

## Chemie II: Organische und Analytische Chemie Chemisches Praktikum

### Hinweise zur Versuchsdurchführung und zur Protokollführung:

*Praktika sind in der Chemieausbildung außerordentlich wichtig, da man hier im wahrsten Sinne des Wortes etwas „begreifen“ kann. Das vorliegende Skript ist nicht nur eine Sammlung von Versuchsbeschreibungen, sondern dient zugleich zur Protokollierung. Es ist nicht zuletzt als Anleitung zum Selbststudium gedacht. Arbeiten Sie das Praktikumsskript durch, bevor Sie mit den Versuchen beginnen.*

### Voraussetzungen für die Zulassung zum Praktikum sind eine bestandene Wissensüberprüfung sowie die durch Unterschrift belegte Teilnahme an der Arbeits- und Brandschutzbelehrung.

Die Versuche, auch die Analysen, können in Vierergruppen durchgeführt werden. Für Reaktionsgleichungen, Beobachtungen, Schlussfolgerungen und Fragen ist der vorgesehene Freiraum zu nutzen, gegebenenfalls sind für weitere Ausführungen die leeren Rückseiten zu verwenden.

Analysenergebnisse müssen bei einem Betreuer angesagt und im Arbeitsheft vermerkt werden. Erst nach richtiger Ansage gilt eine Analyse als abgeschlossen.

Beachten Sie immer die in der „Betriebsanweisung für das chemische Praktikum“ gegebenen Hinweise zum Arbeits- und Brandschutz.

## 1. Praktikumstag

**Vorführversuch - Entzündbarkeit von Lösungsmitteln:** Ca. 3 ml Diethylether werden unter dem Abzug auf die Tischplatte gegossen. Mit einem Gasanzünder lässt sich der Ether anzünden. Nach Entzündung wird die Flamme mit Hilfe eines Lappens erstickt.

Machen Sie sich mit dem Gefahrensymbol für leicht brennbare Verbindungen und auch mit weiteren Gefahrensymbolen vertraut!

### **Beobachtungen?**

### **Fragen:**

a) Wovon hängt die Entzündbarkeit ab?

b) Was ist der Flammpunkt einer Verbindung?

## KOMPLEX 1 – Säure-Base-Reaktionen in der organischen Chemie

---

### 1.1 Wirkungsweise von Ionenaustauschern:

a) Stark saurer Kationenaustauscher:

Ein 50-ml-Becherglas wird mit 30 ml 0,01 M NaCl-Lösung gefüllt und mit einem möglichst großen Magnetrührer versehen. Bestimmen Sie nun den pH-Wert (Tritest-pH-Papier) und die elektrische Leitfähigkeit. Jetzt wird die Lösung mit 0,3 – 0,35 g Kationenaustauscher ( $H^+$ -Form) versetzt und für 7 min bei Raumtemperatur gerührt. Anschließend werden erneut pH-Wert und Leitfähigkeit bestimmt. Gießen Sie nun vorsichtig Teile der Lösung (sie sollte keine Austauscher-Partikel enthalten) in zwei Reagenzgläser. Versetzen Sie das eine Glas mit wenigen Tropfen Kristallviolett, das andere mit Dimethylgelb-Lösung und notieren Sie die Färbung der Lösungen.

Wiederholen Sie den Versuch mit einer 0,01 M Natriumacetat-Lösung.

b) Stark basischer Anionenaustauscher:

Ein 50-ml-Becherglas wird mit 30 ml 0,01 M NaCl-Lösung gefüllt und mit einem möglichst großen Magnetrührer versehen. Bestimmen Sie nun den pH-Wert (Tritest-pH-Papier) und die elektrische Leitfähigkeit. Jetzt wird die Lösung mit 0,7 – 0,75 g Anionenaustauscher ( $OH^-$ -Form) versetzt und für 7 min bei Raumtemperatur gerührt. Anschließend werden erneut pH-Wert und Leitfähigkeit bestimmt. Gießen Sie nun vorsichtig einen Teil der Lösung (er sollte keine Austauscher-Partikel enthalten) in ein Reagenzglas, fügen Sie wenige Tropfen einer Alizarinengelb-Lösung hinzu und notieren Sie die Färbung der Lösung.

Wiederholen Sie den Versuch mit einer 0,01 M Ammoniumchlorid-Lösung.

Bemerkung: Spülen Sie den Konduktometer-Messkopf nach jedem Versuch gründlich mit Wasser um ihn von anhaftenden Ionenaustauscher-Partikeln zu befreien.

**Entsorgung:** bereitgestellter Behälter am Arbeitsplatz

**Reinigung:** Wasser

**Messwerte, Beobachtungen:**

**Reaktionsgleichungen:**

**Fragen:**

1. Geben Sie die Strukturen der folgenden Ionenaustauscher auf Polystyrolbasis an: Stark sauer, schwach sauer, stark basisch, schwach basisch.

2. Wo liegen die Umschlagsbereiche der eingesetzten pH-Indikatoren?

**ANALYSE: Bestimmung der Äquivalentmasse einer Carbonsäure oder eines Amins**

**Bestimmung der Äquivalentmasse einer Carbonsäure:** Eine Probe der Säure (ca. 0,2 g) wird exakt in einen Weithals-Erlenmeyer-Kolben („Titrierbecher“) eingewogen und in 20 ml eines Gemisches aus gleichen Teilen Ethanol und Diethylether gelöst. Nach Zugabe von einigen Tropfen Phenolphthalein-Lösung als Indikator wird mit Kalilauge der Konzentration  $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$  bis zur bleibenden Rotfärbung titriert. Die Bestimmung ist dreifach durchzuführen.

