

## Vorwort zur Sicherheit

Ziel dieses Praktikums ist, neben dem Vermitteln von chemischem Wissen, das Erlernen des richtigen Verhaltens in einem chemischen oder auch biologischen Laboratorium. Sie sollen Erfahrungen im Umgang mit Chemikalien und Laborgeräten sammeln und darüber hinaus einige Arbeitstechniken kennenlernen. Dabei sollten Sie folgendes Verhaltensmuster verinnerlichen:

⇒ Sobald Sie den Laborbereich betreten, **müssen** Sie eine **Schutzbrille** aufsetzen.

Denn bedenken Sie: Nicht nur Ihr eigenes Arbeiten kann ins Auge gehen, auch ein/e Kommilitone/in ist eine potentielle Gefahrenquelle: Er/sie kann stolpern, Chemikalien verschütten oder einen Versuch durchführen, der ihm/ihr außer Kontrolle gerät.

**Und auch ein menschenleeres Labor ist kein ungefährlicher Ort.** Lagernde Chemikalien können unter Umständen spontan heftige Reaktionen eingehen, sei es durch plötzlich einfallendes Licht oder ein Leck, das durch Unachtsamkeit beim Transport entstanden ist.



- ⇒ Der Verzehr von Nahrungsmitteln oder Getränken, sowie das Rauchen sind im Laboratorium strengstens verboten.
- ⇒ Der Gebrauch von Handys ist ebenfalls in den Praktikumsräumen streng verboten.
- ⇒ Vergewissern Sie sich vor Aufnahme Ihrer Arbeit, dass die Abzüge funktionieren. Eine Lampe neben dem Abzug zeigt an, ob der Abzug eingeschaltet ist, leuchten die Lampen High(orange) oder OK (grün) darf gearbeitet werden. Leuchtet die Lampe LOW (rot) darf **nicht** gearbeitet werden.
- ⇒ Tragen Sie im Umgang mit giftigen und ätzenden Chemikalien stets gegen diese Chemikalien resistente Gummihandschuhe. Einfache Haushaltshandschuhe reichen nicht aus.
- ⇒ Sehen Sie sich um und merken Sie sich, wo Sie folgende Gegenstände finden: Telefon (**Notrufnummer 112**), Feuerlöscher, Löschdecke, Löschsand, Verbandskasten, Gasmasken, Not-aus-Taster, Alarmknopf, Notausgänge, Lichtschalter, Krankentrage. Die Standorte werden bzw. wurden Ihnen in der Sicherheitseinweisung vor Ort gezeigt und die Funktionen jeweils erläutert.
- ⇒ Machen Sie sich mit den Ventilen, mit Ihren Farben und Funktionen, unter dem Abzug und an Ihrem Arbeitsplatz vertraut. Eine Liste, mit den verschiedenen Farben, hängt im Saal aus.
- ⇒ Lesen Sie sich, bevor Sie mit der Durchführung eines Versuches beginnen, noch einmal die gesamte Versuchsbeschreibung durch. Achten Sie dabei darauf, welche gefährlichen Eigenschaften die von Ihnen zu verwendenden Chemikalien aufweisen. Wichtige Anhaltspunkte darüber geben die H- und P-Sätze auf den Chemikalienbehältern. Arbeiten Sie, wenn gefordert, im Abzug.  
H- und P-Sätze können auch im Chemikalienkatalog nachgeschlagen werden.  
Lesen Sie die Hinweise vor jedem Versuch aufmerksam durch.
- ⇒ Laufen Sie nie mit einer gefüllten Pipette durchs Praktikum. Holen Sie sich die Vorratsflasche an Ihren Arbeitsplatz oder füllen Sie die Chemikalie an Ort und Stelle in ein Becherglas, das Sie dann beim Transport mit einem Uhrglas verschließen oder verwenden Sie ein Reagenzglas und einen Stopfen.
- ⇒ Halten Sie die Öffnung eines Reagenzglases, das Sie erhitzen, in den Abzug hinein. Richten Sie die Öffnung **nie auf Personen**.
- ⇒ **Hinterlassen Sie das Labor sauber und aufgeräumt!**
- ⇒ Sollten Sie beim Arbeiten (Wiegen usw.) Chemikalien verschüttet haben, sind **sofort** Reinigungsmaßnahmen zu treffen!

Wenn Sie alle diese Punkte befolgen, werden Sie dieses Praktikum hoffentlich unbeschadet und erfolgreich überstehen.

