

Organisch-chemisches Praktikum für Studierende des Lehramts

WS 08/09

Praktikumsleitung: Dr. Reiß

Assistent: Beate Abé

Name: Sarah Henkel

Datum: 26.11.2008

Gruppe 5: Halogenalkane

Versuch: Synthese von Iodoform

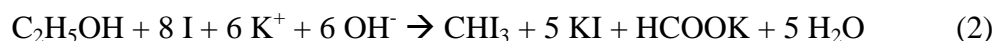
Zeitbedarf

Vorbereitung: 20 Minuten

Durchführung: Ca. 1 Stunde, 10 Minuten (+ über Nacht stehen lassen)

Nachbereitung: 10 Minuten

Reaktionsgleichung



Chemikalien

Tab. 1: Verwendete Chemikalien.

Eingesetzte Stoffe	Menge	R-Sätze	S-Sätze	Gefahrensymbol	Schuleinsatz
Natriumcarbonat (Na ₂ CO ₃)	5 g	36	2-22-26	Xi	S I
Kaliumiodid (KI)	6,25 g	-	-	-	S I
Ethanol (96 %ig) (C ₂ H ₅ OH)	12,5 mL	11	2-7-16	F	S I
Wasser (H ₂ O)	50 mL	-	-	-	S I
Iodoform (CHI ₃)		20/21/22	24/25	Xn	S I

Geräte

- Dreihalsrundkolben (250 mL)
- Magnetrührer mit Rührfisch
- Wasserbad
- Stativmaterial
- 3 Quickfithülen
- Thermometer
- 2 Kohleelektroden
- Kabel und Krokodilklemmen
- Trafo
- Voltmeter
- Amperemeter
- Büchnertrichter
- Filterpapier
- Membranpumpe
- Saugflasche
- Petrischale
- Exsikkator

Aufbau



Abb. 1: Versuchsaufbau.



Abb. 2: Bildung von gelbgrünem Iodoform.

Durchführung

In einen Dreihalsrundkolben werden 5 g Natriumcarbonat, 6,25 g Kaliumiodid, 50 mL Wasser und 12,5 mL Ethanol gegeben. Der Dreihalsrundkolben wird mithilfe der Quickfithülsen mit zwei Kohleelektroden (jeweils außen) und einem Thermometer (in der Mitte) versehen und mit der Stativklemme an einer Stativstange befestigt. Die Kohleelektroden und das Thermometer sollen jeweils 2 cm tief in die Lösung eintauchen. Danach wird auf 70 °C erwärmt. Sobald die Temperatur erreicht ist, wird die Heizquelle ausgeschaltet und der Stromkreis wird angeschlossen. Bei der Schaltung ist darauf zu achten, dass das Amperemeter in Reihe und das Voltmeter parallel zum Amperemeter geschaltet wird. Die Spannung soll auf 10 V eingestellt werden, wird aber so geregelt, dass zwar eine Wasserstoffentwicklung an der Kathode sichtbar ist, diese aber nicht zu stark wird. Das Wasserbad wird bei Bedarf, wenn die Temperatur über 70 °C steigt, mit Eis gekühlt. Die Elektrolyse läuft solange, bis an der Anode keine gelben Kristalle mehr abgeschieden werden.

Der Niederschlag wird abfiltriert, im Exsikkator getrocknet und ausgewogen.

Beobachtung

Zunächst entstand beim Mischen der Komponenten eine klare Lösung. Sobald die Stromquelle angeschlossen wurde, war an der Kathode die Wasserstoffentwicklung deutlich sichtbar. An der Anode war eine Bildung von gelben Schlieren zu erkennen. Auch an der Kolbenwand waren einige gelbe Kondentropfen sichtbar. Die Spannung lag während der Versuchsdurchführung bei 1 V und die Stromstärke bei 3,7 A. Eine Spannung von 10 V konnte nicht erreicht werden. Die Temperatur, die konstant 70 °C betragen sollte, variierte sehr stark und betrug zeitweise sogar 80 °C. Am Boden des Dreihalsrundkolbens war ein grün-gelber Feststoff zu erkennen.