Aufgaben und Fragen

Geben Sie die Reaktionsgleichung an.

Berechnen Sie die Äquivalentmasse der Carbonsäure. Im Regelfall erhalten Sie eine einbasige Säure. Dann entspricht die Äquivalentmasse der relativen Molekularmasse. Versuchen Sie, aus der Molekularmasse die Carbonsäure selbst abzuleiten.

**Bestimmung der Äquivalentmasse eines Amins:** Sie erhalten eine bereits eingewogene Probe des Amins in einem 50 ml Maßkolben. Der Maßkolben wird nun mit Ethanol aufgefüllt (umschütteln!). Ein Weithals-Erlenmeyer-Kolben („Titrierbecher“) wird mit 40 ml Salzsäure ( $c = 0,1 \text{ mol/l}$ , Bürette) gefüllt. Zur Säurelösung werden unter Umschütteln 10 ml der alkoholischen Aminlösung pipettiert. Nach Zugabe von einigen Tropfen Methylrot-Lösung als Indikator wird mit Natronlauge ( $c = 0,1 \text{ mol/l}$ ) bis zum Umschlag von rot nach orange titriert. Die Bestimmung ist dreifach durchzuführen.

**Entsorgung:** alles in den Behälter für organische Abfälle

**Reinigung:** 1. Wasser; 2. Ethanol

Aufgaben und Fragen

Geben Sie zu allen auftretenden Reaktionen die Reaktionsgleichungen an.

Warum sollte man die ersten Arbeitsschritte (bis zum Vermischen des Amins mit der Salzsäure) unter dem Abzug durchführen? Warum ist für die Titration selbst kein Abzug erforderlich?

Berechnen Sie die Äquivalentmasse des Amins. Im Regelfall erhalten Sie ein einsäuriges Amin. Dann entspricht die Äquivalentmasse der relativen Molekularmasse. Versuchen Sie, aus der Molekularmasse das Amin selbst abzuleiten.

**KOMPLEX 2 – Klassische Vorproben auf funktionelle Gruppen**

*Vorbemerkung: In den nachfolgenden Experimenten sind auch immer Stoffe berücksichtigt, die nicht oder abweichend reagieren.*

**2.1 ROJAHN-Probe – nicht nur für Ester** (Abzug, Schutzhandschuhe): In einem großen Reagenzglas werden 5 Tropfen der zu untersuchenden Substanz (bei Feststoffen: eine Spatelspitze) mit ca. 3 ml Etha-

nal verdünnt und mit 1 Tropfen einer Phenolphthalein-Lsg. versetzt. Man tropft nun (unter Umschütteln!) gerade so viel einer 0,1 M NaOH-Lsg. zu, dass eine bleibende schwache Rotfärbung zu erkennen ist. In vielen Fällen erfolgt der Farbumschlag nach 1-3 Tropfen Lauge. Sollte mehr Lauge notwendig sein, ist nach 8 Tropfen abzubrechen. Die nach geringer Laugenzugabe rot gebliebenen Lösungen werden 10 min auf dem Wasserbad (80 °C) erwärmt und anschließend mit je 3 Tropfen 5 % HNO<sub>3</sub> und 0,1 M AgNO<sub>3</sub> behandelt. Ebenso sollte die Benzoylchlorid-Probe direkt nach Laugenzugabe behandelt werden.

Führen Sie die ROJAHN-Probe mit den folgenden Stoffen durch: Essigsäureethylester, Essigsäure, Acetessigsäureethylester, Phenol, Benzoylchlorid, Methyljodid, Dichlormethan

**Entsorgung:** alles in den Behälter für organische Abfälle

**Reinigung:** Ethanol

**Beobachtungen:**

**Reaktionsgleichungen:**

---

**2.2 Bromwassertest – nicht nur für Alkene:** Ca. 0,5 ml der zu untersuchenden Substanz werden in einem großen Reagenzglas mit zwei Tropfen Bromwasser versetzt. Umschütteln.

Führen Sie den Test mit den folgenden Stoffen durch: Heptan, Toluol, Octen in Heptan, Phenol in Wasser (Abzug), Glucose in 0,1 M NaOH (Lösung selbst herstellen).

Hinweis: Auch Aceton und andere Ketone würden mit Brom reagieren (vgl. Versuch 1.1).

**Entsorgung:** alles in den Behälter für organische Abfälle

**Reinigung:** Ethanol

**Beobachtungen:**

**Erklärung der Befunde, Reaktionsgleichung:**

Anhand der Beispiele wird deutlich, dass Brom nach drei verschiedenen Reaktionswegen mit organischen Verbindungen reagieren kann. Welche?

---

**2.3 Reaktion mit Fehlingscher Lösung- nicht nur für Aldehyde:** In einem großen Reagenzglas wird eine Spatelspitze der Probe (bei Flüssigkeiten: 3 Tropfen) mit je 8 Tropfen Fehling I und II vermischt und bis zur deutlichen Verfärbung in einem Wasserbad erhitzt (80 °C, ca. 5 min).

