

Sammlung mit praktischen Aufgaben
zur Grundausbildung von
Chemielaboranten und -laborantinnen



gesammelt und herausgegeben vom
Zürcher Laborpersonal-Verband (ZLV)
(Ausgabe 1998)

Die Aufgaben der vorliegenden Sammlung wurden sorgfältig durchgesehen. Dennoch übernimmt der Zürcher Laborpersonal-Verband (ZLV) für die Richtigkeit von Angaben, Hinweisen und Ratschlägen sowie für eventuelle Druckfehler keine Verantwortung.

Die Wiedergabe von Warenbezeichnungen, Handelsnamen oder sonstigen Kennzeichen in der vorliegenden Sammlung berechtigen nicht zu der Annahme, dass diese von jedermann frei benutzt werden dürfen, umso mehr, als diese nicht als solche gekennzeichnet sind.

Vertrieb: Zürcher Laborpersonal-Verband (ZLV)
 Postfach 4019
 8022 Zürich

Vorwort

Am 8. September 1988 trat das revidierte "Reglement für die Ausbildung und die Lehrabschlussprüfungen der Chemielaboranten" in Kraft. Damit war auch der Startschuss für die Ausarbeitung einer an die neuen Bestimmungen angepassten Lehrabschlussprüfung gegeben. Im Lauf der Arbeiten in der Basler Arbeitsgruppe LAP 92, die mit der Anpassung der praktischen Arbeiten an die Anforderungen der neuen Prüfungen in den Kantonen Baselstadt und Baselland beauftragt war, kam die Idee zur Erstellung einer Aufgabensammlung zur Ausbildung der Lehrlinge¹ in den praktischen Arbeiten. Als die Kommission für Ausbildungsfragen der Basler chemischen Industrie (KAF) grünes Licht zur Verwendung der neuen Basler Prüfungsaufgaben zu Übungszwecken gab und auch zwei Lehrlabors des Kantons Zürich Aufgaben aus ihren Ausbildungskursen zur Verfügung stellten, wurden die Arbeiten an der vorliegenden Loseblattsammlung an die Hand genommen. Das Patronat zur Herausgabe und den Vertrieb hat der Zürcher Laborpersonal-Verband (ZLV) übernommen.

Die Aufgaben sollen den Lehrlingen einerseits die Möglichkeit bieten neu gelernte Arbeitstechniken zu üben und zu vertiefen und sich andererseits damit auf die praktische Lehrabschlussprüfung vorzubereiten. Dabei ist zu beachten, dass der Rahmen der Grundausbildungsarbeiten breiter ist, als der vom Reglement vorgegebene und daher nicht alle hier aufgenommenen Arbeiten beim Lehrabschluss geprüft werden.

Die Sammlung besteht zu einem beträchtlichen Teil aus Originalaufgaben zur Grundausbildung des überarbeiteten Basler Prüfungsordners. Sie enthält keine Schlüsselwerte und -blätter. Jeder Aufgabe ist jedoch der entsprechende Zeitfaktor, d. h. diejenige Zeit, die als reine Arbeitszeit ungefähr benötigt wird, zugefügt.

Die Aufgabensammlung umfasst folgende Themen:

- physikalische Methoden: Dichte, Refraktometrie
- analytische Methoden: Massanalyse, UV/VIS-Spektroskopie, Dünnschichtchromatographie (qualitativ)
- Trenn- und Reinigungsmethoden: Kristallisation, Sublimation, Destillation, kontinuierliche und diskontinuierliche Extraktion
- Synthesen: mit weiterführenden Literaturhinweisen

Als Unterlagen zum Erlernen und Vertiefen der Arbeitstechniken werden insbesondere die vier Bände der *Laborpraxis* (Birkhäuser AG, Basel) empfohlen.

¹⁾ Der Begriff *Lehrlinge* umfasst Auszubildende beiderlei Geschlechts.

Für das Zustandekommen dieser Sammlung sind wir vor allem folgenden Personen, Arbeitsgruppen und Institutionen zu Dank verpflichtet:

- der Kommission für Ausbildungsfragen der Basler chemischen Industrie (KAF)
- der Basler Arbeitsgruppe LAP 92 zur Erarbeitung der praktischen Arbeiten für die neue Lehrabschlussprüfung in den Kantonen Baselstadt und Baselland
- den Leitern der Zürcher Lehrlabors: M. Reutlinger (EAWAG) , G.Silveri (ETH)
- Frau Vit (EAWAG) und Herrn P. Kälin (ETH) für Schreib- und Korrekturarbeiten

Wir hoffen, dass diese Aufgabensammlung eine sinnvolle Hilfe für Lehrlinge und Lehrmeister darstellt und eine gute Aufnahme findet.

Zürich, März 1998

Im Namen des Zürcher Laborpersonalverbandes (ZLV)

Guido Grassi Peter Kälin

Inhaltsverzeichnis

Einleitung

Rahmen der Aufgaben

Hinweise zum Gebrauch

physikalische Messung

Dichte Dichtebestimmung

Ref Refraktometrie

Analytische Methoden

DC Dünnschichtchromatographie

Massanalyse

Titr 1	Acidimetrie	(Direkttitration)
Titr 2	Alkalimetrie	(Direkttitration)
Titr 3	Acidimetrie	(Rücktitration)
Titr 4	Alkalimetrie	(Rücktitration)
Titr 5	Iodometrie	(Direkttitration mit Natriumthiosulfat)
Titr 6	Iodometrie	(Direkttitration mit Iodatlösung)
Titr 7	Iodometrie	(Rücktitration mit Natriumthiosulfat)
Titr 8	Komplexometrie	
Titr 9	Permanganometrie	
Titr 10	Argentometrie	

Fotometrie (UV/VIS-Spektroskopie)

Foto 1	Identifikation einer Substanz
Foto 2	Bestimmung des molaren Extinktionskoeffizienten ϵ
Foto 3	Gehaltsbestimmung anorg. Substanzen (mit Eichlösungen)
Foto 4	Gehaltsbestimmung org. Substanzen (mit Eichlösungen)
Foto 5	Gehaltsbestimmung anorg. Substanzen (unter Verwendung von ϵ)
Foto 6	Gehaltsbestimmung org. Substanzen (unter Verwendung von ϵ)

Trenn- und Reinigungsmethoden

Kristallisation

Uk 1	ein Stoff, ein Lösemittel
Uk 2	ein Stoff, Lösemittelauswahl
Uk 3	zwei Stoffe, ein Lösemittel
Uk 4	zwei Stoffe, Lösemittelauswahl

