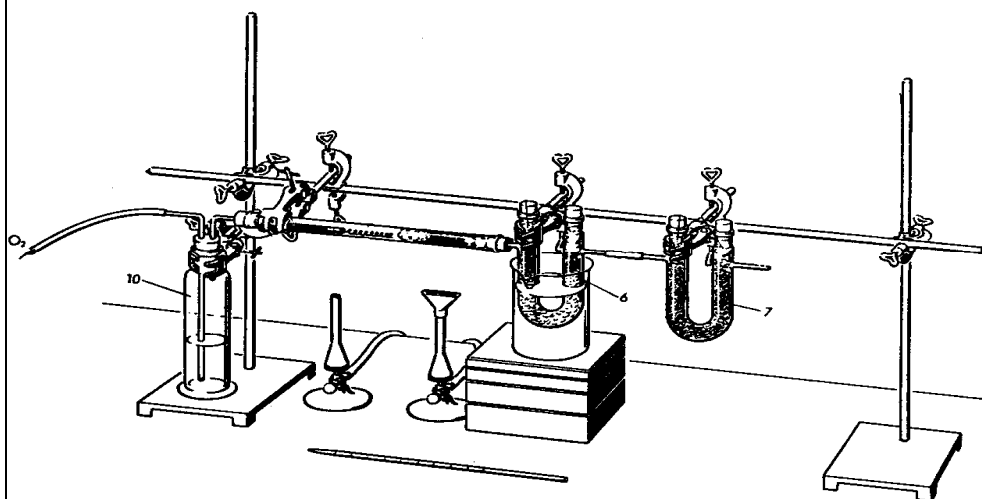


Prinzip

Die Elementaranalyse ist ein Verfahren zur Bestimmung der quantitativen Zusammensetzung eines Stoffes. Eine genau abgewogene Menge der unbekanntes Substanz wird verdampft und entzündet sich an einer heißen Platinwendel. Der Kohlenstoff der Verbindung oxidiert dann zu Kohlenstoffdioxid, und der Wasserstoff zu Wasser. Die Verbrennungsprodukte CO_2 und H_2O werden dann in Natronkalk, bzw. in Calciumchlorid gebunden und in den vorher gewogenen Absorptionsgefäßen aufgefangen. Deren Gewichtssumme entspricht der Menge der Verbrennungsprodukte, aus der sich der Gehalt der ursprünglichen Substanz an Kohlenstoff und Wasserstoff berechnen lässt. Der Sauerstoffanteil ergibt sich dann als Differenz zur eingewogenen Masse.

Aufbau und Vorbereitung



Benötigte Geräte

- | | |
|--|--|
| <input type="checkbox"/> Bunsenstativ (1000mm) | <input type="checkbox"/> 2 Ansatzstutzen |
| <input type="checkbox"/> 2 Bunsenstative (500mm) | <input type="checkbox"/> Glühröhrchen |
| <input type="checkbox"/> 6 Doppelmuffen | <input type="checkbox"/> Becherglas, 600mL |
| <input type="checkbox"/> 4 Universalklemmen | <input type="checkbox"/> ER-Gummistopfen |
| <input type="checkbox"/> Verbrennungsrohr (300mm) | <input type="checkbox"/> 6 EH-Gummistopfen ER-Bohr. |
| <input type="checkbox"/> Quarzglas | <input type="checkbox"/> Messpipette, 1mL |
| <input type="checkbox"/> 2 Trockenrohre (U-förmig) | <input type="checkbox"/> Glaswaschflasche, 200mL |
| <input type="checkbox"/> Spatel | <input type="checkbox"/> 2 Bunsenbrenner mit Zubehör |
| <input type="checkbox"/> 4 Unterklötze | <input type="checkbox"/> Stahlflasche mit Sauerstoff |
| <input type="checkbox"/> Waage (200g/0,001g) | |

Verwendete Chemikalien

- | | |
|---|--|
| <input type="checkbox"/> Substanz | |
| <input type="checkbox"/> Schwefelsäure, w = 98% | |
| <input type="checkbox"/> Platindraht (Wendel) | |
| <input type="checkbox"/> Ethanol, 250 mL | |
| <input type="checkbox"/> Kupferoxid – Drahtform | |
| <input type="checkbox"/> Calciumchlorid, wasserfrei | |
| <input type="checkbox"/> Natronkalk | |
| <input type="checkbox"/> Quarzglaswolle | |

Durchführung

Der Sauerstoffstrom aus der Gasflasche wird zum Trocknen durch eine Waschflasche, die konzentrierte Schwefelsäure enthält, geleitet. Diese ist mit einem Verbrennungsrohr, das an den Enden jeweils mit Quarzwollestopfen verschlossen ist, verbunden. Im Rohr befindet sich ein Glühröhrchen mit der zu analysierenden Substanz und eine Platinwendel, deren eines Ende in das Glühröhrchen reicht. Dahinter befindet sich, durch einen Quarzwollestopfen abgetrennt, drahtförmiges Kupfer(II)oxid, welches als Oxidationsmittel dient. An das Experimentierrohr schließt sich ein U-Rohr mit Natronkalk an, welcher das entstehende CO_2 bindet. Ein weiteres U-Rohr enthält wasserfreies Calciumchlorid zur Absorption des gebildeten Wassers. Beide U-Rohre müssen mit Quarzwollestopfen verschlossen werden. In das Glühröhrchen wird nun etwa 0,1 g - 0,5 g Substanz eingewogen und die Masse der U-Rohre notiert. Durch die Apparatur leitet man einen schwachen Sauerstoffstrom. Die Platinwendel wird erhitzt und die Substanz langsam verdampft. Gleichzeitig wird mit starker Flamme das Kupferoxid erhitzt. Der Stoff sollte etwa mit 5mm großer Flamme verbrennen. Als Folge der Verbrennung (Oxidation) des zu untersuchenden Stoffes wird das schwarze Kupferoxid zu rötlichem Kupfer reduziert. Bei weiterem Erhitzen wird es wieder schwarz. Nach dem Abkühlen wird der Sauerstoffstrom durch die Apparatur abgestellt und die U-Rohre erneut gewogen. Die Masse des Wassers (CaCl_2 - U-Rohr) bzw. Die Masse des CO_2 (Natronkalk - U-Rohr) werden ermittelt.

