

Protokoll zum chemischen Praktikum für Bioinformatiker

Alexander Gitter

Darstellung eines Supraleiters

Einleitung

Supraleiter sind Stoffe, welche unter einer bestimmten Sprungtemperatur keinen ohmschen Widerstand mehr besitzen und damit den elektrischen Strom verlustlos leiten. Der mit einem Magneten in einem geschlossenen Ring induzierte Strom kann beliebig lange fließen, womit der Supraleiter auf dem Magneten schwebt. Der hier verwendete $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ -Supraleiter besitzt eine Sprungtemperatur von 92K. Da der Siedepunkt von Stickstoff bei 77K liegt, lässt sich der Versuch mit flüssigem Stickstoff durchführen.

Mit der gegebenen Masse für Y_2O_3 von 0,6g und den Atommassen der beteiligten Elemente lassen sich die notwendigen Massen aller weiteren Produkte berechnen.

Element	Y	O	Ba	Cu
Atommasse [u]	88,9059	15,9994	137,33	63,546

$$m(\text{Y}_2\text{O}_3) = 0,6 \text{ g}$$

$$M(\text{Y}_2\text{O}_3) = 2 \cdot 88,9059 + 3 \cdot 15,9994 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 225,81 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$\Rightarrow n(\text{Y}_2\text{O}_3) = \frac{m(\text{Y}_2\text{O}_3)}{M(\text{Y}_2\text{O}_3)} = \frac{0,6 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}}{225,81 \text{ g}} = 2,657 \text{ mmol}$$

Berechnung für BaO_2

$$n(\text{BaO}_2) = 4 \cdot n(\text{Y}_2\text{O}_3) = 4 \cdot 2,657 \text{ mmol} = 10,628 \text{ mmol}$$

$$M(\text{BaO}_2) = 137,33 + 2 \cdot 15,9994 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 169,3288 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$\Rightarrow m(\text{BaO}_2) = n(\text{BaO}_2) \cdot M(\text{BaO}_2) = 10,628 \frac{\text{mmol} \cdot \text{g}}{\text{mol}} = 1,8 \text{ g}$$

Berechnung für CuO

$$n(\text{CuO}) = 6 \cdot n(\text{Y}_2\text{O}_3) = 6 \cdot 2,657 \text{ mmol} = 15,942 \text{ mmol}$$

$$M(\text{CuO}) = 63,546 + 15,9994 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 79,5454 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$\Rightarrow m(\text{CuO}) = n(\text{CuO}) \cdot M(\text{CuO}) = 15,942 \cdot 79,5454 \frac{\text{mmol} \cdot \text{g}}{\text{mol}} = 1,3 \text{ g}$$

Durchführung

Die benötigten Massen für die Verbindungen wurden abgewogen und zusammen 30 Minuten in einem Mörser verrieben. Zwei hergestellte Presslinge wurden im Ofen etwa zehn Stunden bei 930°C und dann für sechs Stunden bei 450°C gehalten. Die schließlich auf Raumtemperatur abgekühlten dunkelgrauen Presslinge konnten bei einer Temperatur von unter 92K auf einem Magneten zum schweben gebracht werden.

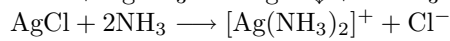
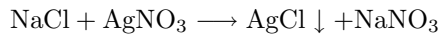
Qualitative Analyse

Einleitung

Mit einer quantitativen Analyse können durch chemische Reaktionen Ionen nachgewiesen werden. Die Nachweise beruhen dabei meistens auf Fällung. Weitere Methoden beruhen auf der Färbung einer Bunsenbrennerflamme oder Reaktionen zur Bildung von farbigen Komplexen. Im Versuch werden zunächst verschiedene Nachweise gepробt um danach zwei unbekannte Proben zu analysieren.

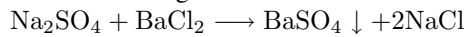
Nachweis von Cl^-

Eine Kochsalzlösung wurde mit ein paar Tropfen Salpetersäure angesäuert und danach einige Tropfen Silbernitrat hinzugegeben. Ein weißer Niederschlag, der sich durch verdünnten Ammoniak wieder löst, fiel aus.