Destillation

Dest 1	Destillation bei Normaldruck
Dest 2	Destillation bei vermindertem Druck

Extraktion

Exd	flüssig / flüssig diskontinuierlich
Exk 1	flüssig / fest kontinuierlich
Exk 2	flüssig / flüssig kontinuierlich

Sub	<u>Sublimation</u>
-----	--------------------

Synthesen

Syn 1	Oxidationen
Syn 2	Reduktionen
Syn 3	Veresterungen
Syn 4	Acetalisierungen
Syn 5	Nitrierungen von Aromaten
Syn 6	Halogenierungen
Syn 7	Eliminierungen
Syn 8	N-Acylierungen
Syn 9	Hydrolysen
Syn 10	Kondensationen
Syn 11	Cyclisierungen
Syn 12	Enaminsynthesen

Literaturübersicht

Einleitung

Der Lehrmeister oder die Lehrmeisterin sind nach dem Berufsbildungsgesetz vom 19. April 1976, Artikel 22 verantwortlich für die Ausbildung ihrer Lehrlinge. In diesem Sinn soll auch die vorliegende Aufgabensammlung in der Ausbildung Verwendung finden. Die aktive Mitarbeit des Lehrmeisters oder der Lehrmeisterin ist im Bereich der analytischen Arbeiten, durch Bereitstellung von Proben und die Angabe von Erwartungswerten, ohnehin nötig. Bei fortgeschrittenen Lehrlingen ist der selbständige Gebrauch der Sammlung durchaus angebracht.

Obwohl die vorliegende Aufgabensammlung sorgfältig überarbeitet und durchgesehen wurde, sind Fehler in den Vorschriften nicht ausgeschlossen. Wir bitten die Benützerinnen und Benützer des Ordners deshalb um die Zusendung von Korrekturen, Ergänzungen und Anregungen.

Um ein möglichst breites Aufgabenangebot zu erreichen und die Sammlung aktuell zu halten sind uns zusätzliche, vor allem originelle und praxisbezogene Aufgaben sehr willkommen. Da wir beabsichtigen in absehbarer Zeit auch eine Aufgabensammlung zur Fachausbildung zusammenzustellen, sind wir natürlich sehr an der Zusendung geeigneter Aufgaben aus allen Gebieten interessiert.

Kontaktadressen:

Kälin Peter
ETH, Labor für org. Chemie
Universitätstrasse 16
8092 Zürich
Telefon 01/632 29 99
kaelin@org.chem.ethz.ch

Zürcher Laborpersonal-Verband
Postfach 4019
8022 Zürich

Rahmen der Aufgaben

- Die fachlichen Anforderungen und der Schwierigkeitsgrad der Aufgaben übersteigen den vom Reglement für die Grundausbildung vorgegebenen Rahmen für die Grundausbildung nicht.
- Bei mehrteiligen Aufgaben ist in der Sammlung immer die ausführlichste Variante enthalten. An der Lehrabschlussprüfung müssen oft nicht sämtliche Folgeschritte ausgeführt werden.
- Die Grundoperationen Sublimation, kontinuierliche flüssig-flüssig Extraktion, argentometrische und komplexometrische Titration sind im Reglement vom 8. 9. 1988 in der Grundausbildung nicht enthalten und werden daher an den Lehrabschlussprüfungen auch nicht in der Grundausbildung geprüft.
- Die Grundoperationen Dünnschichtchromatografie, diskontinuierliche Extraktion (als Aufarbeitung bei Synthesen), Kristallisation, Destillation und Refraktometrie kommen sowohl als Hauptaufgaben, als auch als Folgeschritte in anderen Aufgaben vor.
- Gaschromatografie und Schmelzpunktbestimmung sind nur als Methoden der Reinheitskontrolle als Abschluss von Arbeiten enthalten.

Der Sammlung von Synthesaufgaben ist eine Literaturzusammenstellung mit Beispielen auf dem Niveau der Grundausbildung aus den folgenden drei Praktikumsbüchern angeschlossen:

- L.F. TIETZE, TH. EICHER, Reaktionen und Synthesen,
1. Auflage, 1981, Thieme Verlag
- ORGANIKUM (Autorenkollektiv), 15. Auflage 1981,
VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften
- S.HÜNIG, G.MÄRKL, J.SAUER, Integriertes Organisches
Praktikum, 1. Auflage, 1979, Verlag Chemie

Die Literaturliste ist einerseits nach den entstehenden Produkten und andererseits nach Reaktionen geordnet. Sie kann sowohl zum Nachschlagen der zu erwartenden Ausbeuten, als auch zur Erweiterung des Aufgabenangebots verwendet werden.

Hinweise zum Gebrauch

a) Allgemeine Hinweise

- Nomenklatur und Einheitsbezeichnungen sind nicht einheitlich, was aber den "Gepflogenheiten" der Praxis entspricht.
- Sämtliche zur Durchführung der Arbeiten benötigten Substanzen sind bei den Firmen Fluka oder Merck erhältlich.
- Bei der Auswahl und Ausarbeitung der Aufgaben haben wir aus Sicherheitsgründen und ökologischen Aspekten auf den Einsatz von Substanzen der Giftklassen 1 und 1K und auf halogenierte Lösungsmittel verzichtet, obwohl der sichere Umgang mit derartigen Stoffen selbstverständlich zur Ausbildung von jedem Lehrling gehört.
- Zur Entsorgung von bei den Arbeiten anfallenden Abfällen werden in den Aufgaben keine Hinweise gegeben, obwohl diese einen wichtigen Teil bei der Durchführung der Arbeiten darstellt. Die Lehrlinge haben sich bei der Beseitigung von Abfällen nach den betriebsinternen Weisungen zu richten.
- Zum Erlernen und Üben eines angemessenen Arbeitstempos sind als Hilfe dazu die entsprechenden Zeitfaktoren jeder Aufgabe in der rechten oberen Ecke hinter dem jeweiligen Code in Klammer angegeben. Der Zeitfaktor gibt die zur Lösung der Aufgabe ungefähr notwendige, reine Arbeitszeit an (eingeschlossen Protokollieren und Aufräumen).