## Grundbegriffe

**Ursubstanz (US), Nachweis (NW), Niederschlag (NS), Überstand (ÜS), Zentrifugat (Zg)**

<b>Mörsern:</b>	bis zur homogenen Probe
<b>Lösen:</b>	bis die Lösung klar ist
<b>Filtrieren:</b>	Trennung von Lösung und NS/Rückstand
<b>Zentrifugieren:</b>	durch die Schwerkraft beschleunigtes Absetzen des NS
<b>Dekantieren:</b>	Lösung und NS durch vorsichtiges Abgießen trennen
<b>Digieren:</b>	eine feste Substanz der Einwirkung einer Flüssigkeit bei einer mäßigen Wärme von ca. 40° aussetzen, um sie dadurch aufzulösen
<b>Fällen:</b>	Zusatz des Fällungsmittels bis sich kein NS mehr bildet auf vollständige Fällung prüfen
<b>Überstand:</b>	Klare Lösung über zentrifugiertem NS
<b>Sauber arbeiten:</b>	NS immer auswaschen, mit „gleichionigem Zusatz“; Chloride mit verd. HCl, Sulfide mit H <sub>2</sub> S-Wasser
<b>Blindprobe:</b> (Negativkontrolle)	alle verwendeten Reagenzien, aber ohne Analyt: (pos. NW durch unsaubere Reagenzien ausschließen)
<b>Gegenprobe:</b> (Positivkontrolle)	bei negativem NW eine Spur gesuchter Substanz hinzugeben: prüfen der Richtigkeit alle Parameter (pH, Konz.)
<b>Vergleichsprobe:</b>	alle Reagenzien + gesuchte Substanz: prüfen der Farbe, Konsistenz des NS, usw.
<b>Vorprobe:</b>	Reaktion mit der US, nur Vorinformation, kein NW, viele Störungen möglich
<b>Aufschluß:</b>	Vorgang der anorganisch-chemischen Analytik, in dem schwerlösliche Stoffe, sehr häufig Oxide, Silikate oder Sulfate, unter Zuhilfenahme von Aufschlußmitteln in eine säure- oder wasserlösliche Verbindung überführt werden <b>(Informieren Sie sich über Soda-Pottasche-Aufschluß, Saurer Aufschluß, Freiburger Aufschluß, Oxidationsschmelze und Königswasser-Aufschluß)</b>

## Hinweise zum Arbeiten im Praktikum

### Wiegen auf der Analysenwaage:

Die Analysenwaagen stehen im Wägeraum; sie sind sehr empfindlich und *sehr* teuer. Daher folgende Hinweise:

- Arretierung und Entarretierung langsam vornehmen
- beim Wiegen Türen schließen
- vor jeder Wägung den Nullpunkt kontrollieren
- Brutto- und Tarawägung immer auf derselben Waage vornehmen
- Einwaage im Wägegläschen, Tiegel, kleinem Becherglas, **nicht** auf Filterpapier
- keinesfalls auf der Analysenwaage abzuwiegen sind Säuren oder Laugen (Ausnahme NaOH-Plätzchen), Substanzmengen über 25 g
- Füllen Sie Ihre Stoffe am besten neben der Waage ab, um diese nicht durch herunterfallende Chemikalien zu verschmutzen. Bauteile der Waage können dadurch korrodieren und diese unbrauchbar machen
- Im Zweifel grundsätzlich den Assistenten fragen

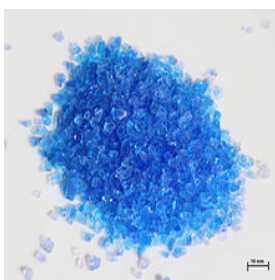
### Arbeiten mit dem Exsikkator:

Zum Trocknen oder trocken Aufbewahren von festen Substanzen.

Im Exsikkator befindet sich dazu ein Trockenmittel (hygroskopisch).

Das Trockenmittel befindet sich im Trockenschrank vor dem Assistentenzimmer.

Es enthält einen Feuchtigkeitsindikator, blau zeigt ein trockenes Kieselgel an, schlägt es in rosa um, ist es feucht und muss erneut bei 150 °C getrocknet werden



trocken



feucht



Exsikkator mit Trockenmittel

- Tragen des Exsikkators mit beiden Händen (Deckel mit anfassend/Daumen benutzen)
- Exsikkator außer zum Befüllen oder Entnehmen immer geschlossen halten (Trockenmittel verliert sonst Wirksamkeit)
- zum Öffnen des Exsikkators den Deckel vorsichtig waagrecht wegschieben
- bei Unterdruck im Exsikkator (z.B. wenn erhitzte Substanz eingefüllt wurde oder ein Vakuum angelegt war) sehr langsam am Hahn belüften sonst entstehen Verwirbelungen → Substanzverlust
- Deckel immer mit der Oberseite auf den Tisch legen, da sonst der Schliff verschmutzt (schmutziger Schliff → Exsikkator funktioniert nicht)

## Bedienung der Zentrifuge:

### 11 Deckel öffnen und schließen

#### 11.1 Deckel öffnen



Der Deckel lässt sich nur öffnen, wenn die Zentrifuge eingeschaltet ist und der Rotor stillsteht. Sollte dies nicht möglich sein, siehe Kapitel "Notentriegelung".



