

## Versuch P2. Adsorption (V. 4.1)

### I Ziel des Versuches

Für die Adsorption von Essigsäure und Oxalsäure an Holzkohle ist jeweils die Adsorptionsisotherme nach Freundlich zu vermessen.

### II Theoretischer Hintergrund

Steht eine gasförmige bzw. eine flüssige Phase in Kontakt mit einer festen Phase, so weicht die Zusammensetzung an der Phasengrenze von der im Inneren der beiden Phasen ab. Eine Anreicherung der gasförmigen bzw. flüssigen Komponente an der Grenzfläche wird als Adsorption bezeichnet.

Grundsätzlich können hier zwei unterschiedliche Adsorptionstypen unterschieden werden. Handelt es sich um Physisorption, so finden zwischen dem Adsorbat und der festen Phase nur Van der Waals-Wechselwirkungen statt. Im Falle einer Chemisorption wird zwischen der gasförmigen/flüssigen Komponente und der Oberfläche eine chemische Bindung ausgebildet. Unterscheiden kann man diese beiden Adsorptionstypen an der Adsorptionswärme, d.h. die Wärme die bei der Adsorption freigesetzt wird. Im Fall einer Physisorption ist die Adsorptionswärme kleiner als  $50 \text{ kJ mol}^{-1}$ ; bei einer Chemisorption ist sie größer als  $50 \text{ kJ mol}^{-1}$  und kann sogar Werte von Bindungsenergien im Bereich von einigen hundert  $\text{kJ mol}^{-1}$  annehmen.

Im Gleichgewicht ist die Adsorbat-Konzentration eine Funktion der Temperatur und Konzentration (Druck) in der gasförmigen/flüssigen Phase und kann über sogenannte Adsorptionsisothermen beschrieben werden. Die thermodynamische Behandlung der Adsorptionsgleichgewichte ist jedoch schwierig, da das chemische Potential des Adsorbats nicht nur vom Druck und der Temperatur, sondern auch vom Bedeckungsgrad abhängt. Neben den thermodynamisch abgeleiteten Adsorptionsisothermen nach Langmuir, BET, Gibbs u.v.a. existieren daher auch eine Reihe von empirischen Adsorptionsisothermen, mit denen sich der Verlauf der Adsorption für spezielle Bedingungen oder Klassen von Adsorptionssystemen sehr gut beschreiben lässt.

Die von H. Freundlich formulierte Gleichung:

$$N = b \cdot p^k \quad \text{bzw.} \quad n/m_A = b' \cdot c^k$$

mit:  $N$  = Anzahl der adsorbierten Teilchen,  $p$  = Druck,  $c$  = Konzentration in  $\text{mol/l}$ ,  $b$  und  $k$  = systemspezifische Konstante ( $0 < k < 1$ ),  $n$  = Molzahl adsorbierter Teilchen und  $m_A$  = Masse Adsorbens

beschreibt sehr gut Adsorptionssysteme bei niedrigen Bedeckungsgraden mit einer Adsorptionswärme, von der Bedeckung abhängig ist.

### III      **Stichworte zum theoretischen Hintergrund**

- Adsorption, Chemisorption, Physisorption
- Lennard-Jones-Potential
- Adsorptionsisothermen: Langmuir, BET, Freundlich, Henry
- Temperatur- und Druckabhängigkeit der Adsorptionsgleichgewichte

### IV      **Aufgaben, die zum Versuchstag vorbereitet werden sollen**

Schätzen Sie die Volumina ab, die an Oxalsäure / Essigsäure vorgelegt werden müssen, damit der Verbrauch an Kaliumpermanganatlösung oder Natronlauge bei der Titration jeweils ca. 25 ml beträgt (Überschlagsrechnung). Verwenden Sie dazu, 0,1 N (0,02 mol/L) bzw. 0,01 N (0,002 mol/L) Kaliumpermanganatlösung oder Natronlauge 0,1 N (0,1 mol/L) bzw. 0,01 N (0,01 mol/L).

### V      **Versuchsbeschreibung und -durchführung**

Für jede Messreihe sind Erlenmeyerkolben mit folgenden Konzentrationsabstufungen an Oxalsäure bzw. Essigsäure bereitzustellen:

0,5 N; 0,2 N; 0,1 N; 0,05 N; 0,025 N; 0,01 N

Außerdem werden zum Titrieren 500 mL 0,01 N Kaliumpermanganatlösung aus der bereitstehenden 0,1 N Kaliumpermanganatlösung frisch hergestellt (warum?) und mit der Partnergruppe geteilt.