Um die Lösbarkeit der Aufgaben im angegebenen Zeitrahmen zu gewährleisten, sollen bei deren Vorbereitung die untenstehenden Rahmenbedingungen beachtet werden:

- Bei den quantitativen analytischen Arbeiten soll, sofern nicht schon vorhanden, ein Erfahrungs- oder Erwartungswert angegeben werden. Dieser soll nicht mehr als $\pm 20\%$ vom Sollwert abweichen.
- Muss zu einer Substanz eine Verunreinigung zugesetzt werden, soll deren Massenanteil bei Aufgaben zur Kristallisation (Uk) 6% und bei Aufgaben zur diskontinuierlichen Extraktion (Exd) 25% nicht übersteigen.
- Für die Trenn- und Reinigungsaufgaben sollen die folgenden Probemengen abgegeben werden:

- Kristallisation (Krist)	ca. 20 g
- Destillation (Dest)	ca. 60 mL
- Sublimation (Sub)	ca. 3 g
- diskontinuierliche Extraktion (Exd)	
- bei Komponenten, die keiner Reinigung unterzogen werden müssen	10 - 20 g
- bei Komponenten die gereinigt werden müssen, setzt man die oben angegebene Mengen ein	

- kontinuierliche Extraktion (Exk)
 - fest-flüssig
 - bei Komponenten, die keiner Reinigung unterzogen werden müssen 5 - 10 g
 - Komponenten, die durch Kristallisation gereinigt werden müssen ca. 20 g
 - flüssig-flüssig
 - bei Komponenten, die keiner Reinigung unterzogen werden müssen 10 - 20 g
 - bei Komponenten die gereinigt werden müssen, setzt man die weiter oben angegebenen Mengen ein

- Bei der Verwendung von Ether als Lösungsmittel kann sowohl Diethyl- als auch tert. Butylmethylether eingesetzt werden.

b) Hinweise zu einzelnen Aufgabenthemen

- bei den Aufgaben zur Massanalyse (Titr) können anstatt der auf den Vorschriften angegebenen Substanzen auch andere geeignete abgegeben und dann als scheinbarer Gehalt der auf der Vorschrift aufgeführten Substanzen berechnet werden.

- Bei inhomogenen Gemischen in Aufgaben der UV/vis-Spektroskopie (Foto) muss, falls nicht anders angegeben, die Gesamtmenge gelöst und als Stammlösung eingesetzt werden.

- Die Angaben zu den gaschromatographischen Analysen sollen als Entscheidungshilfe für das jeweils zur Verfügung stehende Gerät dienen.

- Gaschromatographische Analysen müssen an der Lehrabschlussprüfung nur dann durchgeführt werden, wenn diese Methode in der Ausbildung gelernt wurde.

- Bei den Aufgaben zur Kristallisation (Uk) müssen heterogene Gemische zuerst im Mörser homogenisiert und, nach allfälligen Vorproben die Gesamtmenge umgesetzt werden.

- Wird bei Kristallisationen die Reinheit mit DC überprüft, soll in erster Linie ein möglichst reines Produkt und erst in zweiter Linie eine möglichst gute Ausbeute erzielt werden.

- Bei den Aufgaben zur Synthese (Syn) finden in der vorliegenden Aufgabensammlung folgende Substanzgruppen keine Anwendung:

- halogenierte Lösemittel
- Substanzen der Giftklassen 1 und 1K
- Alkalimetalle
- anorganische Säurehalogenide wie AlCl_3 , PCl_3 , PBr_3 , POCl_3 , SOCl_2 , SO_2Cl_2

Ebenso finden die folgenden Arbeitsschritte keine Anwendung:

- Arbeiten unter Schutzgas (Stickstoff, Argon)
- Einleiten und/oder Absorbieren von Gasen
- Destillation von Feststoffen
- Wasserdampfdestillation
- Rektifikation
- destillative Reinigung im Teilvakkum und unterhalb 20 mbar (z.B. mit Rotationspumpen)

Bestellformulare

für weitere Exemplare der "Sammlung mit praktischen Aufgaben zur Grundausbildung von Chemielaboranten und Chemielaborantinnen"

-----Hier abtrennen-----

Bitte senden Sie mir Exemplare der "Sammlung mit praktischen Aufgaben zur Grundausbildung von Chemielaboranten und Chemielaborantinnen" zum Preis von sFr. 50.- (exkl. Porto und Verpackung) an folgende Adresse:

Name, Vorname :

Firma :

Adresse :

PLZ / Ort :

Einsenden an : Zürcher Laborpersonal-Verband (ZLV)
Postfach 4019
8022 Zürich

Alkoholbestimmung in Wein

Dichte 1

Aufgabe

Im vorgegebenen Wein ist der Alkoholgehalt zu bestimmen.

Prinzip

Die Bestimmung beruht auf der Messung der Dichte eines auf das Ausgangsvolumen verdünnten Destillates. Der entsprechende Alkoholgehalt wird einer Tabelle entnommen.

Ausführung

100,0 mL Wein werden bei 20°C abgemessen, in einen Destillierkolben überführt und durch Zugabe von 1mol/L Natronlauge auf pH 7 gestellt (pH-Meter). Anschliessend wird der Alkohol azeotrop in einen 100 ml Messkolben abdestilliert. Nachdem ca. 3/4 der Vorlage gefüllt sind, wird die Destillation beendet. Der Kolbeninhalt wird auf 20°C thermostatisiert und mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt. Von dieser Lösung wird die Dichte durch Messung mittels Pyknometer ermittelt. Der entsprechende Alkoholgehalt wird einer Tabelle entnommen.

Verlangt wird

Alkoholgehalt in Volumenprozent

Substanzgemisch:

- a) 10 mL 2-Propanol/Benzylalkohol
- b) Aethanol/Benzylalkohol
- c) 1-Propanol/Benzylalkohol
- d) Chlorbenzol/Aethanol

Vergleichssubstanzen:

je 100 mL der Reinsubstanzen

Aufgabe:

Die Zusammensetzung des vorliegenden Gemisches ist durch Herstellung geeigneter Vergleichsmischungen und Messung der Brechungsindices zu bestimmen.

- Verlangt wird:
- Grobbestimmung in g/g
 - Eichkurve in g/g
 - n_D bei 20°C und Zusammensetzung des Gemisches in % g/g

Massanalyse

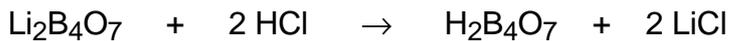
Titration 1.1 (je 1h)

a) Aufgabe

In der vorliegenden Charge ist der Massenanteil an di-Lithiumtetraborat [$w(\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7)$] durch Doppelbestimmung zu ermitteln.

Erfahrungswert: $w(\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7) =$

Reaktionsschema

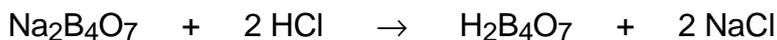


b) Aufgabe

In der vorliegenden Charge ist der Massenanteil an di-Natriumtetraborat [$w(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7)$] durch Doppelbestimmung zu ermitteln.