Beim Filtrieren blieb ein grün-gelber Feststoff zurück, der sich nicht mit Wasser mischte. Das Waschwasser perlte von ihm ab.

Entsorgung

Der Dreihalsrundkolben wird mit Natriumthiosulfat-Lösung ausgespült und mit dem Waschwasser, das auch mit Natriumthiosulfat-Lösung versetzt wurde, in den Abfluss gegeben. Das kristalline Iodoform kann entweder aufbewahrt werden oder in die Feststofftonne entsorgt werden.

Fachliche Auswertung der Versuchsergebnisse

Iodoform, auch Triiodmethan oder Formyltriiodid genannt, ist ein Methanderivat mit der Summenformel CHI_3 und ist seit 1832 bekannt. Die Struktur ist tetraedrisch.



Es ist sehr schlecht in Wasser löslich, löst sich dafür aber recht gut in Ethanol, Diethylether, Chloroform oder Kohlenstoffdisulfid. Iodoform riecht etwas süßlich und erinnert an Arztpräparaten. Die Besonderheit dieses Stoffes ist unter anderem auch die Farbigkeit. Iodoform ist ein gelber Feststoff. Auch das verwandte Tetraiodkohlenstoff ist farbig (rot). Beide Stoffe verfügen jedoch nicht über Doppelbindungen und haben somit kein π -Elektronensystem, das an der Absorption beteiligt ist. Früher wurde Iodoform als Antiseptikum in der allgemeinen Chirurgie zur Wundbehandlung eingesetzt. Heute wird er aufgrund von Vergiftungen durch Resorption des Wirkstoffes von der Wundfläche nicht mehr verwendet. Die eigentliche antimikrobielle Wirkung kommt jedoch von kleinen Mengen elementarem Iods, das aus dem Iodoform mit der Wundfeuchte entstehen kann.

Iodoform wird in diesem Versuch durch Elektrolyse hergestellt. Eine Elektrolyse ist das Zersetzen des Elektrolyten, der stromleitenden Flüssigkeit. Der Elektrolyt in diesem Versuch ist Kaliumiodid in Wasser gelöst. Durch das elektrochemische Zersetzen von Kaliumiodid entsteht elementares Iod (Gleichung (1)), das dann mit dem in der Lösung enthaltenen Ethanol weiterreagieren kann. In einem ersten Schritt wird Iodid aus Iod gebildet, indem Iodwasserstoff und Wasser entstehen. Ebenfalls wird in diesem Schritt das Ethanol zu Ethanal oxidiert.

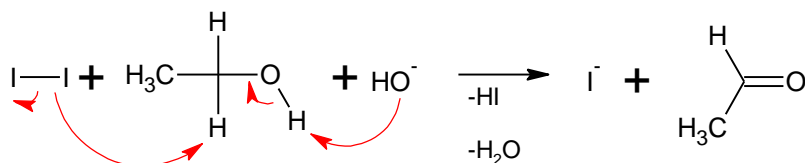


Abb. 3: Mechanismus der Oxidation von Ethanol zu Ethanal.

Ethanal reagiert wiederum mit elementarem Iod zu Triiodethanal. Bei dieser Reaktion deprotoniert das elementare Iod das Ethanal unter Bildung von Iodwasserstoff und einem Carbenium-Ion am Ethanal. Ein weiteres Nebenprodukt ist Iodid, das sich dann an das positiviertete Kohlenstoffatom anlagert. Diese Reaktion findet insgesamt dreimal an einem Ethanalmolekül statt.

