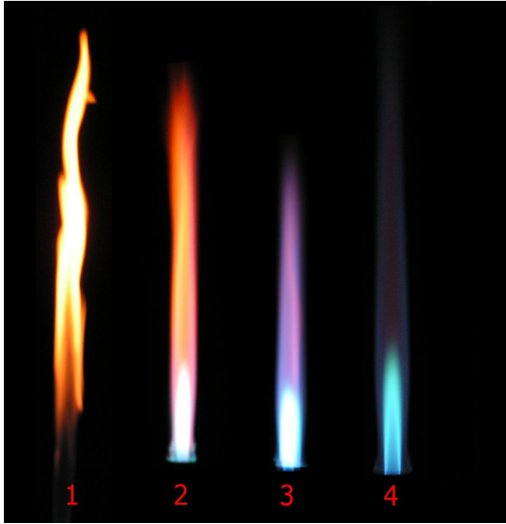
- Temperaturbegriff, Temperaturskalen
- Thermometertypen
- Heizmethoden, Heißbäder
- Kühlbäder

### Temperaturskalen

- Temperatur: Symbol  $T$  (K oder  $^{\circ}\text{C}$ )
  - Skalen: Kelvin, Grad Celsius, (Grad Fahrenheit)
  - Kelvin und Grad Celsius: gleiche Skala, anderer Nullpunkt, daher:
  - Umrechnung  $\text{K} \leftrightarrow ^{\circ}\text{C}$ :  $T[\text{K}] = T[^{\circ}\text{C}] + 273,15$



## Gasbrenner



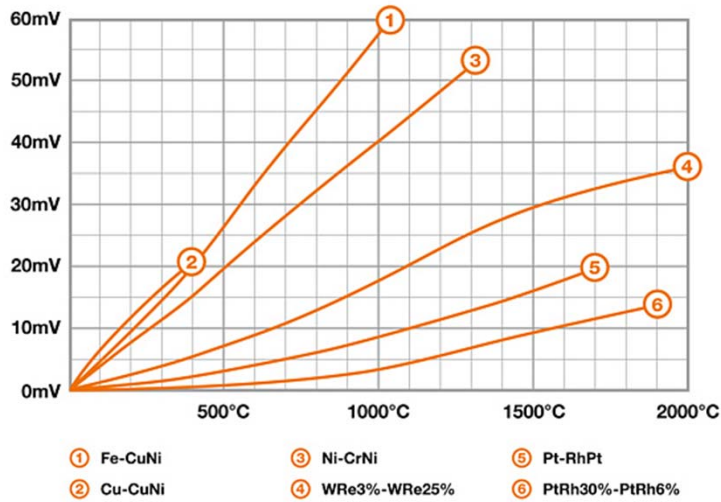
- Offenes Feuer, Brandgefahr! keine brennbaren Flüssigkeiten erhitzen!
- Schnelles erhitzen von Reagenzgläsern, Bechergläsern
- Erhitzen von Reagenzgläsern in der Brennerflamme:
  - höchstens halb voll
  - keine brennbaren Substanzen
  - Reagenzglas schütteln

Bild: Wikipedia

## Temperaturmessgeräte

- Flüssigkeitsthermometer
  - Flüssigkeiten als Füllmittel: Ausdehnung der Flüssigkeit bei steigender Temperatur, großes Vorratsgefäß, dünne Steigkapillare
  - Messbereiche:
    - Toluol (-95 °C bis 110 °C)
    - Hg (-38 °C bis 257 °C)
    - Ethanol (-110 °C bis 60 °C)
- Thermoelement
  - 3 Drähte aus 2 verschiedenen Metallen an 2 Stellen verlötet, Spannungsmessgerät an nicht verlöteten Enden der Drähte
  - beide Kontaktstellen auf gleicher Temperatur: Thermospannung = 0
  - Bei verschiedenen Temperaturen: Thermospannung  $\neq$  0
  - Misst Temperaturdifferenzen, Bad für Vergleichstemperatur notwendig