Erfahrungswert: $w(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) =$

Reaktionsschema

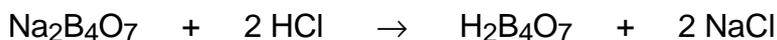


c) Aufgabe

In der vorliegenden Charge ist der Massenanteil in Prozent an di-Natriumtetraborat-pentahydrat [$w(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5 \text{H}_2\text{O})$] durch Doppelbestimmung zu ermitteln.

Erfahrungswert: $w(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}) =$

Reaktionsschema



Ausführung

Substanzmenge in Wasser lösen und mit Salzsäure [$c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/L}$] oder 1 mol/L visuell oder potentiometrisch titrieren.

Hinweis

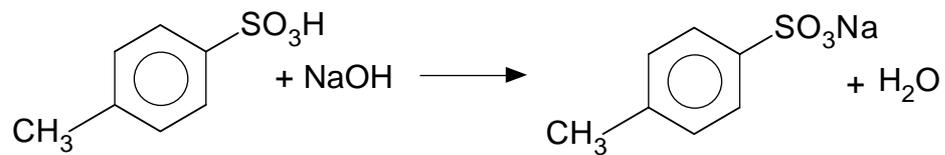
Die entstehende Säure ist so schwach, dass der Indikator deswegen nicht mehr umschlägt

Aufgabe

In der gegebenen Probe ist die Konzentration an 4-Toluolsulfonsäure zu bestimmen.

Erwartungswert :

Reaktionsformulierung



Ausführung

Es wird ein aliquoter Teil der Probe berechnet, so dass der Verbrauch ca. 20 mL beträgt. Dieser wird in Wasser aufgelöst und gegen 0,1 mol/L NaOH titriert.

Der Indikator ist selber zu wählen.

Massanalyse

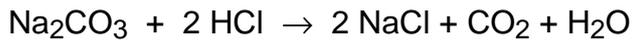
Titration 4.1 (je 1h)

a) Aufgabe

In der vorliegenden Substanz ist der Gehalt an Natriumcarbonat (Na_2CO_3) zu bestimmen.

Erwartungswert:

Reaktionsformulierung



b) AUFGABE

In der vorliegenden Substanz ist der Gehalt an Magnesiumcarbonat (MgCO_3) zu bestimmen.

Erwartungswert:

Reaktionsschema

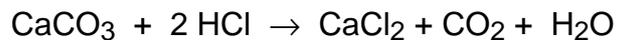


c) AUFGABE

In der vorliegenden Substanz ist der Gehalt an Calciumcarbonat (CaCO_3) zu bestimmen.

Erwartungswert:

Reaktionsschema



Ausführung

Substanzmenge in überschüssiger 1 mol/L Salzsäure lösen, das CO_2 auskochen und die überschüssige Salzsäure mit 1 mol/L Natronlauge zurücktitrieren.

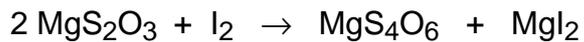
(Endpunkt: Visuell oder potentiometrisch).

a) AUFGABE

In der vorliegenden Substanz ist der Gehalt an Magnesiumthiosulfat (MgS_2O_3) zu bestimmen.

Erwartungswert:

Reaktionsschema

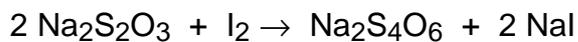


b) AUFGABE

In der vorliegenden Substanz ist der Gehalt an Natriumthiosulfat zu bestimmen.

Erwartungswert:

Reaktionsschema

Ausführung

Substanzmenge in ca. 100 mL Wasser lösen und mit 0,1 mol/L Iodlösung unter Verwendung von Stärke als Indikator titrieren.

Argentometrie

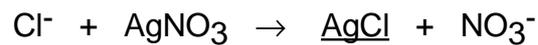
Titration 10.1 (1h)

Aufgabe

In der gegebenen Probe ist die Konzentration an Chlorid zu bestimmen.

Erwartungswert:

Reaktionsformulierung



Ausführung

Es wird ein aliquoter Teil der Probe berechnet, so dass der Verbrauch ca. 20 mL beträgt. Dieser wird eingewogen, in ca. 100 mL Wasser gelöst und 2 mL 5 %ige Kaliumchromatatlösung als Indikator zugeben. Nun wird mit 0,1 mol/L AgNO_3 titriert bis zum ersten Farbumschlag nach schmutzig-gelb-bräunlich.

Hinweise

- Die Probe muss neutral sein
- zur besseren Erkennung des Endpunktes wird eine Vortitration als Vergleichslösung beigezogen

verlangt wird

Angabe des Chloridgehaltes in %

Aufgabe

Das gegebene Analysenmuster ist mittels Spektroskopie einer der vier Referenzsubstanzen zuzuordnen.

Reagenzien

Analysenmuster

Referenzsubstanzen	:	4-Aminoantipyrin L(+)-Ascorbinsäure Benzencarbonsäure 3-Nitrobenzencarbonsäure
Lösemittel	:	Salzsäure $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/L}$

Ausführung

- Ausmessen der Extinktionskurven der vier Referenzsubstanzen und des Analysenmusters im Bereich von 320 - 210 nm.
- Konzentration der Messlösungen: ca. 1 mg/100 mL (10 mm Zelle)

VIS-Spektroskopie

Foto 3.1 (3h)

Aufgabe

Stellen Sie mit Hilfe einer Kaliumpermanganatmasslösung eine Eichkurve dar. Ermitteln Sie durch Dreifachbestimmung den Massenanteil in % an Mangan in der vorliegenden Lösung.

Erwartungswert $w(\text{Mn}^{2+}) = \text{ca. } 1 \text{ \% g/g}$

Reagenzien

	Silbernitrat	$c(\text{AgNO}_3)$	= 0,10 mol/L
	Ammoniumperoxo- disulfat	$\rho^*[(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8]$	= 150 g/L
	Salpetersäure	$w(\text{HNO}_3)$	= 63 %
Eichlösung:	Kaliumpermanganat	$c(\text{KMnO}_4)$	= 20,00 mmol/L
Lösemittel:	Wasser		

Hinweis

Die Ammoniumperoxodisulfatlösung ist frisch herzustellen und von eventuellen Schwebestoffen durch Filtration zu befreien.

Ausführung Eichlösung

Aus der vorliegenden Kaliumpermanganatmasslösung sind durch geeignetes Verdünnen 5 Eichlösungen in 200 mL Messkolben herzustellen, deren Gehalt an Mangan zwischen 0,02 und 0,1 mmol/200mL betragen soll. Die entsprechenden Volumina an Kaliumpermanganatmasslösung werden mit je 5,0 mL HNO_3 , 10,0 mL Ammoniumperoxodisulfat und 5,0 mL AgNO_3 versetzt und mit Wasser zur Marke gestellt. Diese Eichlösungen gegen einen entsprechenden Blindwert beim Absorptionsmaximum im sichtbaren Bereich (Schichtdicke 10 mm) ausmessen.