Das Flüssigkeitsvolumen soll 100 ml betragen. In jeden Kolben werden genau 1,0000 g Kohle gegeben und kräftig geschüttelt (ca. 5 min). Anschließend wird die Lösung filtriert bis im Filtrat keine Kohlepartikel mehr zu sehen sind. Nach der Filtration werden 3 mal ? ml (s. Punkt IV) des Filtrats abgenommen und jeweils titriert: Oxalsäure gegen 0,1 N bzw. 0,01 N Kaliumpermanganatlösung im sauren Bereich (**durch Zugabe von 4 mL 50% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>**) bei mindestens 80°C während der gesamten Titration; Essigsäure gegen 0,1 N bzw. 0,01 N Natronlauge mit Phenolphthalein bei Zimmertemperatur. Überlegen Sie vorher, welche Permanganat-/Natronlaugekonzentration zur Titration besser geeignet ist. Der Umschlagspunkt ist in beiden Fällen erreicht, wenn die Lösung schwach rosa/violett bleibt (Oxalsäure) bzw. schwach rosa/violett wird (Essigsäure).

## VI a) Auswertung während des Versuchstages

1. Berechnen Sie aus den Titrationsergebnissen die Molzahl, die pro Gramm Holzkohle adsorbiert wurde.
2. Tragen Sie diese Werte als Funktion der Gleichgewichtskonzentration der Säure doppellogarithmisch auf und bestimmen sie die Konstanten  $b'$  und  $k'$ .

## VI b) Auswertung nach dem Versuchstag

1. Führen Sie eine ausführliche Fehlerbetrachtung durch.
2. Berechnen Sie mit den ermittelten Werten für  $b'$  und  $k'$  die Freundlich-Isothermen der beiden Säuren und tragen Sie diese zusammen mit den Messwerten auf.
3. Vergleichen Sie ihre Ergebnisse für Essigsäure und Oxalsäure und versuchen Sie daraus Rückschlüsse auf das Adsorptionsverhalten der beiden Substanzen zu ziehen.

## VII Materialien

### 1. Verwendete Chemikalien

#### **Oxalsäure:**

Signalwort: Gefahr



#### **Gefahrenbezeichnung(en)**

H302 + H312: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken oder Hautkontakt

H318: Verursacht schwere Augenschäden.

#### **Vorsichtsmaßnahmen**

P280: Schutzhandschuhe/ Augenschutz/ Gesichtsschutz tragen.

P305 + P351 + P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

#### **Essigsäure**

Signalwort: Gefahr



#### **Gefahrenbezeichnung(en)**

H226: Flüssigkeit und Dampf entzündbar.

H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.

### Vorsichtsmaßnahmen

P280: Schutzhandschuhe/ Schutzkleidung/ Augenschutz/ Gesichtsschutz tragen.

P305 + P351 + P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P310: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen

### Kaliumpermanganat

Signalwort: Gefahr



### Gefahrenbezeichnung(en)

H272: Kann Brand verstärken; Oxidationsmittel.

H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.

H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.

H410: Sehr giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.

### Vorsichtsmaßnahmen

P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen und anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P220: Von Kleidung/brennbaren Materialien fernhalten/entfernt aufbewahren.

P260: Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol nicht einatmen.

P280: Schutzhandschuhe/ Schutzkleidung/ Augenschutz/ Gesichtsschutz tragen.

P305 + P351 + P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P370 + P378: Bei Brand: Löschpulver oder Trockensand zum Löschen verwenden.

### NaOH

Signalwort: Gefahr



### Gefahrenbezeichnung(en)

H290: Kann gegenüber Metallen korrosiv sein.

H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.

### Vorsichtsmaßnahmen:

P260: Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol nicht einatmen.

P280: Schutzhandschuhe/ Schutzkleidung/ Augenschutz/ Gesichtsschutz tragen.

P303 + P361 + P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen/duschen.

P304 + P340 + P310: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen.

Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.

P305 + P351 + P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

## **Schwefelsäure**

Signalwort: Gefahr



### **Gefahrenbezeichnung(en)**

H290: Kann gegenüber Metallen korrosiv sein.

H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.

### **Vorsichtsmaßnahmen**

P280: Schutzhandschuhe/ Schutzkleidung/ Augenschutz/ Gesichtsschutz tragen.

P305 + P351 + P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P310: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

# Versuch P2

## Messprotokoll

### *„Adsorption“*

Gruppe	Umgebungstemp.[°C]	Datum/ Stempel
Name		

#### Oxalsäure:

Konzentration [N]	V(abgenommen) [ml]	Verbrauch KMnO <sub>4</sub> [ml]	n/m <sub>A</sub> [mol g <sup>-1</sup> ]
0,5			
0,2			
0,1			
0,05			
0,025			
0,01			

#### Essigsäure:

Konzentration [N]	V(abgenommen) [ml]	Verbrauch NaOH [ml]	n/m <sub>A</sub> [mol g <sup>-1</sup> ]
0,5			
0,2			
0,1			
0,05			
0,025			
0,01			

Rechenweg für die Anzahl der adsorbierten Säuremoleküle (1 mal exemplarisch):