Masse(Substanz)		g
-----------------	--	---

		Masse vorher		Masse nachher	
H ₂ O	CaCl ₂ - U-Rohr (CC)		g		g
CO ₂	Natronkalk-U-Rohr (NK)		g		g

Die prozentualen Anteile w(C), w(H) und w(O) der in der Analysesubstanz gebundenen Elemente können auf dem folgenden Weg berechnet werden:

Es verhalten sich :
$$\frac{\text{gesuchte Masse(C)}}{\text{molare Masse(C)}} = \frac{\text{gefundene Masse (CO}_2\text{)}}{\text{molare Masse(CO}_2\text{)}}$$

entsprechend für Wasserstoff:
$$\frac{\text{gesuchte Masse (H)}}{\text{molare Masse(H)}} = 2 \cdot \frac{\text{gefundene Masse (H}_2\text{O)}}{\text{molare Masse(H}_2\text{O)}}$$

entsprechend der Massenanteil:
$$w(\text{C}) = \frac{m(\text{C})}{m(\text{Substanz})} \cdot 100 \%$$

eingesetzt:
$$w(\text{C}) = \frac{m(\text{CO}_2) \cdot M(\text{C})}{m(\text{Substanz}) \cdot M(\text{CO}_2)} \cdot 100 \%$$

$$w(\text{C}) = \frac{(m(\text{NK}_n) - m(\text{NK}_v)) \cdot 12 \text{ g/mol}}{m(\text{Substanz}) \cdot 44 \text{ g/mol}} \cdot 100\%$$

es bedeuten: m(NK_n) bzw. m(NK_v): Masse des U-Rohrs mit Natronkalk nach bzw. vor der Analyse.

analog gilt für Wasserstoff
$$w(\text{H}) = \frac{2 \cdot m(\text{H}_2\text{O}) \cdot M(\text{H})}{m(\text{Substanz}) \cdot M(\text{H}_2\text{O})} \cdot 100 \%$$

$$w(\text{H}) = \frac{(m(\text{CC}_n) - m(\text{CC}_v)) \cdot 2 \text{ g/mol}}{m(\text{Substanz}) \cdot 18 \text{ g/mol}} \cdot 100\%$$

es bedeuten: m(CC_n) bzw. m(CC_v): Masse des U-Rohrs mit Calciumchlorid nach bzw. vor der Analyse.

Falls bei der qualitativen Analyse keine weiteren Elemente identifiziert wurden, errechnet sich der prozentuale Anteil an Sauerstoff nach $w(\text{O}) = 100 \% - (w(\text{C}) + w(\text{H}))$.

Mit der quantitativen Analyse kann man zwar das Massenverhältnis, aber nicht die Strukturformel ermitteln. Dazu benötigt man zusätzlich die molare Masse des Stoffes.

Aus-
wertung

Beispiel einer Versuchsauswertung

für eine fiktive Substanz, die Kohlenstoff, Wasserstoff und Sauerstoff enthält:

- a) Eingewogene Analysensubstanz: $m(\text{Substanz}) = 0,5 \text{ g}$
 b) Masse des CaCl_2 -U-Rohr vor dem Versuch: $m(\text{CC}_v) = 68,2 \text{ g}$
 c) Masse des CaCl_2 -U-Rohr nach dem Versuch: $m(\text{CC}_n) = 68,8 \text{ g}$
 d) Masse des Natronkalk-U-Rohr vor dem Versuch: $m(\text{NK}_v) = 71,7 \text{ g}$
 e) Masse des Natronkalk-U-Rohr nach dem Versuch: $m(\text{NK}_n) = 72,4 \text{ g}$

$$\text{Es ist } w(\text{C}) = \frac{(m(\text{NK}_n) - m(\text{NK}_v)) \cdot 12 \text{ g/mol}}{m(\text{Substanz}) \cdot 44 \text{ g/mol}} \cdot 100\% = \frac{(72,4 \text{ g} - 71,7 \text{ g}) \cdot 12 \text{ g/mol}}{0,5 \text{ g} \cdot 44 \text{ g/mol}} \cdot 100\%$$

$$w(\text{C}) \approx 38,2 \%$$

$$\text{Es ist } w(\text{H}) = \frac{(m(\text{CC}_n) - m(\text{CC}_v)) \cdot 2 \text{ g/mol}}{m(\text{Substanz}) \cdot 18 \text{ g/mol}} \cdot 100\% = \frac{(68,8 \text{ g} - 68,2 \text{ g}) \cdot 2 \text{ g/mol}}{0,5 \text{ g} \cdot 18 \text{ g/mol}} \cdot 100\%$$

$$w(\text{H}) \approx 13,3 \%$$

$$\text{Dann ist } w(\text{O}) = 100\% - (w(\text{C}) + w(\text{H})) = 100\% - 38,2\% - 13,3\% = 48,5\%$$

Tipps:

Beachten:



Entsorgung

Literatur

R. Flügel, Die Chemie in Versuchen OC; Phywe Göttingen, 1971