Ausführung Analysenlösungen

Vom Analysenmuster die Menge, welche ca. 0,06 mmol Mn^{2+} enthält, genau in einen Erlenmeyerkolben einwiegen und mit 20 mL Wasser lösen. Zugabe von 5,0 mL HNO_3 conc., 10,0 mL Ammoniumperoxodisulfat und 5,0 mL AgNO_3 . Die Lösung auf 70-75°C erwärmen und unter Rühren (90 Minuten) auf Raumtemperatur abkühlen lassen. Die **klare** Lösung mit Wasser auf 200,00 mL stellen und ausmessen.

Bestimmung von Nitrat

Foto 5.1 (3h)

Aufgabe

In der gegebenen Lösung ist die Konzentration an Nitrat zu bestimmen.

Erwartungswert: 2 - 3 g/L

Reagenzien

1 g N-[Naphthyl-(1)]-ethylendiammoniumdichlorid wird in 100 mL Wasser gelöst.

Ausführung der Bestimmung

20 mL der zu untersuchenden, neutral reagierenden Lösung werden mit 4 mL Ammoniaklösung (25 %), 1 mL Mangansulfatlösung (1 %) und 2 ml Sulfanilamid-Lösung versetzt. Danach werden ca. 100 mg Zinkpulver zugegeben. Die Mischung wird 30 Minuten lang unter öfterem Umschütteln in Eiswasser gekühlt und anschliessend filtriert. Der Filter wird mit einer Mischung von 1 mL Ammoniaklösung (25 %) und 9 mL Wasser gewaschen. Das mit dem Filtrat vereinigte Waschwasser wird in einem 50 mL Messkolben mit 5 mL Salzsäure (25 %) und 1 mL Reagenzlösung versetzt und mit Wasser auf 50 mL aufgefüllt. Die Messung erfolgt nach 15 Minuten bei 540 nm in 1 cm Küvetten gegen Wasser.

$$\epsilon_{540\text{nm}} = 41 \cdot 10^3 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$$

Kristallisieren

Uk 1.1 (je 1h)

Aufgabe: Die gesamte Menge der gegebenen Substanz ist durch Umkristallisation zu reinigen.

a) Substanz: 1,2-Diphenylthioharnstoff

Lösungsmittel: Toluol

b) Substanz: 2,3,6-Trimethylphenol

Lösungsmittel: Hexan

c) Substanz: Salicylsäure

Lösungsmittel: Toluol/Hexan (10+1 Volumenteile)

d) Substanz: N-Phenylharnstoff

Lösungsmittel: Wasser

verlangt wird:

- Abgabe der gereinigten Substanz
- Abgabe der Rohsubstanz aus der Mutterlauge
- Ausbeute der Reinsubstanz in g und %
- Schmelzpunkt der Reinsubstanz

KRISTALLISATION

Uk 3.1 (2h)

Rohprodukt

Acetanilid mit Biphenyl verunreinigt.

Aufgabe: Die Gesamtmenge des vorliegenden Gemisches ist aus Toluol, unter Verwendung von Aktivkohle, durch Kristallisation zu reinigen, wobei für das erste Kristallisat die Temperatur von 20°C nicht unterschritten werden darf.

Referenz: Acetanilid
Biphenyl

DC Angabe: Stationäre Phase : Kieselgel 60 F 254
Mobile Phase : Toluol/Essigester/
10 10 (Volumenteile)
Laufstrecke: : 12 cm
Probenlösung : ca. 2% in Aceton
Auftragvolumen : 2 µL
Nachweis : UV 254 nm
Laufzeit : ca. 40 min

verlangt wird:

- Abgabe der gereinigten Substanz und des Rückstandes aus der eingedampften Mutterlauge
- Ausbeute in g und % an reinem Acetanilid
- Schmelzpunkt des gereinigten Acetanilids
- Beleg der Reinigungswirkung mittels DC

Umkristallisation

Uk 4.1 (4h)

Aufgabe

Das vorliegende Gemisch (heterogen) ist durch Umkristallisation zu reinigen. Mittels Vorproben ist von den aufgeführten Lösemitteln das geeignete sowie die Lösemittelmenge zu bestimmen. Es ist mit Kohle eine Klärfiltration auszuführen. Die Filtration des Kristallisates hat bei Raumtemperatur zu erfolgen.

Gemisch

Substanz : 4-Methoxybenzencarbonsäure
Verunreinigung : 4-Methoxybenzylalkohol

Lösemittel

- a) Ethanol
1-Propanol
n-Hexan
Toluen

Referenzsubstanzen

4-Methoxybenzencarbonsäure
4-Methoxybenzylalkohol

DC-Angaben

Platte : Merck Kieselgel 60 F 254
Fließmittel : n-Hexan / Ethylacetat / Essigsäure
 5 + 1 + 1 (Volumenanteile)
Laufstrecke : 12 cm
Konzentration : ρ^* (Probe) = 10 mg/mL Methanol
Auftragsvolumen : 2 μ L
Nachweis : UV 254 nm

Verlangt wird

- Interpretation der Lösemittelwahl und -menge
- Ausbeute in g und %
- Beleg der Lösemittelwahl und der Reinigung mittels DC
- mp. der reinen 4-Methoxybenzencarbonsäure

Destillieren

Dest 1.2 (2h)

Aufgabe

Das vorliegende Gemisch von Aceton und 1-Butanol ist durch Destillation mittels einer Vigreuxkolonne (Nutzlänge: 200 mm; $\varnothing = 20$ mm) zu trennen.

Gemisch

Aceton / 1-Butanol

GC-Angaben

Säule	:	Carbowax 600/2 m (gepackt)
Ofen	:	120°C isotherm
Detektor	:	FID 210°C
Injektor	:	160°C
Einspritzvolumen	:	0,2 μ L

oder

Säule	:	50 m · 0.2 mm OV-1
Ofen	:	80°C isotherm
Detektor	:	FID 250°C
Injektor	:	210°C
Einspritzvolumen	:	0,2 μ L

Verlangt wird

- Massenbilanz in g und %
- GC und/oder n_D^{20} der einzelnen Fraktionen

Destillieren

Dest 1.3 (2h)

Aufgabe

Das vorliegende Gemisch von Methanol und 2-Methyl-1-propanol (Isobutanol) ist durch Destillation mittels einer Füllkörperkolonne (Raschigringe; Nutzlänge: 200 mm; $\varnothing = 20$ mm) zu trennen.