## Thermospannungen verschiedener Thermoelemente



## Hohe Temperatur: Heizbäder

- Ölbad
  - + Passt sich der Form der *Gegenstände* gut an
  - + schneller Wärmeübertrag durch Konvektion
  - + kann in Thermostaten umgepumpt werden
  - Reinigung der erhitzten *Gegenstände* aufwendig
  - geringe Maximaltemperatur möglich (Rauchpunkt)
  - Spritzgefahr bei Wasser im Ölbad, (oft) brennbar
- Sandbad
  - + Sehr hohe Temperatur möglich
  - + Reinigung der erhitzten *Gegenstände* einfach
  - + nicht brennbar
  - schlechte Wärmeleitung
  - langsame Reaktion (kein Rühren möglich)
  - Änderung der Position der *Gegenstände* schwierig

## Tiefe Temperatur: Kältemischung, Kältebad

### Kältemischungen:

Salz und Eis und etwas Wasser.

Abkühlung durch Schmelzen des Eises

Tiefste erreichbare Temperatur: Schmelzpunkt der gesättigten Salzlösung  
(100 g Eis + 143,9 g  $\text{CaCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$  erreicht  $-55^\circ \text{C}$ )

### Kältebäder:

Aceton/Trockeneis:  $-78^\circ \text{C}$

Flüssiger Stickstoff:  $-196^\circ \text{C}$

## Kapitel 3: Trenn- und Reinigungsmethoden

## Trennmethoden: fest/flüssig

dekantieren, filtrieren, abnutschen,  
zentrifugieren :  
Wahl der Methode je nach  
Niederschlag und Ziel

Zustand des Niederschlags kann  
beeinflusst werden (Vgl. V. 3.2)



Filtriergestell mit Glastrichter



Saugflasche mit Büchnertrichter

passendes Filterpapier wählen!

Fixieren Sie die Saugflasche  
mit einer Stativklammer!

## Kristallisation von $KAl(SO_4)_2$



Bild aus Wikipedia

Art und Größe der Kristalle wird  
durch Versuchsbedingungen  
festgelegt:

Keimbildungsgeschwindigkeit  
Keimwachstumsgeschwindigkeit

Bild: Kristalle mit etwa 2cm

Keimbildungsgeschwindigkeit nahe  
Null, langsames Wachstum der  
vorhandenen Kristalle

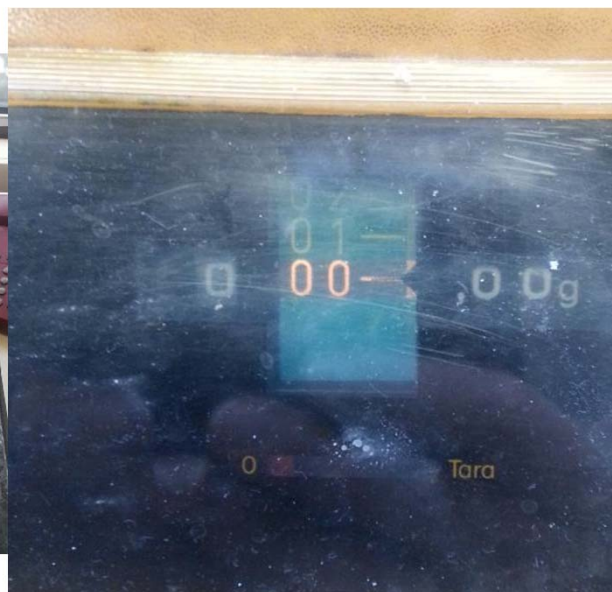
## Zentrifugieren, Bedienung der Zentrifuge



Drehzahl: 40%  
Zeit: 4-6min

Gewicht der Zentrifugengläser  
muss gleich sein!  
In gegenüberliegende Plätze  
stecken

