

Praktikumsprotokoll

Anorganische Chemie

Praktikum vom 4.11.2002

Versuch 1: Darstellung von Kaliumiodat

Versuch 3: Bestimmung des Natriumoxidgehaltes (Na_2O) aus einer Natronwasserglaslösung

Versuch 5: Synthese eines Silikonkautschuks

Teilnehmer:

Annika Dettloff, Mtknr: 200124116

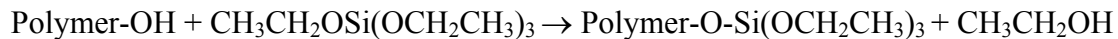
Joanna Swidlinski, Mtknr. 200124158

Versuch 5: Synthese eines Silikonkautschuks

Theoretische Grundlagen

Silicone bestehen aus aus langen O-Si-O –Ketten ,die aus tetraedischen Einheiten aufgebaut sind. Die Bindungsplätze, die nicht von O-Atomen belegt sind nehmen organische Gruppen wie die Methylgruppe CH₃ ein. Dauerhafte elastische und unlösliche Gummiartikel erhält man durch eine anschließende Vernetzung.

Zur Vernetzung werden die OH-Endgruppen des Polymers mit Tetraethoxysilan gekoppelt.



Literatur:

Mortimer;

Atkins, Chemie einfach alles;

Internet: Chemische Institute TU Bergakademie Freiberg

Verwendete Geräte

Magnetrührer/Heizplatte

Petrischale

Thermometer

Glasstab

Vinylhandschuhe

Verwendete Chemikalien

Chemikalie	Sicherheitshinweise	S und R-Sätze
Octamethylcyclotetresiloxan		R:10
Kaliumhydroxid	ätzend	R:35 S:2-26-37/39
Celite	gesundheitsschädigend	R:20-48 S:22
Tetraethoxysilan	gesundheitsschädigend	R:10-20-36/37
Dibutyldilauratzinn	giftig	R:23/24/25 S:2-13-44
Toluol(Toluen)	entzündlich/ gesundheitsschädigend	R :11-20 S: 2-13-44
Dimethylsulfoxid	reizend	R:36/37/38 S:26-37/39

Durchführung

Polymerisation :

In eine Petrischale wurden 22,66 g OMCTS eingewogen und unter rühren auf einer Heizplatte erwärmt. Es wurden 0,27g KOH (feinverrieben) und 3 Tropfen Dimethylsulfoxid zugefügt. Nach 15 min rühren hatte das Gemisch die Temperatur von 98 ° C erreicht und war nach guter Durchmischung viskoser geworden. Daraufhin wurde die Petrischale von der Heizplatte genommen, so dass sich das Gemisch abkühlen konnte. Während durchgängig gerührt wurde, wurden 2,06 g Celite und 0,69 g Tetraethoxysilan hinzugefügt. Nach einer weiteren Durchmischung in der Petrischale wurden 0,98 g des Beschleunigers

Dibutyldilauratzinn hinzu gegeben. Nachdem nach ca. 45 min. Rühren keine weitere Erhöhung der Viskosität festgestellt werden konnte, wurden weitere 2,2 g Celite hinzugefügt. Die Petrischale wurde nach guter Durchmischung stengelassen. Erst nach einiger Zeit konnte man eine Vernetzung und ein Entstehen einer kautschukartigen Masse erkennen.

Beobachtung

Die Polymerisation trat auch nach Zugabe von weiterem Celite nur sehr langsam ein. Nachdem das Gemisch ca. 45 min stengelassen wurde, konnte die Bildung einer viskosen, kautschukartigen Masse beobachtet werden. Der Versuch einen Ball zu formen, scheiterte zunächst, da die Masse noch nicht fest genug und die Vernetzung noch nicht weit genug fortgeschritten war. Das Ergebnis war, dass sich das Gemisch auf den Handschuhen verteilte und nicht formbar war. Ein zweiter Versuch wurde nach einigen Minuten Wartezeit mit dem verbliebenen Rest unternommen. Nun war ein Formen möglich. Es entstand ein Ball. Dieser jedoch blieb weich, und härtete auch nach ca. 20min. rollen und kneten nicht weiter aus.