Nachweis von SO_4^{2-}

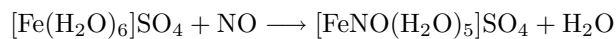
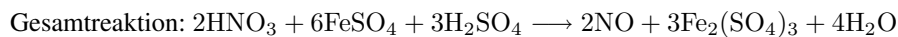
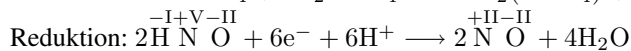
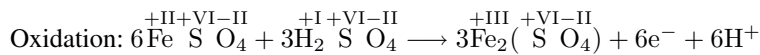
Zu einer mit HCl angesäuerten Natriumsulfatlösung wurde Bariumchloridlösung gegeben. Es bildete sich ein Niederschlag aus Bariumsulfat.



Nachweis von NO_3^- („Ringprobe“)

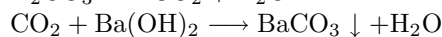
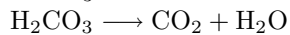
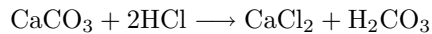
Zu verdünnter Salpetersäure wurde eine Eisen(II)sulfat-Lösung gegeben und diese Mischung mit konzentrierter Schwefelsäure unterschichtet. An der Grenzfläche bildete sich ein brauner Ring.

Dabei bildet sich mit der konzentrierten Schwefelsäure durch Wasserentzug eine konzentrierte Salpetersäure welche die Fe^{2+} -Ionen zu Fe^{3+} -Ionen oxidiert. Das entstandene Stickstoffmonoxid addiert sich, unter Bildung brauner komplexer Nitrosyl-Eisen-Kationen, an überschüssige Fe^{2+} -Ionen.



Nachweis von CO_3^{2-}

Calciumcarbonat wurde in einem Reagenzglas mit verdünnter Salzsäure übergossen und in die Öffnung ein vorher in Barytwasser getauchter Glasstab gehalten. Ein Tropfen Barytwasser trübte sich durch ausgefallenes Bariumcarbonat.



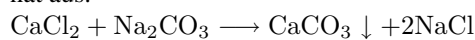
Flammenfärbung von Na^+ , K^+ , Ca^{2+} und Ba^{2+}

Ein ausgeglühtes Magnesiumstäbchen wurde mit Natriumchlorid, Kaliumchlorid, Calciumchlorid bzw. Bariumchlorid befeuchtet und jeweils in eine entleuchtete Flamme gehalten.

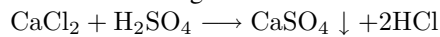
Dabei ergab sich für die Kochsalzlösung eine gelbe, für Kaliumchlorid eine fahlviolette und für Calciumchlorid eine rote Flammenfärbung. Bariumchlorid färbte die Flamme grün.

Nachweis von Ca^{2+}

1. Eine Calciumchlorid-Lösung wurde mit etwas Natriumcarbonat versetzt, es fiel farbloses Calciumcarbonat aus.

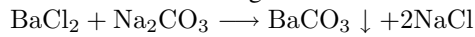


2. 3ml einer Calciumchlorid-Lösung wurden mit 3ml verdünnter Schwefelsäure vermischt. Beim Anreiben der klaren Lösung kristallisiert Calciumsulfat aus.

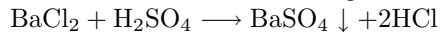


Nachweis von Ba^{2+}

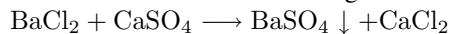
1. Bariumchloridlösung wurde mit Sodalösung versetzt, es fiel Bariumcarbonat aus.



2. Zu einer Bariumchloridlösung wurde verdünnte Schwefelsäure hinzugesetzt, es fiel Bariumsulfat aus.

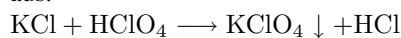


3. Zu einer Bariumchloridlösung wurde Gipswasser gegeben, es fiel Bariumsulfat aus.



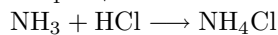
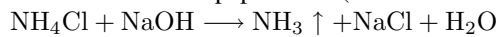
Nachweis von K^+

Zu einer Kaliumchloridlösung wurde Perchlorsäurelösung gegeben. Nach einiger Zeit fiel Kaliumperchlorat aus.



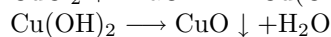
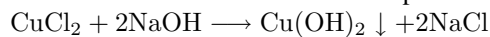
Nachweis von NH_4^+

Zu einer Spatelspitze Ammoniumchlorid wurde verdünnte Natronlauge gegeben. Nach Erwärmung des Gemisches entwich Ammoniak, welchen durch den charakteristischen Geruch erkennbar war. Außerdem färbte sich rotes Lackmuspapier blau (Basennachweis).