Führen Sie den Test mit den folgenden Stoffen durch: Glucose, Paraformaldehyd, Benzaldehyd, Aceton, Hydrochinon

**Reinigung:** 1. Wasser (evtl. HNO<sub>3</sub>), 2. Ethanol  
**Entsorgung:** alles zu den Schwermetall-Rückständen

**Beobachtungen:**

**Erklärung der Befunde (Reaktionsgleichungen):**

**Frage:** Woraus besteht Fehlingsche Lösung? Welche Funktion haben die Bestandteile?

---

**2.4 Nachweis saurer Stoffe:** In ein großen Reagenzglas, gefüllt mit ca. 2 ml einer gesättigten Natriumhydrogencarbonat-Lösung wird eine Spatelspitze der Probe (bei Flüssigkeiten: 3 Tropfen) gegeben und umgeschüttelt (bei Feststoff-Zugabe etwas länger schütteln)

Führen Sie den Test mit den folgenden Stoffen durch: Essigsäure, Benzoesäure, Phenol in Wasser, Valin, p-Toluensulfonsäure.

**Entsorgung:** alles in den Behälter für organ. Abfälle  
**Reinigung:** 1. Wasser, 2. Ethanol

**Beobachtungen:**

**Erklärung de Befunde (Reaktionsgleichungen):**

**Frage:** Wie würden sich Carbonsäurechloride und –anhydride in diesem Experiment verhalten.

## 2. Praktikumstag

### KOMPLEX 3 – Wichtige Reaktionstypen

**3.1 Essigsäureisoamylester ("Birnenether"):** Ca. 1 ml Isoamylalkohol werden in einem großen Reagenzglas unter Umschütteln tropfenweise nacheinander mit je 1 ml (ca.) konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  und Essigsäure versetzt und anschließend 5 min im Wasserbad ( $80\text{ }^\circ\text{C}$ ) erwärmt. Dann wird der Ansatz in ein mit Wasser gefülltes Becherglas gegossen.

**Entsorgung:** alles in den Behälter für organische Abfälle

**Reinigung:** 1. Wasser, Bürste, Spülmittel; 2. Ethanol

**Beobachtungen (insbesondere Geruchsänderung):**

**Reaktionsgleichung?**

**Frage:** Welche Rolle spielt die Schwefelsäure?

**3.2. Reaktionen mit einem Carbonsäurechlorid** (unter dem Abzug durchzuführen, Gummihandschuhe benutzen)

a) In einem großen Reagenzglas mischt man 10 Tropfen n-Butanol mit ca. 2 ml Wasser und fügt einen Tropfen Methylrot-Lösung hinzu. Zu dieser Mischung gibt man ca. 0,5 ml Benzoylchlorid. Geben Sie nun tropfenweise so viel Kalilauge ( $c = 5\text{ mol/l}$ ) hinzu, bis sich die Mischung gelb färbt. Schütteln Sie die Probe bis zur Rotfärbung. Fügen Sie nun erneut Kalilauge bis zum Farbumschlag hinzu und wiederholen Sie die Prozedur solange, bis die Probe gelb bleibt und der Geruch nach Benzoylchlorid verschwunden ist.

b) In einem großen Reagenzglas mischt man 10 Tropfen Anilin mit ca. 2 ml Wasser, und fügt einen Tropfen Methylrot-Lösung hinzu. Zu dieser Mischung gibt man tropfenweise ca. 0,5 ml Benzoylchlorid. Geben Sie nun tropfenweise so viel Kalilauge ( $c = 5\text{ mol/l}$ ) hinzu, bis sich die Mischung gelb färbt. Schütteln Sie die Probe bis zur Rotfärbung. Fügen Sie nun erneut Kalilauge bis zum Farbumschlag hinzu und wiederholen Sie die Prozedur solange, bis die Mischung gelb bleibt und der Geruch nach Benzoylchlorid verschwunden ist.

**Entsorgung:** alles in den Behälter für organische Abfälle

**Reinigung:** 1. Wasser, 2. Ethanol

**Beobachtungen:**

**Reaktionsgleichungen?**

**3.3 Aldolkondensation:** Mischen Sie in einem großen Reagenzglas 10 Tropfen Benzaldehyd, 3 Tropfen Aceton und 2 ml Ethanol. Fügen Sie unter Umschütteln 2,5 ml Natronlauge ( $w = 10\%$ ) hinzu und lassen Sie die Mischung einige Zeit bei Raumtemperatur stehen.

**Entsorgung:** alles in den Behälter für organische Abfälle

**Reinigung:** 1. Wasser, 2. Ethanol

**Beobachtungen:****Reaktionsgleichungen?**


---

**3.4 Phenolharz-Schaum:** Geben Sie 0,5 g Hexamethylentetramin und 1 g Resorcin in ein großes Reagenzglas. Fügen Sie anschließend 5 Tropfen Natronlauge hinzu und erhitzen Sie die Mischung mit kleiner Flamme unter dem Abzug zum Sieden bis sich die Schmelze bräunlich verfärbt und von selbst weiter siedet.

**Entsorgung:** alles in den Behälter für feste Rückstände

**Reinigung:** entfällt

**Beobachtungen:****Reaktionsgleichungen?**

**Frage:** Warum sind Phenole gegenüber Formaldehyd reaktiver als einfache Aromaten (z.B. Toluol, s.a. Bromwasser-Test)?

---

**3.5 Nucleophile Substitution:** Bereiten Sie zwei große trockene (!! ) Reagenzgläser vor, die jeweils eine Lösung aus 3 Tropfen Triethylamin in ca. 2 ml Ether enthalten. Setzen Sie a) 3 Tropfen Methyljodid und b) 3 Tropfen Chloroform zu und lassen Sie die Ansätze ca. 15 min stehen.