## Bedienung der Waage



## Ionentauscher

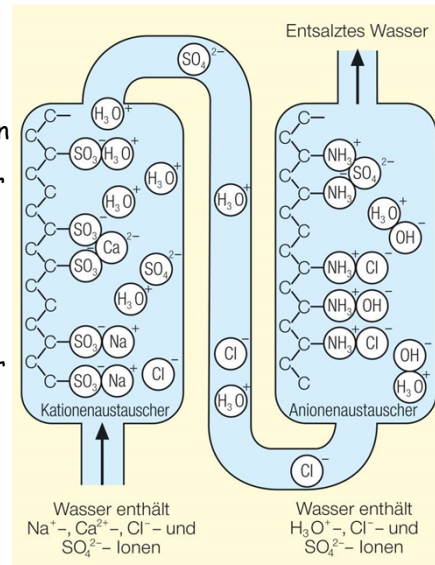
### Kationentauscher

Beladung mit einer Ionensorte (meist  $H^+$ ):  
 $H^+$  wird abgegeben, andere werden festgehalten

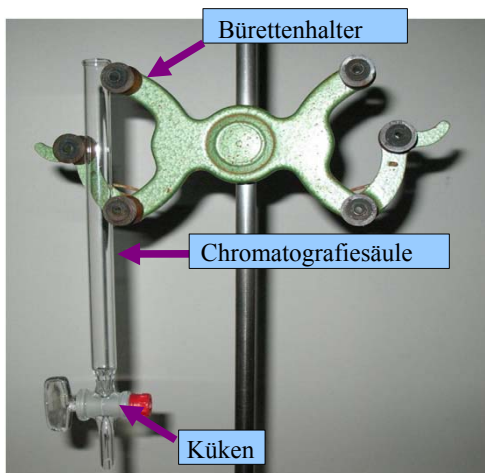
Kationentauscher: durch Säuren regenerierbar  
 Anionentauscher: durch Basen regenerierbar  
 Regeneration durch Verschiebung des Gleichgewichts

### Einsatzgebiete:

Entfernen von Ionen aus Lösung  
 Aufkonzentration von Ionen im Ionentauscher  
 Spülmaschine (dann  $Na^+$ -Beladung)



### Ionenaustauscher (Durchführung)



- Bürettenhalter benutzen
- Küken (wenig) fetten, Füllhöhe Ionenaustauschergranulat etwa 5-7cm
- $CaCl_2$ -Lösung nicht zu konzentriert ansetzen

## Ausschütteln (Nernstscher Verteilungssatz)



Extraktion von gelöstem Iod aus Wasser durch  $\text{CHCl}_3$

gelöstes Iod verteilt sich in beiden Lösungsmitteln

$$\text{Nernst: } \frac{c(\text{I}_2)_{\text{Wasser}}}{c(\text{I}_2)_{\text{Chlorof.}}} = k$$

Iod-Stärke-Test zur Überprüfung der wässrigen Phase

Scheidetrichter entlüften, Druck steigt bei leicht flüchtigen Lösungsmitteln

## Papierchromatographie (Verteilungschromatographie)



Trenn- und Analysemethode

Substanzen verteilen sich zwischen 2 flüssigen Phasen

mobile Phase: 1-Butanol, mit 12%iger Salzsäure ausgeschüttelt.  
4 Teile Butanol auf 1 Teil Salzsäure

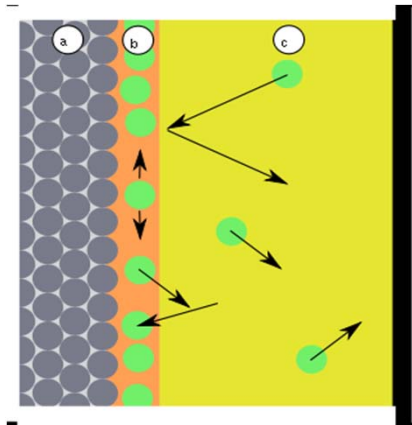
stationäre Phase: Wasserfilm auf Papierfaser