Auswertung / Fragen

Zur Herstellung eines Kautschuks ist festzustellen, dass die richtige Zusammensetzung wichtig ist. Die Verhältnisse der verschiedenen Stoffe müssen stimmen, damit eine Vernetzung eintreten kann bzw. in einem gegebenen Zeitraum eintreten kann. Wie beobachtet, trat eine höhere Vernetzung mit Zeitverzögerung auf.

-Welche charakteristischen Besonderheiten weisen die Kieselsäuren gegenüber anderen Säuren auf?

Kieselsäure hat die Neigung zur intermolekularen Wasserabspaltung, die eine Bildung von amorphen Siliciumdioxid bewirkt.

-Welche Zusammenhänge bestehen zwischen Struktur und Eigenschaften von Siliconöl, Silicongummi und Siliconharz?

Siliconöl (flüssig): hochmolekulare Siloxane, kettenförmige, nicht vernetzte Makromoleküle mit mäßiger Kettenlänge.

Silicongummi (gummiartig): die Viskosität nimmt mit wachsender Kettenlänge zu, gering vernetzte Ketten zeigen Kautschukelastizität.

Siliconharz: (feste Massen, harzartig): hochmolekulare, stark vernetzte Siloxane.

-Welche Atomgruppierung ist für die Silicone charakteristisch?

Silicone bestehen aus aus langen O-Si-O –Ketten ,die aus tetraedischen Einheiten aufgebaut sind. Die Bindungsplätze, die nicht von O-Atomen belegt sind nehmen organische Gruppen wie die Methylgruppe CH₃ ein. Die Kohlenwasserstoffgruppen machen die Substanz wasserabweisend. Das Siliciumatom befindet sich im Zentrum des SiO₂(CH₃)- Tetraeders.

-Nennen Sie verschiedene Anwendungen von CH_3SiCl_3 und SiCl_4 !

Mit Siliconen kann man Gewebe wasserfest imprägnieren, weil die O-Atome, die nicht durch organische Gruppen ersetzt wurden, sich an das Gewebe heften und dadurch die hydrophoben Methylgruppen wie winzige, umgekehrte Regenschirme von der Gewebeoberfläche abstehen lassen. Aus ähnlichen Gründen verhalten sich die Silicone biologisch inert und bleiben auch bei Kontakt mit Körperflüssigkeiten unverändert. Weil sie Blut nicht gerinnen lassen und sich nicht an Körpergewebe anlagern, verwendet man sie als chirurgische und kosmetische Implantate. SiCl_4 ist Rohstoff für Kautschuke, Puder, Salben usw.

-Erklären sie den Unterschied zwischen Polymerisation, Polykondensation, Polykondensation und Polyaddition!

Polymerisation:

Die Monomere sind ungesättigte Verbindungen, wie z.B. Alkene. Sie enthalten Doppelbindungen, die geöffnet werden, um neue Bindungen zwischen Molekülen zu knüpfen. Aus Ethen entsteht so Polyethen. Die Reaktion kann über Radikale oder Ionen ablaufen.

Polykondensation:

Die Reaktion findet zwischen Monomeren unter Eliminierung kleiner Moleküle statt (Wasser). Produkte hierbei sind Polyester, Polyamide.

Polyaddition:

Die Reaktion führt zu einer Vernetzung von Ketten untereinander. Bei Kautschuk entsteht z. B. durch Addition von Schwefel (Vulkanisation) Gummi. Es wird eine Vernetzung durchgeführt.

Versuch 1 : Darstellung von Kaliumiodat

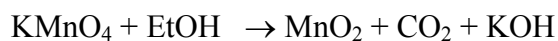
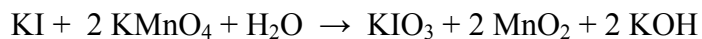
Verwendete Geräte

500 ml Dreihalskolben
Heizpilz
Magnetrührplatte
Brenner
Ceranplatte
Saugflasche
Büchner-Trichter
Kristallisierschale
Hot-Hand
Bechergläser 250-600ml
Messzylinder

Verwendete Chemikalien

Chemikalie	Löslichkeit	Fp
KI	1000g H ₂ O bei 20°C: 143 g	686°C
KMnO ₄	1000g H ₂ O bei 20°C: 64 g	50°C
ETOH		
Essigsäure verd.		