**Entsorgung:** alles in den Behälter für halogenhaltige organische Abfälle

**Reinigung:** Ethanol

**Beobachtungen:****Reaktionsgleichung:****Fragen:**

1. Warum ist in diesem Versuch die Verwendung trockener Glasgeräte so wichtig?

2. Benennen Sie zwei wesentliche Gründe, die das unterschiedliche Verhalten von Chloroform bzw. Methyljodid gegenüber Nucleophilen erklären.

---

**3.6 Eliminierung:** Geben Sie in einen 10-ml-Rundkolben ca. 1 ml (zwei Tropfpipetten) tert.-Butanol und fügen Sie unter Umschütteln conc. Schwefelsäure hinzu (ca. halbe Tropfpipette). Es kommt sofort zur Gasentwicklung. Halten Sie nun einen Filterpapier-Streifen passender Größe, der mit Bromwasser getränkt ist, in den Kolben (aber nicht in die Flüssigkeit!).

**Entsorgung:** alles in den Behälter für halogenhaltige organische Abfälle

**Reinigung:** Ethanol

**Beobachtungen:****Reaktionsgleichungen:**

**Frage:** Warum eliminieren tertiäre Alkohole besonders leicht Wasser?

---

**3.7 Mischbarkeit mit Wasser:** Stellen Sie die beiden für Sie bereitgestellten Reagenzgläser mit den Stoffmischungen für zwei Minuten in das 30 °C warme Wasserbad. Es sollte jeweils ein Zweiphasen-System vorliegen. Stellen Sie nun das Glas mit der Triethylamin-Wasser-Mischung in das Eiswasserbad und das Glas mit der Phenol-Wasser-Mischung in das 80-°C-Bad. Die Proben sollten 10 min im jeweiligen Bad bleiben (gelegentlich umschütteln!). Anschließend werden beide Proben wieder in das 30-°C-Bad zurückgestellt.

Bemerkung: Die Reagenzgläser mit den Stoffmischungen werden immer wieder verwendet. Bitte achten Sie darauf, dass sie verschlossen sind.

**Entsorgung:** entfällt

**Reinigung:** entfällt

**Beobachtungen:****Erklärung der Befunde:**


---

**ANALYSE: Bestimmung eines unbekanntes Aldehyds durch Derivatisierung**

In einem kleinen Rundkolben gibt man zu 0,2 g 2,4-Dinitrophenylhydrazin 1 ml conc. Schwefelsäure und dann unter Schütteln tropfenweise 1,5 ml Wasser. Der warmen Lösung setzt man 4 ml Ethanol und anschließend eine frisch hergestellte Lösung aus 6 Tropfen des unbekanntes Aldehyds (bei festen Aldehyden ca. 0,15 g) in 1 ml Ethanol zu. Nach ca. 20 min (das Produkt sollte nach 10 min spätestens ausgefallen sein) wird der Feststoff abgesaugt und mit Ethanol gewaschen. Ein Teil des Produktes wird aus 1-3 ml Dioxan unter dem Abzug umkristallisiert (langsam abkühlen lassen). Die Kristalle werden dann abgesaugt, mit Ethanol und Ether gewaschen und kurz getrocknet. Die Identifizierung erfolgt durch Ermittlung des Schmelzpunktes.

Ihre Probe besteht aus einem der folgenden Aldehyde (Fp des 2,4-Dinitrophenylhydrazons):

o-Tolylaldehyd	(194°C)	p-Chlorbenzaldehyd	(270°C)
m-Tolylaldehyd	(214°C)	m-Nitrobenzaldehyd	(293°C, Zers.)
Benzaldehyd	(238°C)	p-Nitrobenzaldehyd	(320°C, Zers.)
p-Methoxybenzaldehyd	(252°C)		

**Entsorgung:** nach Rücksprache mit den Betreuern

**Reinigung:** 1. Aceton, 2. Ethanol



**Analysennummer:**

**Ergebnis:**

**(Formel)**

**Reaktionsgleichung:**

### 3. Praktikumstag

#### Komplex 4 –Komplexgleichgewichte

**4.1 Nachweis von Phenolen und Enolen:** Versetzen Sie in einem Reagenzglas ca. 10 Tropfen der Phenollösung (s.u.) mit 2 Tropfen 0,1 M FeCl<sub>3</sub>-Lsg. (umschütteln!). In den anderen Fällen lösen Sie 2 Tropfen des Stoffes in wenig Ethanol. Setzen Sie nun 2 Tropfen 0,1 M FeCl<sub>3</sub>-Lsg. zu.

Führen Sie den Test mit den folgenden Stoffen durch: Phenol in Wasser, Acetessigsäureethylester, Acetylaceton, Aceton, ohne Substanz (Blindprobe)

*Entsorgung:* alles in den Behälter für organ. Abfälle

*Reinigung:* Ethanol

**Beobachtungen:**

**Erklärung der Befunde:**

**4.2 Komplexbildung mit Triethanolamin:** In einem Reagenzglas, werden ca. 0,5 ml 0,1 M FeCl<sub>3</sub>-Lsg. mit 3 Tropfen 1 M NaOH versetzt (umschütteln!). Wiederholen Sie die Reaktion mit 5 % NH<sub>3</sub>, Triethylamin bzw. Triethanolamin anstelle der Lauge.