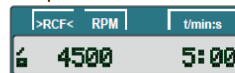
Wenn der Zyklenzähler aktiviert ist, wird nach einem Zentrifugationslauf, während dem Öffnen des Deckels, kurzzeitig die verbleibende Anzahl der Laufzyklen (Zentrifugationsläufe) angezeigt.

Beispiel:



- Taste drücken.  
Der Deckel entriegelt motorisch.  
☑ : Deckel entriegelt.

Beispiel:



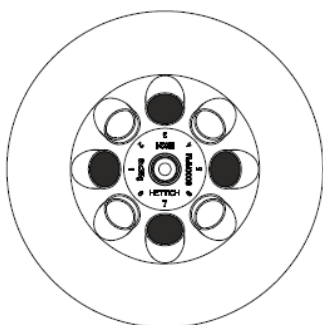
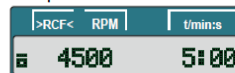
#### 11.2 Deckel schließen



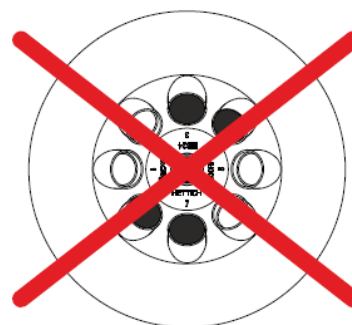
Mit den Fingern nicht zwischen Deckel und Gehäuse greifen.  
Den Deckel nicht zuschlagen.

- Den Deckel auflegen und die Deckelvorderkante leicht niederdrücken.  
Der Deckel verriegelt motorisch.  
☑ : Deckel verriegelt.

Beispiel:



Rotor ist gleichmäßig beladen

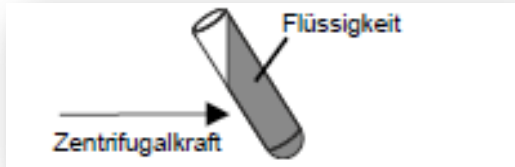


Nicht zulässig!  
Rotor ist ungleichmäßig beladen

Die Rotoren dürfen nur symmetrisch beladen werden. Die Zentrifugiergefäße müssen gleichmäßig auf alle Plätze des Rotors verteilt werden.

Die Zentrifugiergefäße dürfen nur außerhalb der Zentrifuge befüllt werden.

Die vom Hersteller angegebene maximale Füllmenge der Zentrifugiergefäße darf nicht überschritten werden. Die Zentrifugiergefäße dürfen nur soweit befüllt werden, dass während des Zentrifugationslaufes keine Flüssigkeit aus den Gefäßen herausgeschleudert werden kann. Flüssigkeit Zentrifugalkraft



Beim Beladen des Rotors darf keine Flüssigkeit in den Rotor und in den Schleuderraum gelangen.

Um die Gewichtsunterschiede innerhalb der Zentrifugiergefäße möglichst gering zu halten, ist auf eine gleichmäßige Füllhöhe in den Gefäßen zu achten.

## 14.2 Tasten des Bedienfeldes

### RPM/RCF



- Die Drehzahl direkt eingeben.  
Bei Gedrückthalten der Taste ändert sich der Wert mit zunehmender Geschwindigkeit.

### t



- Die Laufzeit direkt eingeben.  
Einstellbar bis 1 Minute in 1 Sekunden-Schritten und ab 1 Minute in 1 Minuten-Schritten.
- Die Zentrifugations-Parameter eingeben.  
Bei Gedrückthalten der Taste ändert sich der Wert mit zunehmender Geschwindigkeit.



- Wähltaste zum Anwählen der einzelnen Parameter.  
Durch jeden weiteren Tastendruck wird der nachfolgende Parameter angewählt.



- Umschalten zwischen RPM-Anzeige (RPM) und RCF-Anzeige (»RCF«).  
RCF-Werte werden in Klammern »« angezeigt.  
RPM : Drehzahl  
RCF : Relative Zentrifugalbeschleunigung



- Den Zentrifugationslauf starten.
- Kurzzeitzentrifugation.  
Der Zentrifugationslauf erfolgt, solange die Taste gedrückt gehalten wird.