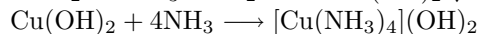
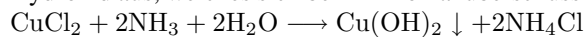


Nachweis von Cu^{2+}

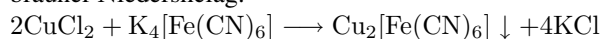
1. Kupferchloridlösung wurde mit verdünnter Natronlauge versetzt. Es entstand ein blauer Niederschlag, der beim Erwärmen in schwarzes Kupferoxid überging.



2. Zu etwas Kupferchloridlösung wurde verdünnter Ammoniak gegeben. Zuerst fiel blaues Kupfer(II)-Hydroxid aus, welches sich bei Ammoniaküberschuss unter Bildung blauer Tetraminkupfer(II)-Ionen löste.

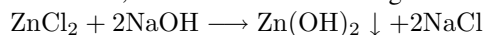


3. Eine Kupferchloridlösung wurde mit einer Lösung aus gelben Blutlaugensalz vermischt. Es entstand ein brauner Niederschlag.

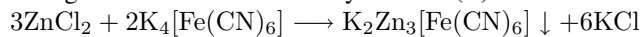


Nachweis von Zn^{2+}

1. Zu einer Zinkchloridlösung wurde verdünnte Natronlauge hinzugegeben. Zuerst fiel farbloses Zinkhydroxid aus, das sich bei weiterer Zugabe von Natronlauge wieder löste.

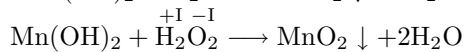
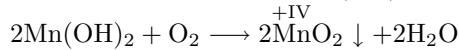
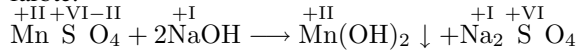


2. In etwas Zinkchloridlösung wurde Kaliumhexacyanoferrat(II) gegeben. Es entstand ein farbloser Niederschlag von Kalium-Zink-Hexacyanoferrat(II).



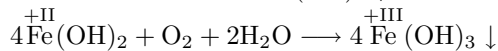
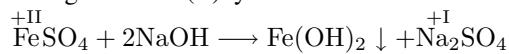
Nachweis von Mn^{2+}

Eine Mangan(II)-Salzlösung wurde mit verdünnter Natronlauge versetzt. Es entstand ein fast farbloser Niederschlag von Mangan(II)-Hydroxid, der sich bei Zugabe von Wasserstoffperoxid oder an der Luft braun färbte.

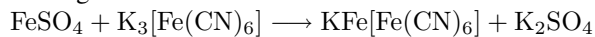


Nachweis von Fe^{2+}

1. Eine Eisen(II)-Salzlösung wurde mit verdünnter Natronlauge versetzt, wodurch ein grünlicher Niederschlag aus Eisen(II)hydroxid entstand. Durch Oxidation verfärbte er sich allmählich rotbraun.

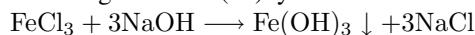


2. Zu einem Tropfen Eisen(II)-salzlösung wurden Wasser und Kaliumhexacyanoferrat(III) gegeben. Die Lösung verfärbte sich tiefblau.

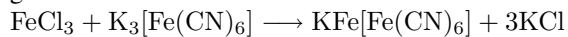


Nachweis von Fe^{3+}

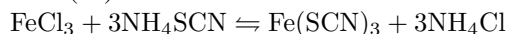
1. Eine Eisen(III)-salzlösung wurde mit verdünnter Natronlauge vermischt, wodurch sich ein brauner Niederschlag aus Eisen(III)hydroxid bildete.



2. Etwas Eisen(III)-salzlösung wurde mit Wasser versetzt und Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung hinzugegeben. Es bildete sich lösliches Berliner Blau.

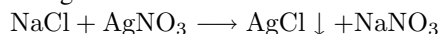


3. Eine Eisen(III)-Salzlösung wurde mit Ammoniumrhodanidlösung vermischt. Es bildete sich rotbraunes Eisen(III)-rhodanid.



