

2.1 Bestimmung der molaren Masse einer Probesubstanz durch das Dampfdichteverfahren.

Die molare Masse einer Probesubstanz wird mithilfe des Aufbaues aus Abbildung 1 und der in der Theorie hergeleiteten Formel (1.3) bestimmt.

$$M = m \frac{V_{m_0} p_0 T}{V p T_0}$$

$V_{m_0} = 22414 \frac{\text{ml}}{\text{mol}}$, $p_0 = 1013,25 \text{ hPa}$, $T_0 = 273,15 \text{ K}$ sind Molvolumen des idealen Gases, Druck und Temperatur der Normalbedingung. Gemessen werden die Masse m und das Dampfvolumen V des Gases sowie der Luftdruck p . Die Luftdruckmessung während der Messreihen ergab einen Luftdruck $p = 1020,4(\pm 0,2) \text{ hPa}$. Bei der Messung wird zuerst das Wasser im Glasmantel der Apparatur zum Kochen gebracht und konstant bei 100°C gehalten. D.H. die Temperatur T wurde konstant bei ungefähr $373,15(\pm 4) \text{ K}$ gehalten. Anschließend wird eine Spritze mit $0,1 \text{ ml}$ (bzw. $0,2 \text{ ml}$ bei Cyclohexan) der flüssigen Probesubstanz aufgezogen und die Substanz durch eine Gummikappe in den Glaszylinder injiziert. Der Glaskolben wird während der Verdampfung der Probe aufgrund der Volumenänderung herausgedrückt. Sobald sich das Volumen nichtmehr ändert kann das Dampfvolumen V abgelesen und die Spritze entfernt werden. Zur Bestimmung der Masse m der Probe wird die aufgezogene Spritze und die nach der Injektion leere Spritze gewogen und die Differenz bestimmt. Für die beiden Proben wird diese Messung jeweils 5-mal durchgeführt und Quotienten $\frac{m}{V}$ durch Mittelung über die 5 Messungen und der Fehlerfortpflanzung berechnet.

2.1.1 Ethanol

Die Messreihe liefert die folgende Wertetabelle aus dem der Mittelwert und der Fehler bestimmt werden.

M in g	Δm in g	V in ml	ΔV in ml	$\frac{m}{V}$ in $\frac{\text{g}}{\text{ml}}$	$\Delta \frac{m}{V}$ in $\frac{\text{g}}{\text{ml}}$
0,11	0,06	58,5	0,5	0,00188	0,001026
0,1	0,06	58,5	0,5	0,001709	0,001026
0,12	0,06	56	0,5	0,002143	0,001072
0,09	0,06	51,5	0,5	0,001748	0,001165
0,09	0,06	37,3	0,5	0,002413	0,001609

Tabelle 1: Messung von m , V von Ethanol mithilfe des Dampfdichteverfahrens

Durch Mittelung von $\frac{m}{V}$ erhält man einen Wert von $0,001979(\pm 0,000537)$. Der Fehler und die folgenden Fehler ergeben sich aus der Fehlerfortpflanzung im Anhang. Aus diesem Wert und den oben angegebenen Werten lässt sich nach der Formel 10 die molare Masse zu $M = 60,15997(\pm 16,32861) \frac{\text{g}}{\text{mol}}$ bestimmen.

2.1.2 Cyclohexan

Die Messreihe liefert die folgende Wertetabelle aus dem der Mittelwert und der Fehler bestimmt werden.

M in g	Δm in g	V in ml	ΔV in ml	$\frac{m}{V}$ in $\frac{g}{ml}$	$\Delta \frac{m}{V}$ in $\frac{g}{ml}$
0,16	0,06	47,7	0,5	0,003354	0,001258
0,16	0,06	69,2	0,5	0,002312	0,000867
0,18	0,06	77,9	0,5	0,002311	0,00077
0,19	0,06	70,1	0,5	0,00271	0,000856
0,21	0,06	70,7	0,5	0,00297	0,000849

Tabelle 2: Messung von m, V von Cyclohexan mithilfe des Dampfdichteverfahrens

Durch Mittelung von $\frac{m}{V}$ erhält man einen Wert von $0,002732(\pm 0,000419)$. Aus der Formel 10 folgt:
 $M = 83,05362(\pm 12,76155) \frac{g}{mol}$.