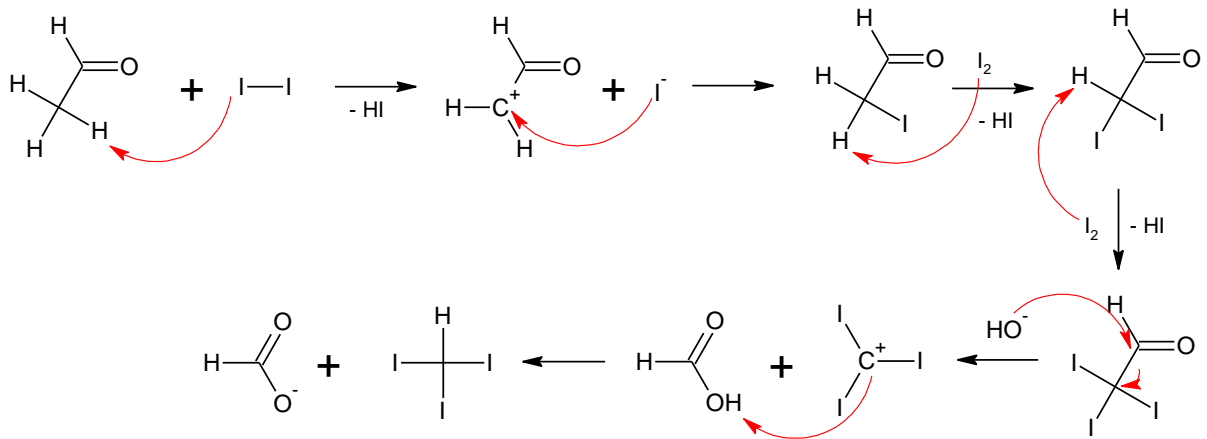


Abb. 4: Mechanismus der Iodoformbildung.

Im letzten Schritt der Iodoformbildung greift ein Hydroxid-Ion am Carbonyl-Kohlenstoff an, sodass das Carbenium-Ion des Iodoforms bereits abgespalten wird und gleichzeitig Ameisensäure entsteht. Durch die Deprotonierung der Ameisensäure entsteht Iodoform und Formiat.

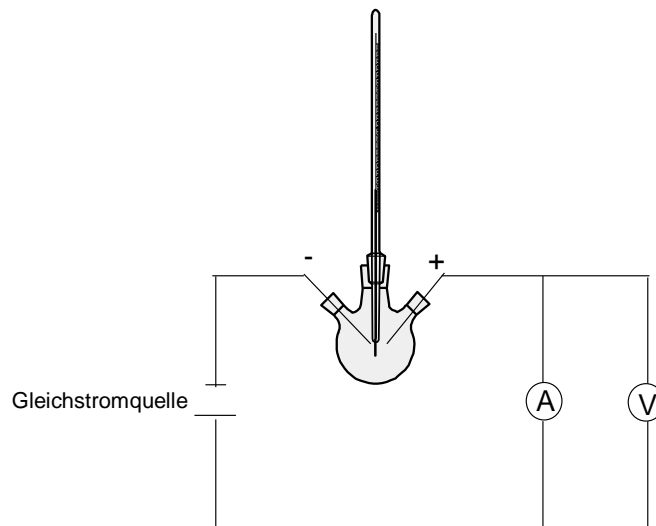


Abb. 5: Schematischer Aufbau der Elektrolyseapparatur.

Die Elektrochemie befasst sich mit Oxidations- und Reduktionsreaktionen. Es gibt jedoch eine Unterscheidung zwischen galvanischen Zellen, aus denen Energie gewonnen werden kann (als Beispiel dafür gelten Batterien, Akkus und Brennstoffzellen) und der Elektrolyse, bei der es durch das Zuführen von elektrischer Energie zu chemischen Umwandlungen kommt, was bei der Darstellung und Reinigung vieler Elemente eine wichtige Rolle spielt.

Redoxreaktion bestehen aus Oxidations- und Reduktionsvorgängen, die immer gekoppelt ablaufen. Als Oxidation (Elektronenabgabe) bezeichnet man einen Vorgang, bei dem während einer chemischen Reaktion ein Teilchen (Atom, Ion, Molekül) Elektronen abgibt, wobei sich

seine Oxidationszahl erhöht. Nimmt ein Teilchen Elektronen auf, so handelt es sich um eine Reduktion (Elektronenaufnahme), bei dem sich die Oxidationszahl des Teilchens erniedrigt. Eine Redoxreaktion kann also in zwei Teilreaktionen zerlegt werden (siehe Gleichungen 1 +2 und 3).