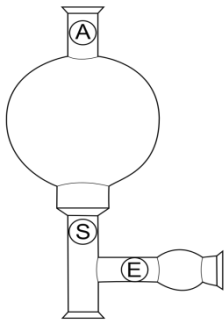


- Den Zentrifugationslauf beenden.  
Der Rotor läuft mit vorgewählter Bremsstufe aus.  
Zweimaliges Drücken der Taste löst den Not-Stop aus.
- Den Deckel entriegeln.

## Arbeiten mit der Pipette:

Wird benutzt wenn ein genau abgemessenes Volumen einer Lösung oder Flüssigkeit von einem Gefäß in ein anderes transportiert werden soll.

- Niemals direkt mit der Pipette Flüssigkeiten aus den Vorratsgefäßen entnehmen. Statt dessen eine genügend große Menge aus dem Vorratsgefäß in ein Becherglas gießen und aus diesem abpipettieren.
- Bei giftigen, stark ätzenden, übelriechenden Substanzen/Arbeiten jedoch grundsätzlich den Peleusball verwenden.
- Beim Aufsaugen auf keinen Fall die Pipette aus der Flüssigkeit ziehen (bewirkt Hochspritzen der Flüssigkeit bis in den Peleusball); Aufsaugen der Flüssigkeit bis in den Peleusball auf jeden Fall vermeiden (wenn das passiert ist, den Peleusball dem Assistenten geben).
- gefüllte Pipette immer senkrecht halten, niemals waagrecht.
- Pipette vor dem eigentlichen Abmessen 3 mal mit kleiner Menge der abzumessenden Flüssigkeit spülen; diese Spüllösung verwerfen
- Äußeres der Pipette nach dem Aufsaugen abwischen
- Freier zusammenhängender Abfluß; letzter Rest durch Anlegen der Pipettenspitze an die Gefäßwand; 15 Sekunden warten; auf keinen Fall ausblasen (was jetzt noch in der Pipette ist, soll auch drin bleiben).
- Pipette mehrmals gründlich mit destilliertem Wasser spülen; Pipette nicht im Trockenschrank trocknen (Erhitzen kann die Eichung zerstören)



Ein typischer Peleusball verfügt über drei Ventile für folgende Funktionen:

- Ventil A (von Auslass) oben: Luft aus dem Ball auspressen (um mit dem Ball später ansaugen zu können)
- Ventil S (von Saugen) unten: flüssiges Medium in Pipette ansaugen
- Ventil E (von Entleeren) seitlich: Pipetteninhalt kontrolliert abgeben

## **Anwendung**

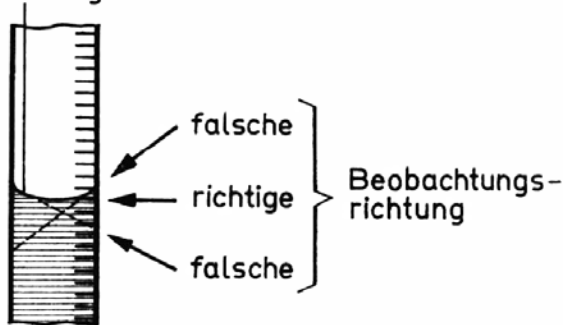
Zunächst wird der Peleusball auf die Pipette aufgesetzt. Alles Weitere kann mit nur einer Hand ausgeführt werden. Man öffnet das Ventil A durch leichtes Zusammendrücken und drückt die Luft aus dem Gummiball. Schließt man das Ventil A (Loslassen), steht durch die Rückstellkraft ein Unterdruck zur Verfügung, mit dem Flüssigkeit angesaugt werden kann. Die Pipette wird in die Flüssigkeit getaucht und durch Betätigen des Ventiles S, wird die Flüssigkeit über das Sollvolumen angesaugt, die Pipette dann aus der Flüssigkeit nehmen, die Pipettenspitze mit einem Tuch abwischen und durch Betätigen des Ventils E, das gewünschte Flüssigkeitsvolumen einstellen. Wird mit einer großvolumigen Vollpipette gearbeitet, kann es zum Ansaugen des gesamten Volumens notwendig sein, den gesamten Vorgang zu wiederholen. Die Pipetten sind in der Regel für Flüssigkeiten von 20°C und auf Ausfluß justiert, Auslaufzeiten werden wenn möglich auf den Pipetten angegeben.