*Entsorgung:* alles in den Ausguss

*Reinigung:* Ethanol

**Beobachtungen:**

**Reaktionsgleichungen:**

**Aufgabe:** Erläutern Sie das abweichende Reaktionsverhalten von Triethanolamin?

---

## ANALYSE: Kupfer-Bestimmung durch Chelatometrie

Aufgabe: Die kupferhaltige Probe wird zunächst in einem 100-ml-Maßkolben bis zur Eichmarke aufgefüllt. Von dieser Lösung wird dann mit einer Vollpipette eine 20-ml-Probe in einen Erlenmeyer-Kolben überführt. Zu dieser Probelösung werden 50 ml Wasser, 30 ml Ethanol, 5 ml Acetatpuffer-Lösung und 4 Tropfen PAN-Lösung gegeben. Mit einer 0,1 M EDTA-Lösung wird die zunächst blaugraue Lösung bis zum Umschlag nach grün titriert. Die Bestimmung ist dreifach durchzuführen.

(Ansage in mg Cu)

**Reinigung:** 1. Wasser, 2. Ethanol

**Entsorgung:** alles zu den Schwermetall-Rückständen

**Proben-Nummer:**

**Ergebnis:**

**Reaktionsgleichungen:**

**Fragen:**

1. Erläutern Sie anhand der Struktur, warum EDTA besonders gut zur Chelatometrie geeignet ist.
2. Erläutern Sie anhand der Struktur, warum auch der Indikator ein Chelatkomplexbildner ist. Warum ist für die Titration ein Ethanol-Zusatz vorteilhaft?
3. Welche Komplexe treten während der Titration auf? Ordnen Sie die Komplexe nach ihrer Stabilität, so dass die Titration funktionieren kann. Vergleichen Sie dann mit Literatur-Werten.

## Komplex 5 - Stofftrennung, Verteilungsgleichgewichte

**5.1 Löslichkeit von organischen Salzen:** Stellen Sie in einem trockenen (!) Reagenzglas aus wenigen Kriställchen p-Toluensulfonsäure und 2 ml Diethylether eine gesättigte Lösung der Säure her. Fügen Sie diese Lösung unter Umschütteln zu einer Lösung aus 3 Tropfen Triethylamin in 2 ml Diethylether (hierfür ebenfalls trockenes Reagenzglas verwenden!). Geben Sie anschließend ca. 2 ml Wasser hinzu.

**Entsorgung:** alles in den Behälter für organ. Abfälle

**Reinigung:** 1. Wasser, 2. Ethanol

**Beobachtungen:**

**Erklärung der Befunde, Reaktionsgleichung:**

---

**5.2 Trennung einer Carbonsäure von einem Neutralstoff (hier: Ester):** In einem kleinen Becherglas werden ca. 0,7 g Benzoesäure und ca. 10 g Fett in ca. 20 ml Diethylether gelöst. Die Lösung wird in

einen Scheidetrichter überführt und dreimal mit je 5 ml gesättigter Natriumhydrogencarbonat-Lsg. extrahiert (regelmäßig entlüften!). Die Etherphase wird zur Entfernung von Wasserspuren mit ca 5 g festem Natriumsulfat versetzt. Ein Teil der etherischen Lösung wird nun auf ein Uhrglas gegossen. Das nach einiger Zeit zurückbleibende Öl wird einer Rojahn-Probe (s. 2.1) unterzogen. Die vereinigten wässrigen Phasen werden noch einmal mit 10 ml Ether extrahiert (warum?). Nach Abtrennen der Etherphase (sie kann verworfen werden) wird die wässrige Phase mit einem Tropfen Methylorange-Lösung versetzt. Man tropft nun bis zum Farbumschlag vorsichtig (umschütteln, evtl. Schaumbildung) 10%ige Salzsäure zu. Der gebildete Niederschlag wird abfiltriert (Fritte, Saugflasche), mehrfach gewaschen. Anschließend werden die Kristalle zwischen Filterpapier abgepresst und dann an der Luft getrocknet. Bestimmen Sie den Schmelzpunkt der Probe und vergleichen Sie mit dem Erwartungswert.

**Entsorgung:** organische Phasen in den Behälter für organ. Abfälle  
wässrige Phasen in den Ausguss

**Reinigung:** 1. Wasser, 2. Ethanol

**Beobachtungen:**

**Erklärung der Befunde, Reaktionsgleichungen:**

**Fragen:**

Warum darf für die Extraktion der Benzoesäure keine Natronlauge verwendet werden?

Welche Möglichkeiten haben Sie, durch geeignete Extraktionsschritte (also mit Säure, Lauge und Ether) Anilin von Phenol zu trennen?

## Komplex 6 - Chromatographie

### **6.1 Vorführversuch - Dünnschicht- und Säulenchromatographie eines Farbstoffgemisches**

Zunächst wird auf einem schmalen Streifen Kieselgel-Folie nach der unten erläuterten Methode ein Dünnschichtchromatogramm der Farbstoff-Lösung hergestellt. Als Laufmittel dient Toluol. Ein Entwickeln mit der Permanganat/Soda-Lösung ist nicht erforderlich.