2.2 Bestimmung der molaren Masse einer Probesubstanz durch seine Gefrierpunktserniedrigung

Um die Gefrierpunktserniedrigung zu bestimmen wird der Gefrierpunkt von Cyclohexan und einer verdünnten Lösung aus Probesubstanz und Cyclohexan bestimmt. Die Differenz zwischen den beiden Gefrierpunkten entspricht der Gefrierpunktserniedrigung. Dazu wird zuerst eine Menge m_L von $15,57(\pm 0,03)g$ Cyclohexan in einen Reagenzglas, das sich in einem Kältebad befindet, gegeben. Unter ständigen Rühren wird die Abkühlkurve durch eine Temperatur-Zeit-Messung bestimmt. Bleibt die Temperatur über einen längeren Zeitraum konstant ist der Gefrierpunkt erreicht und kann aus dem Graphen abgelesen werden. Nachdem der Gefrierpunkt bestimmt wurde, wird zu dem Cyclohexan eine Menge m_s von $0,35(\pm 0,06)g$ der Probesubstanz hinzugegeben und die Messung erneut durchgeführt. Die Menge der Probesubstanz ergibt sich aus der Differenz der mit der Substanz gefüllten Behälter und dem leeren Behälter $m_s = 9,93(\pm 0,03)g - 9,58(\pm 0,03)g$. Der Gefrierpunkt der verdünnten Lösung wird analog zu oben aus der Abkühlkurve bestimmt. Dabei ist der Gefrierpunkt als Knick in dem Graphen zu erkennen.

Die Messung der beiden Abkühlkurven ergibt folgenden Graphen, der mit Excel erstellt wurde.

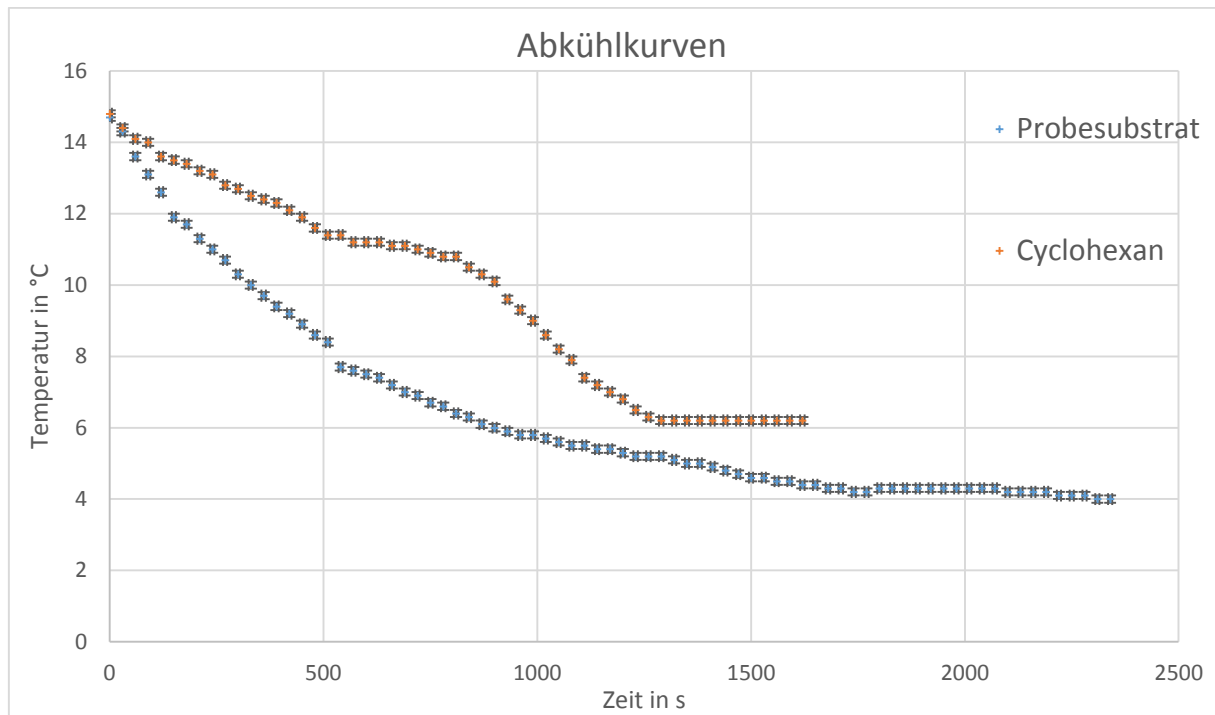


Abbildung 3: Abkühlkurven von Cyclohexan und einer verdünnten Lösung aus Cyclohexan und einer Probesubstanz