## Ansetzen von Lösungen bestimmter Konzentration im Messkolben:

Beispiel Feststoff:

- abgewogene Substanzmenge in den sauberen (mit destilliertem Wasser gespülten) Messkolben vorzugsweise mit Hilfe eines Trichters überführen. Wägebehältnis und Trichter gründlich mit destilliertem Wasser nachspülen, so dass eine quantitative Überführung der Substanzmenge gewährleistet ist
- eine größere Menge destillierten Wassers zugeben, so dass der Hals des Messkolbens gerade erreicht wird
- kräftig schütteln bis aller Feststoff gelöst ist (waagrecht ist dabei effektiver als senkrecht, Stopfen nicht vergessen); penibel darauf achten, dass keine feste Substanz mehr vorhanden ist
- schließlich Kolben erst mit Spritzflasche, zum Schluß besser mit einer Pasteurpipette tropfenweise auffüllen bis die **Mitte** des Flüssigkeitsmeniskus (bei Wasser ist es der tiefste Punkt) genau mit der Eichmarke übereinstimmt

Flüssigkeitsmeniskus



- erneut kräftig schütteln s.o.
- Ergebnis: eine Lösung gleichmäßiger, bestimmter Konzentration angegeben in g/L und leicht umzurechnen in mol/L

Herstellen von Lösungen bestimmter Molarität:

Molarität = Konzentrationsangabe in mol/L

→ Einwaage einer bestimmten „Molmenge“ und lösen im Messkolben zu einem bestimmten Volumen

**Bsp.: Herstellung von 250 mL 0,1 molarer BaCl<sub>2</sub>-Lösung:**

**Einwaage = Molarität · Molmasse · Volumen**

$$m = c \cdot M \cdot V = 0,1 \text{ mol/L} \cdot 208,25 \text{ g/mol} \cdot 250 \text{ mL} = 5206,25 \text{ mg} = 5,21 \text{ g}$$

**Es müssen also 5,21 g BaCl<sub>2</sub> eingewogen und im 250 mL Messkolben gelöst werden, wobei der Flüssigkeitsspiegel genau auf der Eichmarke liegen muß, um die gewünschte Lösung herzustellen.**



### Herstellen von Lösungen bestimmter %-Konzentration:

%-Konzentrationen ohne weitere Angabe sind stets **Massenprozent-Konzentrationen** (bezogen auf Gewicht von Substanz und fertiger Lösung)

[im Gegensatz zu Volumenprozent-Konzentrationen wie z.B. bei Alkoholika]

Massen-%: Gewicht von wasser- (auch kristallwasser-)freier Substanz in g pro 100 g fertige Lösung

→ Lösung wird nicht am Volumen abgemessen → Arbeiten NUR mit der Waage

#### **Bsp.: Herstellung einer 10%igen BaCl<sub>2</sub>-Lösung**

**10 g BaCl<sub>2</sub> abwiegen und solange mit destilliertem Wasser auffüllen bis das Gewicht der gesamten Lösung 100 g erreicht hat**

**bei BaCl<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O:**

**10 g Substanz entsprechen nicht 10g BaCl<sub>2</sub> → es muß eine etwas größere Menge eingewogen werden**

**10 g BaCl<sub>2</sub>  $\hat{=}$  10 g · (Molmasse[BaCl<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O]/Molmasse[BaCl<sub>2</sub>]) = 10 g · ((244,25 g/mol)/(208,25g/mol) = 10 g · 1,173 = **11,73 g BaCl<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O****

Es müssen also 11,73 g BaCl<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O eingewogen und mit destilliertem Wasser zu 100 g fertiger Lösung aufgefüllt werden, um eine 10%ige BaCl<sub>2</sub>-Lösung herzustellen.

### Herstellen einer 1%igen BaCl<sub>2</sub>-Lösung aus einer 10%igen BaCl<sub>2</sub>-Lösung:

Keinesfalls dürfen 10 mL 10%ige Lösung auf 100 mL fertige Lösung verdünnt werden.

Ausnahme: Die zu verdünnende Lösung ist selbst schon so verdünnt, dass deren Dichte praktisch gleich der des reinen Wassers ist.

Grundsätzlich: 10g einer 10%igen Lösung enthalten 1g der Ursubstanz (in diesem Fall BaCl<sub>2</sub>)!

→ 10 g der 10%igen Lösung werden abgewogen und mit destilliertem Wasser auf der Waage auf 100g aufgefüllt. Nun sind in 100g fertiger Lösung 1g Ursubstanz enthalten, demnach wurde eine 1%ige Lösung hergestellt.

### Verdünnungen allgemein:

Äußerste Vorsicht bei Verdünnungsangaben!