Säulenchromatographie: Die an einem Stativ befestigte Säule (s. Abb.) wird mit ca. 10 ml des Laufmittels Toluol gefüllt und an den unteren Einbuchtungen mit wenig Watte blasenfrei verschlossen, um ein Auslaufen des Kieselgels zu verhindern. Nun füllt man eine blasenfreie Suspension von 15 g Kieselgel in Toluol mittels Glastrichter ein. Noch an der Glaswand befindliches Kieselgel wird mit wenig Laufmittel heruntergewaschen. Der Hahn wird leicht geöffnet und etwas Toluol abgelassen, bis sich das Kieselgel vollständig abgesetzt hat, wobei aber noch etwas Laufmittel über der Oberfläche bleiben muß. Man klopft die Säule vorsichtig mit einem Stück Vakuum-Schlauch, bis sich das Kieselgel nicht weiter verdichten lässt (sehr wichtig!) und schließt sie oben mit einem Stück Filterpapier ( $d \approx 1,5$  cm) ab. Man

lässt das Laufmittel dann soweit auslaufen, dass das Filterpapier gerade noch benetzt ist und gibt anschließend sorgfältig mit einer Pasteurpipette ca. 10 Tropfen des Farbstoffgemisches auf. Dann lässt man das Farbstoffgemisch bei leicht geöffnetem Hahn langsam einsickern, gibt zweimal entlang der Glaswand ca. 2 ml Toluol und lässt dieses ebenfalls einlaufen. Dann wird vorsichtig mit Toluol aufgefüllt und der Hahn leicht geöffnet, so dass sich eine Elutionsgeschwindigkeit von ca. 1 Tropfen je Sekunde ergibt. Dabei ist darauf zu achten, dass die Säule niemals „trockenläuft“. Im Bedarfsfall muss also rechtzeitig Toluol nachgefüllt werden. Die auslaufende Lösung wird in Fraktionen in Erlenmeyer-Kolben gesammelt - je ein Kolben für die beiden ersten reinen Farbstofflösungen (rot und blau) und ein Kolben mit allen Vor- und Zwischenfraktionen. Der dritte und vierte Farbstoff könnten bei Fortsetzung der Elution ebenfalls isoliert werden. Aus Gründen der Zeit- und Lösungsmittel-Ersparnis sollte jedoch darauf verzichtet werden.

**Entsorgung:** Flüssigkeiten in den Behälter für organische Abfälle,  
Kieselgelplatten zu den festen Chemikalienrückständen,  
Kieselgel (SC) in den entsprechenden Behälter

**Reinigung:** 1. Wasser, 2. Ethanol

**R<sub>F</sub>-Werte der Farbstoffe in der DC:**

**Reihenfolge der Farbstoffe in der SC:**

**Kurze Diskussion der Ergebnisse:**

**Frage:** Nach diesem Versuch kann man den Sinn des Wortes Chromatographie gut verstehen. Wer führte das erste Chromatographie-Experiment durch? Welche Stoffe wurden getrennt? Was diente als Säulenfüllung (stationäre Phase)?

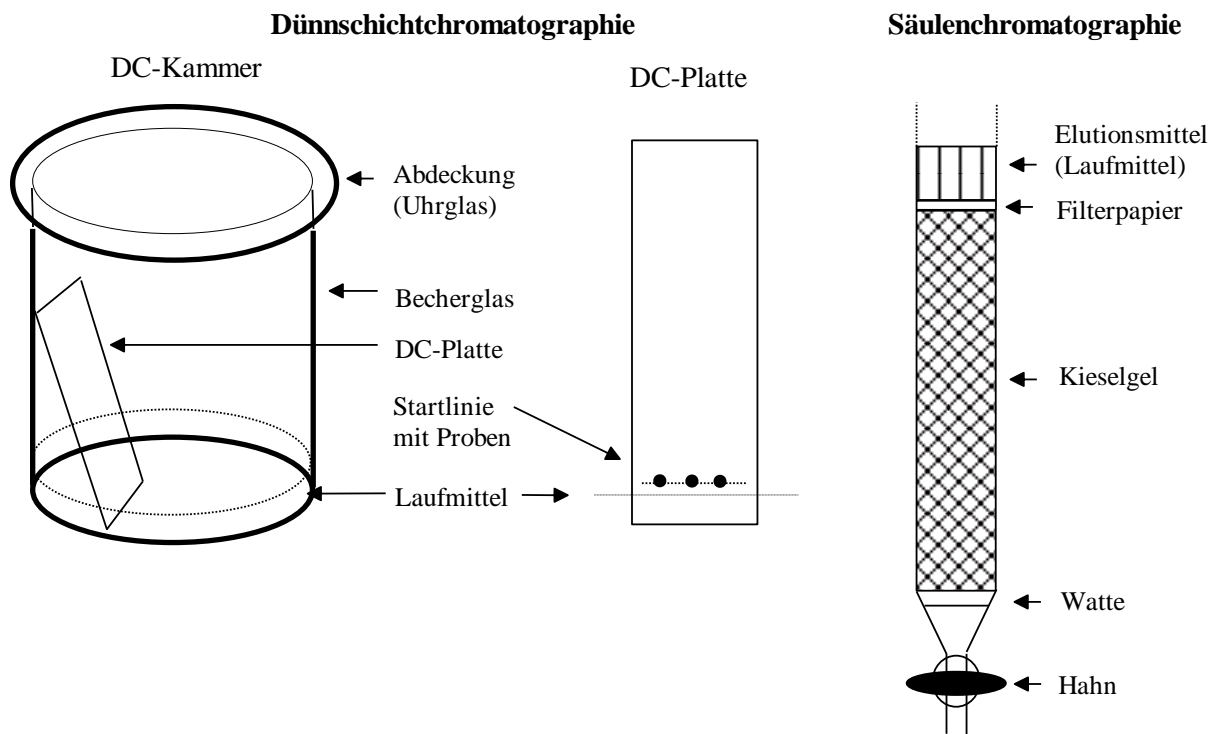
**6.2 Dünnschichtchromatographie an Phenolen:** Erstellen Sie ein Dünnschichtchromatogramm mit Lösungen der nachfolgend angegebenen Phenole gemäß der u.g. Arbeitsvorschrift unter Verwendung des Laufmittels Essigsäureethylester/n-Heptan 15:85. Ermitteln Sie die R<sub>F</sub>-Werte. Wiederholen Sie den Versuch mit dem Laufmittel Essigsäureethylester/n-Heptan 60:40.