Gemisch

Methanol / 2-Methyl-1-propanol

GC-Angaben

Säule	:	Carbowax 600/2 m (gepackt)
Ofen	:	120°C isotherm
Detektor	:	FID 210°C
Injektor	:	160°C
Einspritzvolumen	:	0,2 μ L

oder

Säule	:	50 m · 0.2 mm OV-1
Ofen	:	80°C isotherm
Detektor	:	FID 250°C
Injektor	:	210°C
Einspritzvolumen	:	0,2 μ L

Verlangt wird

- Massenbilanz in g und %
- GC und/oder n_D^{20} der einzelnen Fraktionen

Destillieren

Dest 1.4 (2h)

Aufgabe

Das vorliegende Gemisch von Ethylacetat und Butylacetat ist durch Destillation mittels einer Füllkörperkolonne (Raschigringe; Nutzlänge: 200 mm; $\varnothing = 20$ mm) zu trennen.

Gemisch

Ethylacetat / Butylacetat

GC-Angaben

Säule	:	Carbowax 600/2 m (gepackt)
Ofen	:	120°C isotherm
Detektor	:	FID 210°C
Injektor	:	160°C
Einspritzvolumen	:	0,2 μ L

oder

Säule	:	50 m · 0.2 mm OV-1
Ofen	:	100°C isotherm
Detektor	:	FID 250°C
Injektor	:	210°C
Einspritzvolumen	:	0,2 μ L

Verlangt wird

- Massenbilanz in g und %
- GC und/oder n_D^{20} der einzelnen Fraktionen

Destillieren

Dest 1.5 (2h)

Aufgabe

Das vorliegende Gemisch von Ethanol und 3-Methyl-1-butanol (Isopentanol) ist durch Destillation mittels einer Vigreuxkolonne (Nutzlänge: 200 mm; $\varnothing = 20$ mm) zu trennen.

Gemisch

Ethanol / 3-Methyl-1-butanol

GC-Angaben

Säule	:	Carbowax 600/2 m (gepackt)
Ofen	:	120°C isotherm
Detektor	:	FID 210°C
Injektor	:	160°C
Einspritzvolumen	:	0,2 μ L

oder

Säule	:	50 m · 0.2 mm OV-1
Ofen	:	100°C isotherm
Detektor	:	FID 250°C
Injektor	:	210°C
Einspritzvolumen	:	0,2 μ L

Verlangt wird

- Massenbilanz in g und %
- GC und/oder n_D^{20} der einzelnen Fraktionen

Extraktion kontinuierlich

Exk 1.1 (3h)

Aufgabe

Aus dem vorliegenden Gemisch, bestehend aus Phthalsäure und Naphthalin, ist das in n-Hexan lösliche Naphthalin durch kontinuierliche Extraktion abzutrennen. Der Verlauf der Trennung ist mittels DC (Mikroplatten) zu verfolgen (Tüpfelprobe auf DC-Platte).

Die isolierte Phthalsäure ist zu reinigen.

Referenzsubstanzen

Phthalsäure
Naphthalin

Reinigung der Phthalsäure

Die vorgereinigte Phthalsäure aus Wasser / Ethanol 10 + 3 (Volumenanteile) umkristallisieren.

DC-Angaben

Platte	:	Merck Kieselgel 60 F 254
Fliessmittel	:	Ethylacetat
Laufstrecke	:	12 cm
Konzentration	:	$\rho^*(\text{Probe}) = \text{ca. } 10 \text{ mg/mL Aceton}$
Auftragsvolumen	:	2 μL
Nachweis	:	UV 254 nm
Hinweis	:	Nur mit Kaltluft trocknen (Naphthalin sublimiert)

Verlangt wird

- Ausbeute in g und % des extrahierten Naphthalins und der gereinigten Phthalsäure
- DC und Fp des Naphthalins und der rohen und gereinigten Phthalsäure
- DC-Belege des Extraktionsverlaufes

SUBLIMATION

Sub 1 (je 1h)

Substanz

- a) Naphthalin
- b) 4-Iodtoluol
- c) 4-Benzochinon

Aufgabe

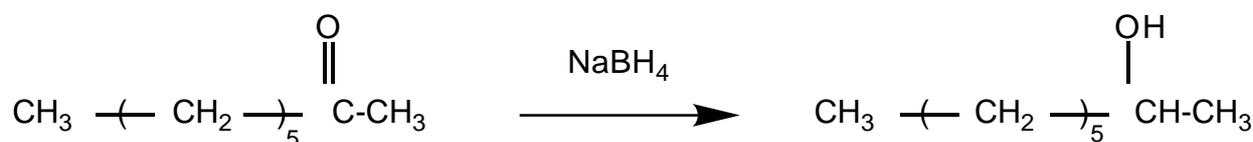
Die Gesamtmenge der gegebenen Substanz ist durch Sublimation bei ca. 20 mbar zu reinigen.

- Verlangt wird:
- Abgabe der gereinigten Substanz
 - Ausbeute in g und %
 - Schmelzpunkt der Roh- und der Reinsubstanz

DL-2-Octanol

Syn 2.1 (5h)

Reaktionsschema



Ansatz

2-Octanon	:	0.2 mol
Natriumborhydrid	:	0.11 mol
Ethanol p.a.	:	100 mL

Ausführung

Zur Lösung vom 2-Octanon in Ethanol portionenweise Natriumborhydrid so zugeben, dass die Innentemperatur nicht über 50°C steigt, danach maximal zwei Stunden nachrühren. Den Reaktionsverlauf mittels DC überwachen. Anschliessend den Ethanol am Rotationsverdampfer bei ca. 180 mbar zum grössten Teil abdestillieren. Den Rückstand mit 100 mL Wasser versetzen, die organische Phase abtrennen und die Wasserphase dreimal mit Ether extrahieren. Die Etherextrakte mit der organischen Phase vereinigen, dreimal mit gesättigter Natriumchloridlösung waschen und trocknen. Den Ether am Rotationsverdampfer entfernen und das Rohprodukt destillieren.