Unterschied: „1:10 verdünnen“ (1 Teil Lösung + 10 Teile Lösungsmittel) und „auf 1/10 verdünnen“ (1 Teil Lösung + 9 Teile Lösungsmittel)

Zusätzlich muss angegeben werden, ob Volumina oder Massen gemeint sind. Meistens beziehen sich Verdünnungsangaben auf Volumina.

Stöchiometrisches Rechnen bei Beteiligung von Gasen:

Anwendung des idealen Gasgesetzes:

Die Reaktionsgleichung macht Aussagen über:

1. die beteiligten Stoffe (aus welchen Edukten entstehen welche Produkte)
2. in welchen Mengen (Molzahlen, Massen, Volumina) diese Stoffe miteinander reagieren

### **Molzahlen, Massen und Volumina stehen unmittelbar miteinander in Beziehung.**

Beispiel:

Welches Volumen an Wasserstoff (H<sub>2</sub>) entsteht bei der Reaktion von 10 g Zink (Zn) mit Salzsäure (HCl) unter Normalbedingungen (hier für das ideale Gasgesetz T=0 °C=273,15 K, p=101,325 kPa, ideale Gaskonstante R=8,3145 kPa · L/mol· K)?

ideales Gasgesetz:  $p \cdot V = n \cdot R \cdot T$

1. Reaktionsgleichung aufstellen:  $\text{Zn} + 2 \text{HCl} \rightarrow \text{ZnCl}_2 + \text{H}_2 \uparrow$
2. erkennen, dass aus 1 Mol Zn 1 Mol H<sub>2</sub> entsteht
3. n von 10 g Zink ausrechnen:  $n = m/M = 10 \text{ g}/65,39 \text{ g/mol} = 0,153 \text{ mol}$
4. ideales Gasgesetz nach V umstellen und bekannte Werte einsetzen:  
 $V = n \cdot R \cdot T/p = (0,153 \text{ mol}) \cdot (8,3145 \text{ kPa} \cdot \text{L/mol} \cdot \text{K}) \cdot (273,15 \text{ K}) / (101,325 \text{ kPa}) = 3,43 \text{ L}$

Es entstehen also bei der angegebenen Reaktion unter Normalbedingungen bei Einsatz von 10 g Zink **3,43 L** Wasserstoff.

### **Am Ende eines Labortages**

- Abzüge prüfen und abschalten
- Labortische, Abzüge aufräumen und reinigen
- Spülbecken kontrollieren, ggf. reinigen
- Saalchemikalien zurückstellen
- Kontrollieren, ob sämtliche Apparaturen abgestellt und alle Elektro-, Gas- und Wasserverbindungen gelöst sind
- Trockenschränke abstellen
- Waagen reinigen
- Gas- und Wasserhähne und Fenster schließen

## Abfallentsorgung

### 1. Wässrige Lösungen, Schwermetallhaltig

Sammeln; ein „Schlunzglas“ pro Laborbank (Glas zum reinigen mit etwas Salzsäure spülen)  
→ Kanister für wässrige Lösungen

### 2. Organische Lösungsmittel

Kanister für organische Lösungsmittel (Ether, Hexan, Cyclohexan etc.)  
wässrige Phase abtrennen (Pipette) und im Kanister für wässrige Lösungen entsorgen.

### 3. Feststoffe

Reste der Ursubstanz, unbrauchbare Feststoffe vorsichtig im Schlunzglas auflösen, unlösliche Feststoffe abfiltrieren, Filterpapiere, Filtrerrückstände, Magnesiastäbe und -rinnen im Feststoffbehälter entsorgen.

### 4. Glasbruch

Kaputte Bechergläser, Reagenzgläser, Pipetten etc. auch mit kleinen Chemikalienanhaftungen in der blauen Tonne entsorgen, **kein** Porzellan (Porzellantiegel im Hausmüll entsorgen).

### 5. Cyanidhaltiger Abfall

Cyanide dürfen bei der Entsorgung keinesfalls mit Säuren in Kontakt kommen, da sonst Blausäure entsteht. Die Umwandlung zur Entsorgung muss daher im basischen Milieu stattfinden. Die basischen cyanidhaltigen Lösungen können dann in den Abfallkanister „Cyanid Abfall“ gegeben werden.