Verwendete Phenole: Brenzkatechin, 2,6-Dimethylphenol, Eugenol, Phenol, Resorcin

#### *Dünnschichtchromatographie - Arbeitsvorschrift*

In ein großes Becherglas ( $d \approx 7$  cm,  $h \approx 13$  cm) gießt man so viel Laufmittel, dass sich ein Füllstand von ca. 4 mm ergibt und deckt mit einem Uhrglas ab (s. Abb.). Von der Kieselgelplatte schneidet man ein Stück ( $l \approx 10$  cm;  $b \approx 5$  cm) ab und markiert eine Startlinie (ca. 1 cm vom Plattenrand/Schmalseite) mit 5 Startpunkten. Nun werden geringe Mengen der Probelösungen mit Hilfe einer Kapillare auf je einen Startpunkt aufgetragen (dabei mit der gefüllten Kapillare den Startpunkt kurz berühren). Die Reinigung der Kapillare erfolgt jeweils durch dreimaliges Auftupfen und Auslaufenlassen von Aceton aus der Kapillare auf saugfähiges Papier.

Nach dem Abtrocknen des Lösungsmittels wird der Kieselgelstreifen mit der Proben- und Lösungseite nach unten vorsichtig in das Glas gestellt (*Die Startflecken dürfen nicht in die Lösung tauchen! Warum?*). Vergessen Sie nicht, das Glas wieder abzudecken. Das Laufmittel bewegt sich nun auf dem Streifen nach oben. Nachdem es bis ca. 1 cm unter den oberen Rand gelaufen ist, wird der Streifen entnommen und sofort die Laufmittelfront markiert. Nach Verdunsten des Laufmittels wird der Kieselgelstreifen kurz in eine Permanganat/Soda-Lösung getaucht (zurückbleibende Tropfen an der Rückseite und an den Rändern des Streifens können mit saugfähigem Papier entfernt werden).



$$R_F\text{-Wert} = \frac{\text{Wegstrecke der Substanz (des Fleckes)}}{\text{Wegstrecke des Laufmittels}}$$

**Entsorgung:** Flüssigkeiten in den Behälter für organische Abfälle,  
Kieselgelplatten zu den festen Chemikalienrückständen

**Reinigung:** Ethanol

**Ergebnisse:**

**Aufgabe:** Zeigen Sie anhand der ermittelten  $R_F$ -Werte den Einfluss der Proben-Polarität sowie der Polarität des Laufmittels auf das chromatographische Verhalten.

## 4. Praktikumstag

### KOMPLEX 7 - Eiweiße

**7.1 Nachweis von gebundenem Stickstoff als  $\text{NH}_3$ :** Im Rg wird eine Spatelspitze Erbsmehl mit wenig 1 M Natronlauge versetzt und erhitzt (Brenner). Das entweichende Ammoniak wird mit feuchtem pH-Papier nachgewiesen. Wiederholen Sie den Versuch mit Stärkepulver.

**Entsorgung:** alles in den Ausguss

**Reinigung:** 1. Wasser, 2. Ethanol

**Beobachtungen:**

**Erklärung des Befundes (Reaktionsgleichung):**

**Frage:** Welche Oxidationszahl muss der gebundene Stickstoff besitzen, um diese Reaktion eingehen zu können?

**7.2 Unterscheidung von Wolle und Baumwolle:** In einem großen Reagenzglas wird ein wenig Wolle mit ca. 1 ml Wasser und je 6 Tropfen Fehling I und II versetzt. Erhitzen Sie diese Mischung kurze Zeit über dem Brenner. Wiederholen Sie den Versuch mit einem kleinen Stück Baumwolle oder Zellstoff.

*Entsorgung:* alles zu den Schwermetallrückständen

*Reinigung:* 1. Wasser, 2. Ethanol

**Beobachtungen:****Erklärung der Befunde (Reaktionsgleichung):****KOMPLEX 8 -Fette**

**8.1 Nachweis von C=C-Doppelbindungen in Fetten:** Bereiten Sie drei Reagenzgläser vor mit jeweils ca. 0,5 ml Heptan und 1 Tropfen Iod-Lösung in Heptan. Eine Lösung dient als Blindprobe. In ein Reagenzglas gibt man 3 Tropfen Leinöl und in ein anderes 3 Tropfen Olivenöl und beobachtet die Farbveränderungen. Anschließend erwärmt man die Olivenöl-Probe kurze Zeit auf dem Wasserbad (80°C) und beobachtet erneut die Farbveränderung.