Entwickeln mit  $\text{Na}_2\text{S}$ -Lsg: Sulfide, schwarz und braun gefärbt

auftragen mit Kapillarröhrchen



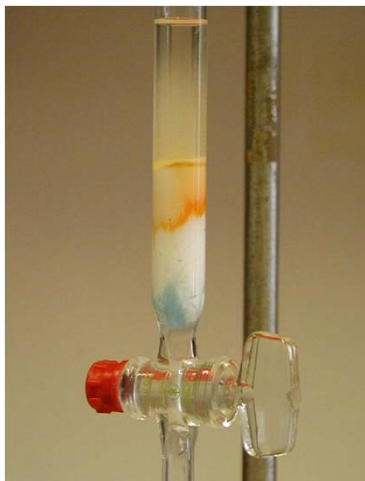
## Adsorption an Aktivkohle



- keine chemische Reaktion
- Wechselwirkungen zwischen Oberfläche und Molekül
- "Aktiv"-Kohle: vergrößerte Oberfläche (Herstellung)
- Nomenklatur
  - a) Adsorbens
  - b) Adsorbat
  - c) freie Moleküle

Bild: Wikipedia

## Säulenchromatographie (Adsorptionschromatographie)



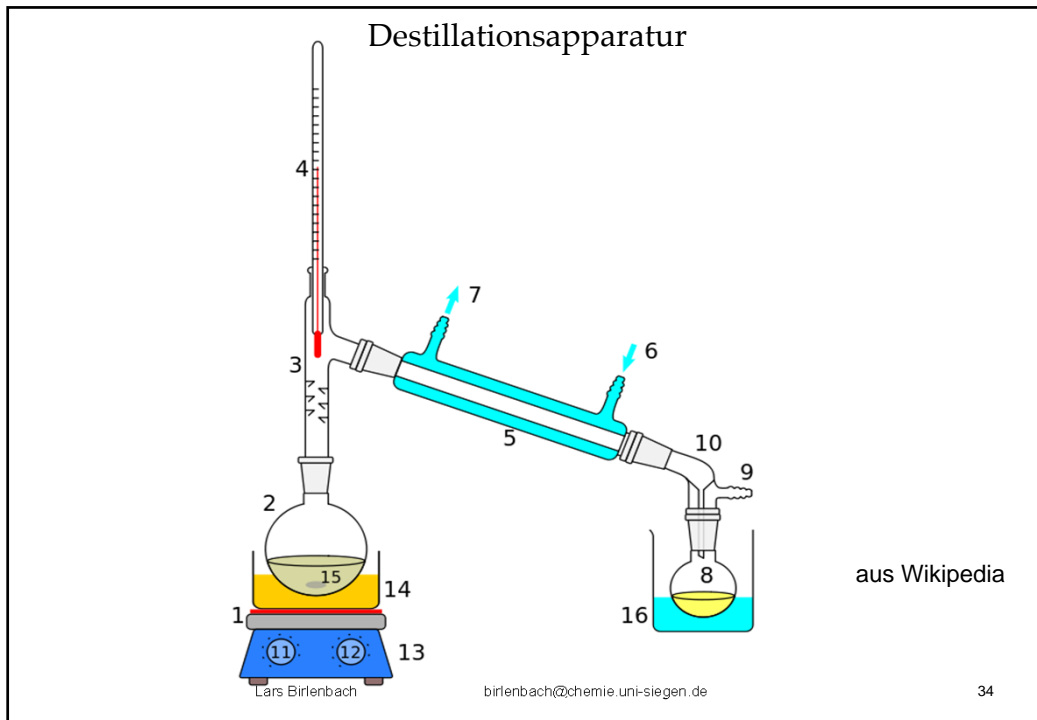
stationäre Phase: Aluminiumoxid

mobile Phase: Ethanol

Adsorption am Aluminiumoxid,  
je polarer, desto stärker

Polarität Lösungsmittel beeinflusst  
Adsorption und damit  
Wanderungsgeschwindigkeit

hydrostatischer Druck



### Destillation

Ausnutzung unterschiedlicher Siedepunkte

leichter siedende Komponente reichert sich im Dampf an

Verbesserung der Trennung durch Vigreux-Kolonne

Glas ist zerbrechlich

max. Ölbadtemperatur 200 °C

vor Inbetriebnahme vom Assistenten überprüfen lassen

Schliffe fetten  
vor Rückgabe der Apparatur mit Heptan wieder entfetten