## **Ausgüsse sind grundsätzlich nicht zur Entsorgung da!**

### 6. Ausnahme: Folgende Substanzen dürfen in 'Kleinmengen' ins Abwasser entsorgt werden:

- Leichtmetallsalze, wie z.B. Calciumchlorid, Natriumsulfat, Natriumchlorid
- Verdünnte Mineralsäuren (Salzsäure, Schwefelsäure, Phosphorsäure)
- Verdünnte Natronlauge, verdünnte Kalilauge
- konzentrierte Säure und konzentrierte Basen werden in einem kleinem Becherglas (**in etwas Wasser**) unter dem Abzug neutralisiert und anschließend mit viel Wasser im Ausguss gespült

**"Erst das Wasser, dann die Säure, sonst geschieht das Ungeheure"**

## **Aufgabe 1: Verteilung von Iod zwischen zwei Phasen (mit Protokoll)**

Extraktion bedeutet in anderen Worten, dass eine Substanz zwischen zwei nicht miteinander mischbaren Lösungsmitteln verteilt wird. Die Lösungsmittel setzen sich nach dem Durchschütteln als Ober- und Unterphase gegeneinander ab. bei jedem Verteilungsprozess stellt sich ein Gleichgewicht ( $K = \text{Gleichgewichtskonstante}$ ) ein, das für jede Substanz charakteristisch ist und von den Lösungsmitteln und der Temperatur abhängt. Es gilt der Nernstsche Verteilungssatz:

$$K = \frac{c_{\text{Oberphase}}}{c_{\text{Unterphase}}}$$

Das bedeutet auch: Je größer die Konzentration in der Oberphase, desto größer auch die Konzentration in der Unterphase, da  $K$  eine Konstante ist.

### Durchführung

Der Versuch wird im Abzug durchgeführt. In zwei Reagenzgläser werden je 5 mL Iod-Kaliumiodid-Lsg. ( $\text{KI}_3 = \text{KI} + \text{I}_2$ ) vorgelegt. Die erste Probe wird drei mal mit je 5 mL Dichlormethan extrahiert. Das dritte Extrakt (also die dritte Dichlormethan-Lösung) wird aufbewahrt. Die zweite Probe wird so oft mit je 2 mL Dichlormethan extrahiert, bis die organische Phase die gleiche Färbung wie das dritte Extrakt aus der ersten Extraktion hat.

### Abfallentsorgung

Die Dichlormethan-Lösungen kommen in den Behälter für organische Lösungsmittel. Die wässrige Lösung bitte im Schwermetallkanister entsorgen. Die Phasen können mit einer Pipette voneinander getrennt werden.

### Auswertung

Vergleichen Sie die Menge an jeweils benötigtem Dichlormethan und kommentieren Sie die Aussage „viel hilft viel“. Erklären Sie dieses Phänomen mithilfe des Nernst'schen Verteilungssatzes?

## **Aufgabe 2: Extraktion und Chromatographie (mit Protokoll)**

Viele Stoffe, insbesondere Naturstoffe, sind zu instabil, um mit üblicherweise angewendeten Methoden getrennt und gereinigt zu werden. Für diese Stoffe bietet die Chromatographie eine gute Alternative, da hierbei selbst empfindliche Stoffe unter milden Bedingungen getrennt werden können. Für geringe Substanzmengen und für analytische Zwecke wird vielfach die Dünnschichtchromatographie angewendet.

### Durchführung

Vor dem Laborgebäude sehen Sie eine Wiese. Zupfen Sie von dieser einige Grashalme ab und zerkleinern Sie diese durch Zerschneiden und Zerreiben im Mörser. Vermischen Sie das zerkleinerte Gras im Reagenzglas mit wenig Aceton, und lassen Sie das Gemisch eine Stunde lang stehen. Fertigen Sie sich sodann eine dünne Glaskapillare aus einer Pasteurpipette an. Mit dieser Kapillare wird dann der Acetonextrakt aufgenommen und als möglichst kleiner Punkt (mehrmaliges Auftupfen und kurzes Warten bis zum Trocknen) auf einer Karte für Dünnschichtchromatographie (DC-Karte) ca. 1 cm von einer Schmalkante entfernt aufgetragen. Stellen Sie die DC-Karte anschließend mit dem Punkt nach unten in eine DC-Kammer, deren Boden einige Millimeter hoch mit einem frischem Gemisch aus Toluol/Propan-2-ol = 9:1 bedeckt ist. Schließen Sie die DC-Kammer und lassen Sie die DC-Karte so lange in der Kammer, bis die aufsteigende Lösungsmittelfront fast die obere Kartenkante erreicht hat. Makieren Sie mit einem Bleichstift die Laufhöhe. Lassen Sie die Karte trocknen und notieren Sie Ihre Beobachtungen.

Betrachtet man die Chromatogramme im UV-Licht, so zeigen die Chlorophylle rote Fluoreszenz.

### Auswertung

Berechnen Sie die  $R_f$ -Werte der verschiedenen Substanzen.