Reaktionsgleichungen:



Durchführung

10 g Kaliumpermanganat werden in 250 ml heißem VE Wasser gelöst. Der Lösung wird eine konzentrierte Kaliumiodid Lösung zugegeben. Das Gemisch wird in einem 500 ml Dreihalskolben mit einem Heizpilz 30 min lang erhitzt. Anschließend wird das überschüssige Permanganat durch die Zugabe von Alkohol beseitigt (Entfärbung der Lösung). Man filtriert die Lösung mit Saugflasche und Nutsche. Das so erhaltene Filtrat wird mit Essigsäure angesäuert und mit dem Brenner auf einer Ceranplatte bis zum Kristallisationspunkt eingedampft. Damit die Kristallisation vollständig ist wird die Lösung, nachdem die ersten Kristalle ausgefallen sind, mit Eis abgekühlt. Die entstandenen KIO₃-Kristalle werden abfiltriert und mit Ethanol nachgewaschen.

Beobachtung

- Es musste mehrmals filtriert werden, da immer wieder Braunstein mit in das Filtrat gelangte.
- Nach Zugabe von Essigsäure erhielt man nur eine schwachsaure Lösung, die nicht weiter angesäuert wurde.

- Das Eindampfen war langwierig und geschah unter ständigem Rühren.
- Als die ersten Kristalle ausfielen, wurde das Becherglas noch einige Minuten auf der Ceranplatte stehen gelassen, erst dann wurde die Lösung mit Eis abgekühlt.
- Es musste wieder mehrmals filtriert werden, um sämtliche KIO_3 -Kristalle im Filterkuchen aufzufangen. Danach wurde mit EtOH nachgewaschen.
- Der Filterkuchen wurde vom Filter in eine Kristallisierschale gekratzt.
- Die Kristalle wurden in der Kristallisierschale getrocknet.

Berechnungen

Einwaage KMnO_4 : **10,05 g**

Einwaage KI : **5,05 g**

+ → konz. KI- Lösung

Einwaage H_2O : **35,39 g**

1000g H_2O >> 143 g KI

x g H_2O >> 5 g KI

x = **34,97 g**

Einwaage Kristallisierschale: **89,30 g**

Einwaage Kristallisierschale + KIO_3 -Kristalle : **91,67 g**

Menge an KIO_3 : **2,37g**

Ausbeuteberechnung

$M(\text{KI}) = 165,91 \text{ g/mol}$

$M(\text{KIO}_3) = 214 \text{ g/mol}$

Bezogen auf KI

Aus 1 mol KI entsteht 1 mol KIO_3

165,91 g → 1 mol

5,05 g → 0,03 mol

Aus 0,03 mol KI entstehen 0,03 mol KIO_3

Theoretische Ausbeute

$$0,03 \text{ mol} * 214 \text{ g/mol} = \mathbf{6,51 \text{ g}}$$

Praktische Ausbeute

2,37 g

$$(2,37 \text{ g} / 6,51 \text{ g}) * 100 = \mathbf{36,4 \% = \text{Ausbeute}}$$

Auswertung / Fragen

Es wurden 2,37g Kaliumiodat erhalten. Das entspricht einer Ausbeute von 36,4 %. Ein gewisser Verlust ist bei der Filtration und beim Abkratzen vom Filter einzuberechnen. Bei der abschließenden Filtration könnte Produkt in die Mutterlauge gelangt sein bzw. nicht vollständig vom Filter abgekratzt worden sein. Außerdem laufen Nebenreaktionen ab, die Kalium verbrauchen, z.B. entsteht KOH.

Die Zugabe von Ethanol zum Reaktionsgemisch bewirkt eine Redoxreaktion mit Kaliumpermanganat und die Entstehung von CO₂ und H₂, sowie Braunstein, was eine Entfärbung der Lösung bewirkt.