DC-Angaben (als Reaktionskontrolle)

Platte	:	Macherey-Nagel 40 · 80 mm Polygram SIL G/UV ₂₅₄ Kieselgel
Fliessmittel	:	Toluol / Essigsäureethylester 4 + 1 (Volumenanteile)
Auftragvolumen	:	2 µL
Nachweis	:	Iodkammer

GC-Angaben

Säule	:	50 m · 0.25 mm OV-1
Ofen	:	150°C isotherm
Detektor	:	FID 250°C
Injektor	:	200°C
Einspritzvolumen	:	0,2 µL

Verlangt wird

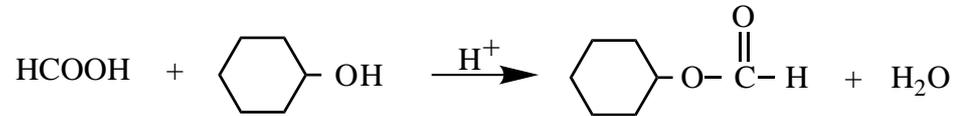
- Belegen des Reaktionsverlaufes mit GC oder DC
- Ausbeute in g und %
- n_D^{20} der Fraktionen
- GC von 2-Octanon, Ethanol und den Fraktionen

Synthese

Syn 3.1 (5h)

Aufgabe: Stellen Sie Ameisensäurecyclohexylester her.

Formel:



Ansatz:

Cyclohexanol	:	0,5 mol
Ameisensäure	:	Theorie + 25 %
Cyclohexan	:	150 mL
Schwefelsäure konz.	:	3 mL

Ausführung: Ameisensäure, Schwefelsäure und Cyclohexan vorlegen und innert 5 Minuten bei Raumtemperatur den Cyclohexanol zugeben. Anschliessend solange am Rückfluss erhitzen, bis sich kein Wasser mehr abscheidet. Die abgekühlte Reaktionsmischung mit Natriumcarbonat 5 % und Wasser waschen. Die wässrigen Phasen noch 2x mit Aether extrahieren. Die vereinigten org. Phasen trocknen und bei Normaldruck destillieren (Kolonnen mit Füllkörper-Metallwendeln).

verlangt wird: Reinausbeute in g und %
GC von Cyclohexanol und den Fraktionen

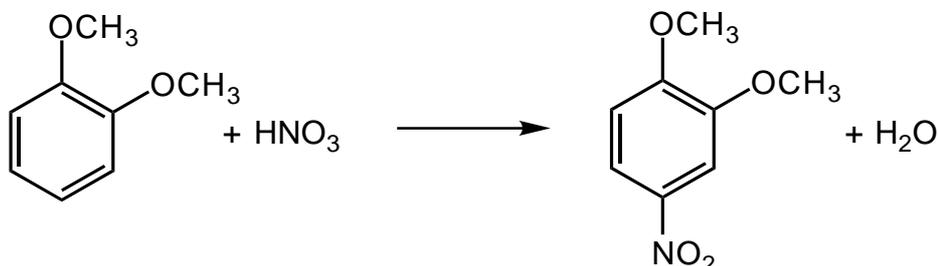
GC-Angaben:

Säule	:	50 m · 0.25 mm OV-1
Ofen	:	110°C isotherm
Detektor	:	FID 250°C
Injektor	:	200°C
Einspritzvolumen	:	0,2 µL

1,2-Dimethoxy-4-nitrobenzen

Syn 5.1 (4h)

Reaktionsschema



Ansatz

1, 2-Dimethoxybenzen	:	0,1 mol
Salpetersäure w (HNO ₃) = 63%	:	Theorie + 87% Ueberschuss
Wasser	:	19 mL

Ausführung

Das Wasser vorlegen und die Salpetersäure vorsichtig zufügen und unter gutem Rühren bei 25 - 30°C innert 30 Minuten die Hälfte des berechneten 1,2-Dimethoxybenzens zutropfen. Anschliessend bei 30 - 35°C innert 30 Minuten den Rest des Dimethoxybenzens zutropfen. Nun die Reaktionsmischung 15 Minuten bei 40 - 45°C nachrühren. Dann 50 mL Wasser langsam zusetzen. Das ausgefallene Produkt mit Ether extrahieren, trocknen und eineingen. Den Rückstand aus Ethanol w (Ethanol) ca. 95% umkristallisieren. Die Reinigungswirkung mittels DC belegen.

DC-Angaben

Platte	:	Kieselgel 60F 254 Merck Fertigplatten 0,25 mm
Fliessmittel	:	n-Hexan / Ethylacetat / Essigsäure 4 + 1 + 1 (Volumenanteile)
Laufstrecke	:	12 cm
Konzentration	:	ρ* (Probe) = 20 mg/mL in Ether
Auftragsvolumen	:	3 µL
Nachweis	:	UV 254 nm

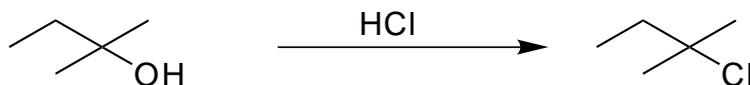
Verlangt wird

- Ausbeute in g und %
- DC-Belege der Umkristallisation
- Fp

2-Chlor-2-methylbutan

Syn 6.1 (4h)

Reaktionschema



Ansatz

2-Methylbutan-2-ol : 0,5 mol
Salzsäure (37 %) : 1,5 mol

Durchführung

Die Salzsäure in ca. 5 Minuten unter Eiskühlung zum vorgelegten Alkohol zugeben und das Reaktionsgemisch anschliessend zwei Stunden kräftig rühren. Danach die Phasen trennen, die organische Phase je zweimal mit wenig Wasser, wenig gesättigter Natriumhydrogencarbonat- und wenig gesättigter Natriumchloridlösung waschen und durch Zusatz von wenig wasserfreiem Calciumchlorid trocknen. Das Rohprodukt durch fraktionierende Destillation durch eine Vigreukolonne (Nutzlänge 20 cm, NS 14,5) reinigen.

GC-Angaben

Säule : 50 m · 0.25 mm OV-1
Ofen : 90 °C isotherm
Detektor : FID 250°C
Injektor : 200°C
Einspritzvolumen : 0,2 µL

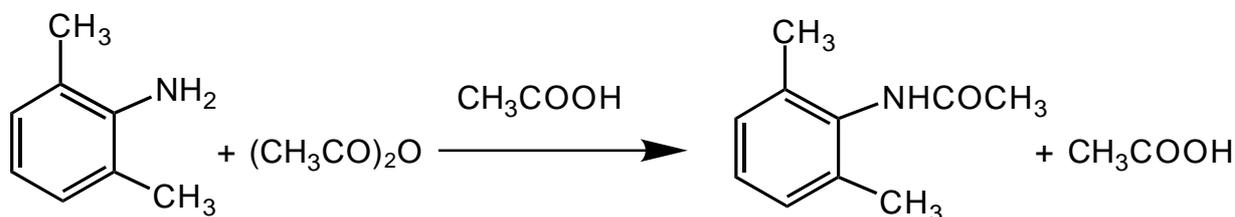
Verlangt wird

- Roh- und Reinausbeute in g und %
- GC vom 2-Methylbutan-2-ol, dem Rohprodukt und den Fraktionen

2,6-Dimethylacetanilid

Syn 8.1 (4h)

Reaktionsschema



Ansatz

2,6-Dimethylanilin	:	0,08 mol
Essigsäureanhydrid	:	Theorie + 5% Ueberschuss
Essigsäure w (CH_3COOH) = 100%	:	0,4 mol

Ausführung

Zur vorgelegten Essigsäure unter Rühren das 2,6-Dimethylanilin zugeben. Darauf innert 15 Minuten das Essigsäureanhydrid zutropfen und ca. 1 bis 1,5 Stunden am Rückfluss sieden. Der Reaktionsverlauf ist mittels DC zu überwachen. Anschliessend die Reaktionsmischung auf ca. 100 mL Eiswasser austragen. Das ausgefallene Acetylderivat abfiltrieren und mit 150 mL Wasser waschen.