Erklären Sie das Phänomen der chromatographischen Trennung unter Verwendung der Begriffe polar und unpolar.

### **Aufgabe 3: Reaktionen an Ionentauschern (mit Protokoll)**

Die Ionentauschersäule zur Hälfte mit dest. Wasser füllen, dann (nasses und gequollenes) Ionentauscherharz hineinrieseln lassen. Es sollen keine Luftblasen eingeschlossen werden und während des gesamten Versuchs soll das Harz immer mit Flüssigkeit bedeckt sein. Die gepackten Säulen werden zur Verfügung gestellt.

Zunächst werden 50 ml einer verdünnten HCl Lösung (2 mol/l) tropfenweise durch die Säule laufen gelassen. Dann wird dest. Wasser durch die Säule laufen gelassen, bis die austretende Flüssigkeit neutral ist (mit pH-Papier prüfen).

Nun werden 10 mL  $\text{CuSO}_4$ -Lösung (1mol/l) auf die noch mit einer ca. 0,5 cm hohen Wasserschicht bedeckte Säule gegeben und mit 50 ml dest. Wasser nachgewaschen.

#### Abfallentsorgung

Geben Sie die eluierten Lösungen in die Schwermetallabfälle.

#### Auswertung

Was passiert mit der Kupfersulfatlösung auf der Säule? Schildern Sie kurz die Funktionsweise eines Ionenaustauschers.

#### **Aufgabe 4: Trockenverlust (die entsprechenden Auszüge aus dem Laborjournal dienen als Protokoll)**

- Exsikkator aus der Glasausgabe ausleihen, 3 Studenten (mit der gleichen Substanz) teilen sich einen Exsikkator
  - Deckelrand und Stopfen mit Schliff fett fetten (nicht zu viel verwenden)
  - Glasschale/Porzellanschale mit Trockenmittel befüllen (befindet sich im Trockenschrank blau→trocken, rosa→feucht)
  - 3 Tiegel pro Student, unterseite Beschriftet mit Schranknummer und a,b,c
  - Tiegel mit dest. Wasser spülen und mit Papiertuch abtrocknen
  - Tiegel min. 2 Stunden im „richtigen“ Trockenschrank trocknen (z.B. Substanz NaCl→Tiegel im Trockenschrank mit der Aufschrift NaCl trocknen)
  - ab jetzt die Tiegel nicht mehr mit den Händen berühren/Tiegelzange benutzen
  - mit der Tiegelzange, die Tiegel aus dem Trockenschrank in den Exsikkator stellen
  - min. 30 min im Exsikkator abkühlen lassen (nicht heiß wiegen)
  - mit dem Exsikkator ins Wägezimmer gehen
  - Tiegel auf einer Feinwaage wiegen, immer die gleiche Waage benutzen, Werte notieren
  - Tiegel erneut min. 2 Stunden im Trockenschrank trocknen
  - Tiegel erneut 30min. im Exsikkator abkühlen lassen
  - Tiegel erneut wiegen und die Werte vergleichen, weichen die Werte mehr als  $\pm 0,0002$  g ab, muss die Trocknung nochmal wiederholt werden, falls nach 5 Trocknungen kein konstanter Wert erreicht ist, mit dem kleinsten Wert rechnen
  - in jeden Tiegel ca 1 g Substanz füllen, genauen Wert notieren
  - Tiegel 2 Stunden im Trockenschrank trocknen
  - mit der Tiegelzange, die Tiegel aus dem Trockenschrank in den Exsikkator stellen
  - min. 30 min im Exsikkator abkühlen lassen
  - mit dem Exsikkator ins Wägezimmer gehen
  - Tiegel wiegen, Wert notieren
  - Tiegel erneut min. 2 Stunden im Trockenschrank trocknen
  - Tiegel erneut 30min. im Exsikkator abkühlen lassen
  - Tiegel erneut wiegen und die Werte vergleichen, weichen die Werte mehr als  $\pm 0,0002$  g ab, muss die Trocknung nochmal wiederholt werden, falls nach 5 Trocknungen kein konstanter Wert erreicht ist, mit dem kleinsten Wert rechnen
- Trockenverlust berechnen.  
Was ist der Unterschied zwischen Trockenverlust und Trockenrückstand.  
Enthält Ihre Substanz Kristallwasser? Wenn ja, wieviel? ( $\text{NaAC} \cdot x \text{H}_2\text{O}$ )
- Tiegel auswaschen, die Salze können mit Wasser gespült werden, das Trockenmittel wieder zurück in den Trockenschrank geben und den Exsikkator mit ein wenig Ethylacetat und einem Tuch entfetten und wieder in der Glasausgabe abgeben