Mithilfe der Dichte, dem Volumen und der Molmasse von Ethanol kann dessen Masse und Stoffmenge berechnet werden. In der Reaktionsgleichung ist zu sehen, dass 1 Mol Ethanol auch zu 1 Mol Iodoform führt. Von daher kann durch die Berechnung der Stoffmenge an Ethanol auf die Stoffmenge an Iodoform geschlossen werden. In Tabelle 2 sind die Werte im Überblick festgehalten.

Tab. 2: Daten zur Berechnung der Stoffmenge an Iodoform im Überblick.

V(Ethanol 96 %ig)	V(Ethanol effektiv)	ρ(Ethanol)	m(Ethanol)	M(Ethanol)	n(Ethanol)	n(Iodoform)
12,5 mL	12 mL	0,79 g/mL	9,48 g	46 g/mol	0,206 mol	0,206 mol

Rechnung:

$$V(\text{Ethanol effektiv}) = V(\text{Ethanol 96 \%ig}) \cdot 0,96$$

$$V(\text{Ethanol effektiv}) = 12,5 \text{ mL} \cdot 0,96 = \mathbf{12 \text{ mL}}$$

$$m(\text{Ethanol}) = \rho(\text{Ethanol}) \cdot V(\text{Ethanol effektiv})$$

$$m(\text{Ethanol}) = 0,79 \frac{\text{g}}{\text{mL}} \cdot 12 \text{ mL} = \mathbf{9,48 \text{ g}}$$

$$n(\text{Ethanol}) = \frac{m(\text{Ethanol})}{M(\text{Ethanol})}$$

$$n(\text{Ethanol}) = \frac{9,48 \text{ g}}{46 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = \mathbf{0,206 \text{ mol}}$$

Mithilfe der Stoffmenge an Iodoform und der Molmasse von Iodoform kann die Idealausbeute in g bestimmt werden.

Rechnung:

$$m(\text{Iodoform}) = n(\text{Iodoform}) \cdot M(\text{Iodoform})$$

$$m(\text{Iodoform}) = 0,206 \text{ mol} \cdot 393,7 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 81,1 \text{ g}$$

Im Folgenden sind die Theorieausbeute und die Praxisausbeute mit der prozentualen Abweichung angegeben.

Tab. 3: Vergleich der Praxiswerte mit den Theoretischen.

Masse an Iodoform (Theorie)	Masse an Iodoform (Praxis)	Abweichung in %
81,1 g	0,61 g	99,25 %

Anhand des Schmelzpunktes kann bestimmt werden, wie rein das gewonnene Iodoform ist. Tabelle 4 zeigt die Werte für den Schmelzpunkt von Theorie und Praxis im Vergleich.

Tab. 4: Vergleich der Schmelzpunkte in Theorie und Praxis.

Schmelzpunkt von Iodoform (Theorie) ^[2]	Schmelzpunkt von Iodoform (Praxis)	Abweichung in %
123 °C	121,6 °C	1,14 %

Insgesamt wurde leider nur sehr wenig Iodoform erhalten. Die Abweichung von der idealen Ausbeute beträgt sogar 99,25 %. Diese knappe Ausbeute kommt wahrscheinlich daher, dass die Bedingungen für die Elektrolyse nicht ganz ideal waren. Die Temperatur, die konstant 70 °C betragen sollte, schwankte sehr stark und betrug zeitweise sogar 80 °C. Auch konnten nicht die angegebenen 10 V am Voltmeter eingestellt werden, sodass nur bei 1 V elektrolysiert werden konnte.