Aus dem Graphen ergibt sich ein Gefrierpunkt von $6,2(\pm 0,1)^{\circ}\text{C}$ für Cyclohexan und von $4,3(\pm 0,1)^{\circ}\text{C}$ für die Lösung. Die Gefrierpunktniedrigung ΔT ergibt sich aus der Differenz der Gefrierpunkte und beträgt $1,9(\pm 0,2)^{\circ}\text{C} = 1,9(\pm 0,2)\text{K}$.

Die molare Masse M_S kann mit der Formel:

$$M_S = K \frac{m_s}{m_L} \frac{1}{\Delta T}$$

aus 1.2 mit einer kryoskopischen Konstante $K = 20,2 \cdot 10^3 \frac{\text{g} \cdot \text{K}}{\text{mol}}$ [1] für Cyclohexan als Lösungsmittel berechnet werden. Mit den gemessenen Werten bestimmt sich die molare Masse der Probesubstanz zu $M_S = 238,98(\pm 43,19) \frac{\text{g}}{\text{mol}}$. Der Fehler ergibt sich aus der Fehlerfortpflanzung.

Diskussion:

3.1 Bestimmung der molaren Masse einer Probesubstanz durch das Dampfdichteverfahren.

Vergleicht man unser bestimmten molaren Massen für Ethanol $M_E = 60,15997(\pm 16,32861) \frac{g}{mol}$ und Cyclohexan $M_C = 83,05362(\pm 12,76155) \frac{g}{mol}$ mit den Literaturwerten von Ethanol $M_{EL} = 46,0684 \frac{g}{mol}$ [1] und Cyclohexan $M_{CL} = 84,1595 \frac{g}{mol}$ [2], so stellt man fest, dass die Literaturwerte jeweils im Toleranzbereich unserer Messung liegen. Mögliche Fehlerquellen bei der Messung sind die nicht vollständige Verdampfung der Tropfen beim Einspritzen. Man konnte beim Versuch beobachten, dass einzelne Tropfen auf der Nadel zurückgewandert sind ohne zu verdampfen. Beim zurückschieben des Glaskolbens sah man entsprechend Flüssigkeit am Injektionsgummi. Eine weitere Fehlerquelle könnte die Reibung beim Herausschieben des Glaskolbens sein, die nicht weiter berücksichtigt wurde.

3.2 Bestimmung der molaren Masse einer Probesubstanz durch seine Gefrierpunktserniedrigung

Die in 2.2 verwendete Probesubstanz ist Eicosan. Der Literaturwert der molaren Masse von Eicosan beträgt $282,55 \frac{g}{mol}$ [3] und liegt damit deutlich über den von uns bestimmten Wert von $238,98(\pm 43,19) \frac{g}{mol}$ und knapp nicht im Toleranzbereich unserer Messung. Diese große Abweichung zum Literaturwert liegt vermutlich hauptsächlich daran, dass das Eicosan nicht vollständig im Cyclohexan gelöst wurde. Z.B. blieben Reste des Pulvers an der Glasscheibe des Reagenzglases haften, die so nicht in dem Cyclohexan gelöst werden konnte. Der Fehler für m_s von 0,06g ist vermutlich als zu klein angenommen worden, wodurch der Literaturwert nicht mehr im Toleranzbereich liegen konnte.

[1] <http://www.wolframalpha.com/input/?i=ethanol>, den 16.06.2015

[2] <http://www.wolframalpha.com/input/?i=cyclohexane>, den 16.06.2015

[3] Gerald M. Brooke, Simon Burnett, Shahid Mohammed, David Proctor, Mark C. Whiting, *A versatile process for the syntheses of very long chain alkanes, functionalised derivatives and some branched chain hydrocarbons* In: *J. Chem. Soc., Perkin Trans.*, 1, **1996**, S. 1635-1645 (doi:10.1039/P19960001635).