*Entsorgung:* alles in den Behälter für organische Abfälle

*Reinigung:* Wasser, Bürste, Spülmittel

**Beobachtungen:****Erklärung der Befunde:**

**Frage:** Was bedeutet der Begriff „Iodzahl“?

**8.2 Unterscheidung von fettem Öl und Mineralöl.** In zwei 50 ml Erlenmeyer-Kolben werden je ca. 0,5 ml Olivenöl bzw. Mineralöl gefüllt. Dann wird jeweils eine Mischung von 5 ml Ethanol, 1 ml Wasser dest. und 4 ml 25% Natronlauge hinzugegeben: Man lässt die Flüssigkeit 5 min lang sieden (Heizplatte) und dann abkühlen.

*Entsorgung:* alles in den Behälter für organische Abfälle

*Reinigung:* Wasser, Bürste, Spülmittel

**Beobachtungen:**

**Reaktionsgleichung:****Fragen:**

1. Warum nennt man die alkalische Hydrolyse auch Verseifung?
2. Was ist die Verseifungszahl?

**KOMPLEX 9 - Isolierung und Nachweis eines Naturstoffs**

**9.1 Nachweis von Nicotin in Zigaretten:** 1 g Tabak wird mit 20 ml conc.  $\text{NH}_3$  und 20 ml tert.-Butylmethylether geschüttelt. Man trennt die organische Phase ab und extrahiert den Rückstand erneut mit 20 ml tert.-Butylmethylether. Die vereinigten organischen Phasen werden über Natriumsulfat getrocknet. Man filtriert nun vom Trockenmittel ab und engt die Lösung am Rotationsverdampfer auf ca. 3 ml ein (in Gegenwart eines Betreuers!).

Auf einer Soda-behandelten DC-Platte\* (ca. 4x10 cm, wird bereitgestellt) markiert man 4 Startpunkte und trägt mit einer Kapillare unterschiedliche Mengen des Nicotinextraktes (1- und 3-mal auftupfen), eine authentische Nicotin-Lösung sowie eine Anilin-Lösung (als Negativ-Referenz) auf. Nach Abtrocknen der aufgetragenen Proben erfolgt die chromatographische Trennung (s.a. 6.) mit tert.-Butylmethylether als Laufmittel. Nach Abdunsten des Laufmittels werden die Flecken in bekannter Weise mit einer  $\text{KMnO}_4$ -Lsg. sichtbar gemacht.

Das Dünnschichtchromatogramm ist einem Betreuer vorzulegen.

\*: Eine Kieselgelplatte wurde kurz in 1%ige Sodalösung getaucht und anschließend getrocknet (Trockenschrank, 100 °C, 5min)

**Entsorgung:** Ammoniak-Lösung in den Behälter für organ. Rückstände,  
Tabakreste in den Restmüll,  
erhaltene Nicotin-Lsg. in den Behälter für organ. Abfälle

**Reinigung:** 1. Wasser, 2. Ethanol

**Beobachtungen:****Fragen:**

1. Warum erfolgt die Extraktion des Nicotins in Gegenwart von Ammoniak?
2. Weshalb wird die Kieselgelplatte mit Natriumcarbonat vorbehandelt?

**Komplex 10 - Polymere und Tenside****10.1 Herstellung eines Nylonfadens: Vorführversuch****Beschreibung des Versuches, Beobachtungen:**

**Reaktionsgleichung:**


---

**10.2 Herabsetzung der Oberflächenspannung durch Tenside:** Lassen Sie einen Wattebausch in ein mit Leitungswasser gefülltes Becherglas einsinken. Geben Sie einen Spritzer Reinigungsmittel zu dem Wasser und wiederholen Sie den Versuch.

*Entsorgung:* Ausguss

*Reinigung:* 1. Wasser; 2. Ethanol

**Beobachtungen:****Erklärung des Befundes:****Versuch 10.3 Nadeltest zur Identifizierung von Kunststoffen.**

Erhitzen Sie die Stahlnadel in der heißen Bunsenbrennerflamme und stechen sie in den Kunststoff. Es geht unterschiedlich leicht. Riechen Sie auch an der Einstichstelle.

**Beobachtungen:****ANALYSE: Quantitative Bestimmung von Glucose in einer Zuckermischung**

Aufgabe: Etwa 1 g der Mischung (sie besteht aus Glucose und Saccharose) wird in einem 100-ml-Maßkolben eingewogen, mit Wasser gelöst und auf 100 ml aufgefüllt. Mit einer Vollpipette werden 25 ml-Proben entnommen und in Erlenmeyerkolben pipettiert. Man pipettiert 20 ml Iodlösung ( $c = 0,05 \text{ mol/l}$ ) ein, fügt 25 ml Natronlauge ( $c = 0,1 \text{ mol/l}$ ) zu und lässt 4 - 5 min verschlossen stehen. Danach säuert man mit ca. 10 ml Schwefelsäure ( $c = 0,1 \text{ mol/l}$ ) an und titriert das überschüssige Iod mit Natriumthio-sulfatlösung ( $c = 0,1 \text{ mol/l}$ ) bis zur hellgelben Färbung. Man gibt dann ca. 1 ml Stärkelösung hinzu und titriert langsam bis zur vollständigen Entfärbung. Die Bestimmung ist mit drei Proben der Mischung durchzuführen.

*Entsorgung:* alles in den Ausguss

*Reinigung:* Wasser, Bürste, Spülmittel

**Aufgaben und Fragen**

Geben Sie die Reaktionsgleichungen an.

Berechnen Sie anhand der Titrationsergebnisse den Anteil an Glucose (in Masseprozent, Ergebnis ansagen!).

Warum wird Glucose durch schwache Oxidationsmittel (Iod, Fehlingsche Lösung) angegriffen Saccharose jedoch nicht?