Anhand des Schmelzpunktes ist zu erkennen, dass das Iodoform zwar nicht ganz rein dargestellt werden konnte, aber doch schon sehr nah an den theoretischen Wert herankommt. Durch die Schmelzpunktbestimmung und auch eine Geruchsprobe (süßlich und nach Zahnarztpraxis) konnte jedoch mit ziemlicher Sicherheit gesagt werden, dass bei der Elektrolyse Iodoform entstanden ist.

Methodisch-Didaktische Analyse

1 Einordnung

Das Thema Halogenalkane wird im hessischen Lehrplan im zweiten Halbjahr der Jahrgangsstufe 10 zum Hauptthema Einführung in die Kohlenstoffchemie angesiedelt. Da Iodoform keine für die Schule relevante Verbindung ist, sollte es nur am Rand erwähnt werden. Den Schülern wird Chloroform eher ein Begriff sein, da das jeder Schüler schon irgendwo einmal gehört hat. Es kann in der Schule in der Unterrichtseinheit der Nomenklatur für Halogenalkane genannt werden. Da die Herstellung elektrochemisch verläuft kann jedoch auch kurz darauf eingegangen werden, da die Schüler im ersten Halbjahr der Jahrgangsstufe 10 bereits Redoxchemie und elektrochemische Spannungsquellen behandelt haben.

2 Aufwand

Der Aufwand dieses Versuchs liegt sehr hoch, da er zum einen sehr lange dauert und zu anderen einen relativ aufwändigen Aufbau hat. Der Lehrer müsste bei einer Durchführung in einer Schulstunde schon die komplette Apparatur aufgebaut haben und am besten auch schon die Chemikalien abgewogen haben. Es werden vor allem viele Geräte benötigt, die zuerst organisiert werden müssen. Ein Voltmeter bzw. ein Amperemeter sollte eigentlich an jeder Schule vorhanden sein. Wenn im Bereich der Chemie jedoch keins vorhanden sein sollte, muss gegebenenfalls in der Physik nachgefragt werden. Beim Abfiltrieren wird es jedoch wieder schwierig, da im Versuch eine Membranpumpe und ein Büchnertrichter verwendet wurden. In der Schule müsste eventuell auf einen Glastrichter zurückgegriffen werden, was wesentlich mehr Zeit in Anspruch nehmen würde.

3 Durchführung

Da die Chemikalien alle für die Sekundarstufe I zugelassen sind, ist es zwar möglich, den Versuch als Schülerversuch durchführen zu lassen, doch da alleine die Durchführung eine Zeitstunde dauert und dann noch das Abfiltrieren und das Auswiegen dazu kommt, ist es wenig sinnvoll, den Versuch in der Schule durchzuführen. Außerdem ist Iodoform keine Verbindung, die in der Schule neben Nomenklaturübungen unbedingt genannt werden muss. Insgesamt gesehen ist es zwar ein netter Versuch, bei dem ein Stoff synthetisiert wird, aber für die Schule ist er nicht geeignet.

Literatur

[1] CUS 2/2001 S. 25

- [2] Soester Liste. Version 2.7.
- [3] Hessischer Lehrplan: Chemie. 2008.
- [4] Vollhardt, K. P. C. und Neil E Schore: Organische Chemie. Übersetzungs-Hrsg: Holger Butenschön. Vierte Auflage. WILEY-VCH. Weinheim **2005**.
- [5] Chemikalien-Lexikon "I": Iodoform.
<http://www.omikron-online.de/cyberchem/cheminfo/0267-lex.htm>. (30.11.2008).
- [6] Schnabel, Patrick: Das Elektronik-Kompendium. Elektrolyse. <http://www.elektronik-kompendium.de/sites/grd/0209102.htm>. (30.11.2008).
- [7] Atkins, Peter W.: Kurzlehrbuch Physikalische Chemie, dritte Auflage, Weinheim **2006**.
- [8] Mortimer, Charles E.: Das Basiswissen der Chemie, 8., komplett überarbeitete und erweiterte Auflage, Georg Thieme Verlag Stuttgart, Stuttgart **2003**.