Das Rohprodukt aus Wasser / Ethanol 1 + 1 (Volumenanteile) umkristallisieren.

DC-Angaben (als Reaktionskontrolle)

Platte	:	Macherey-Nagel 40 · 80 mm Polygram SIL G/UV ₂₅₄ Kieselgel
Fliessmittel	:	Ethylacetat
Auftragvolumen	:	2 μL
Nachweis	:	UV 254 nm

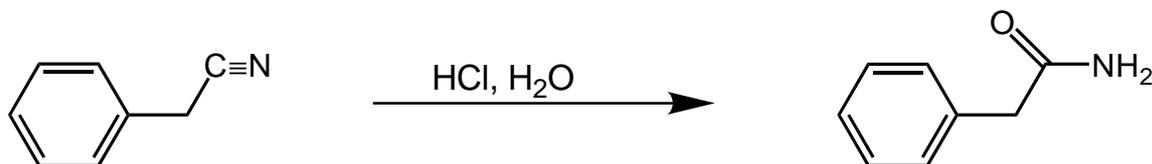
Verlangt wird

- DC-Belege des Reaktionsverlaufes
- Ausbeute in g und %
- Fp

2-Phenylacetamid

Syn 9.1 (4h)

Reaktionsschema



Ansatz

Benzylcyanid : 0,2 mol
Salzsäure w(HCl) = 0,37 : 100 mL

Durchführung

Das Benzylcyanid und die Salzsäure bei 40 °C intensiv rühren. Nachdem eine klare Lösung entstanden und die Temperatur auf ca. 46°C gestiegen ist, 30 Minuten weiterrühren. Auf 15°C abkühlen und langsam 100 mL Eiswasser zugeben. Weitere 30 Minuten unter Kühlung rühren und dann absaugen. Die Kristalle zweimal mit je 30 - 60 mL Eiswasser verrühren und abnutschen. Zur Reinigung aus Ethanol (w(EtOH)=0,96) umkristallisieren (1. Kristallisat: Abkühlung bis Raumtemperatur, 2. Kristallisat: Abkühlung auf +4°C). Die Reinigungswirkung mittels DC belegen.

DC-Angaben

Platte : Macherey-Nagel Polygram SIL G/UV₂₅₄ Kieselgel
Fließmittel : Toluol / Ethanol (1 + 1 Volumenteile)
Laufstrecke : 12 cm
Konzentration : ρ^* (Probe) = ca. 50 mg/mL Aceton
Auftragsvolumen : 2 μ L
Nachweis : UV ($\lambda = 254$ nm)

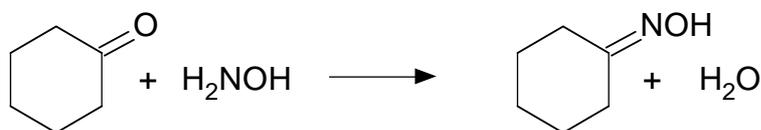
Verlangt wird

- Ausbeute in g und %
- DC-Belege der Umkristallisation
- Schmelzpunkt von Roh- und Reinprodukten

Cyclohexanonoxim

Syn 12.1 (3h)

Reaktionsformulierung



Ansatz

Hydroxylamin Hydrochlorid	0,15	mol
Natriumacetat	0,12	mol
Cyclohexanon	0,1	mol

Vorgehen

Das Hydroxylamin Hydrochlorid und das Natriumacetat werden im Reaktionsgefäß in 60 mL Wasser gelöst und auf 60°C erwärmt. Unter Rühren tropft man das Cyclohexanon zu und rührt noch 30 Minuten bei dieser Temperatur. Dann wird mit einer Eis/Kochsalzmischung auf 0°C abgekühlt und das ausgefallene Oxim abgesaugt. Das rohe Oxim wird aus Methanol/Wasser 1:1 umkristallisiert.

Verlangt wird

Ausbeute vom Reinprodukt in g und %
Schmelzpunkte von Roh- und Reinprodukt

Literaturliste für Synthesen der Grundausbildung

Verwendete Literatur:

- Syn :Synthesen in der vorliegenden Übungssammlung
- TE :L.F.TIETZE, TH.EICHER, Reaktionen und Synthesen, Thieme Verlag
1. Auflage, 1981
- Org :Autorenkollektiv, ORGANIKUM, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften,
15. Auflage, 1981
- HMS :S.HÜNIG, G.MÄRKEL, J.SAUER, Integriertes Organisches Praktikum, Verlag
Chemie, 1. Auflage 1979

Einteilung nach Produkten

Produkt	Quelle	nähere Umschreibung
<u>Acetale</u>	Syn 4.1, 4.2, 4.3 Org 488 Org 490 HMS 246, 252 TE 184	Äthylenacetale Diäthylacetale Äthylenacetale Äthylenacetale Tetrahydropyranylacetal
<u>Ether</u>	TE 203, 361 HMS 192, 195 Org 293, TE 100	Phenoether Phenoether Enoether aus Acetalen
<u>Aldehyde</u>	Org 565	durch Aldoladdition (Methode A)
<u>Alkene</u>	Syn 7.1 Org 289, TE 30 HMS 147, Org 298 HMS 368, Org 565 TE 159 (K-11, K-12) TE 161 Org 352 Syn 10.1, HMS 382 Org 572 Org 572 TE 361	aus Alkohol aus Alkohol aus Halogeniden durch Aldolkondensation durch Aldolkondensation (1) aus Enamin durch Kondensation nach DIELS-ALDER (mit Anthracen und Maleinsäureanhydrid) KNOEVENAGEL-Kondensation KNOEVENAGEL-Kondensation (Methode B) KNOEVENAGEL- Kondensation (Methode A, Cyclo- hexan anstatt Benzol) KNOEVENAGEL-Kondensation
<u>Alkine</u>	HMS 149, 153	aus Dihalogenid