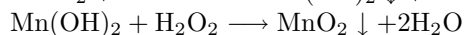
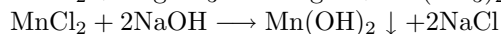
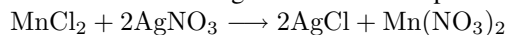
Analyse der ersten Probe (31)

Bei der zu analysierenden Probe handelte es sich um NaCl. Der Nachweis des Kations Natrium erfolgte durch einen Flammenfärbungstest, wobei sich die Flamme gelblich färbte. Der Nachweis des Chlorids erfolgte mit Silbernitrat.



Analyse der zweiten Probe (6)

Bei dieser Probe handelte es sich um Manganchlorid. Der Nachweis von Chlorid erfolgte wie oben, Mangan wurde mit Natronlauge und Wasserstoffperoxid nachgewiesen.



Quantitative Analyse

Einleitung

Ziel der quantitativen Analyse ist die Bestimmung der Konzentration eines gelösten Stoffes. Die Bestimmung beruht auf der Reaktion des gelösten Stoffes, deren Ende meist durch einen Indikator erkannt wird. Da die Konzentration des Reaktionspartners bekannt ist, kann über die verbrauchte Menge die Konzentration des zu bestimmenden Stoffes errechnet werden.

Drei Arten der Titration werden durchgeführt:

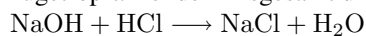
- Bei einer Säure-Base-Titration wird zu einer alkalischen (bzw. sauren) Lösung bis zum Äquivalenzpunkt mit einer Säure (bzw. Base) titriert.
- Bei einer Redoxtitration wird der gelöste Stoff mit dem zugetropften Titer reduziert bzw. oxidiert. Genutzt werden kann hier zum Beispiel die Farbänderung von Stoffen als Indikator.
- Stoffe die Metallionen komplexieren und stabile Chelatkomplexe bilden, können in der komplexometrischen Titration benutzt werden. Indikatoren sind hier Farbstoffe die ebenfalls Metallkationen komplexieren können.

Säure-Base-Titration

Konzentrationsbestimmung einer unbekanntes Natronlauge mit 0,1 N HCl-Maßlösung

Durchführung

Zunächst wurde 1g festes Natriumhydroxid in 250ml destilliertem Wasser gelöst und durch Schütteln gut gemischt. Von dieser Natronlauge wurden 20ml in einen Erlenmeyerkolben gefüllt und 3 Tropfen Methylrot als Indikator hinzugegeben. Die Bürette ist mit HCl-Maßlösung gespült und aufgefüllt worden. Bis zum Umschlagpunkt, an dem sich die leicht gelbliche Lösung schlagartig pink färbt, wurde nun HCl-Maßlösung zugetropft. Bei dem insgesamt dreimal durchgeführten Experiment fand folgende Reaktion statt:



Ergebnisse und Auswertung

1. Titration:	20,10 ml
2. Titration:	20,00 ml
3. Titration:	20,05 ml
Mittelwert:	20,05 ml

Berechnung der Konzentration

Am Äquivalenzpunkt gilt:

$$c(\text{NaOH}) = c(\text{OH}^-) = \frac{c(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl})}{V(\text{NaOH})} = 0,005 \cdot V(\text{HCl}) = 0,005 \cdot 20,05 = 0,10025 \frac{\text{mol}}{\text{l}}$$

Titration einer unbekanntes Schwefelsäure mit der hergestellten Natronlauge

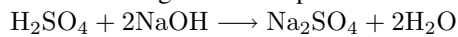
Einleitung

In diesem Versuch sollte die Menge (in mg) an SO_4^{2-} -Ionen in einer H_2SO_4 -Lösung bestimmt werden.

Durchführung

Der ausgegebene Messkolben mit unbekannter Schwefelsäure wurde bis zur Marke mit destilliertem Wasser aufgefüllt und gut durchmischt. In einen Erlenmeyerkolben wurden 20ml der Lösung sowie 20ml destilliertes Wasser und einige Tropfen Methylrot zugegeben. Die Bürette wurde mit der vorher bereiteten Natronlauge

gespült und aufgefüllt, danach solange zugetropft bis der Indikator von rot nach gelb umschlägt. Bei dem dreimal durchgeführten Experiment findet folgende Reaktion statt:



Ergebnisse und Auswertung

1. Titration:	4,2 ml
2. Titration:	4,15 ml
3. Titration:	4,1 ml
Mittelwert:	4,15 ml

Berechnung der Menge an SO_4^{2-}

Da H_2SO_4 eine zweiprotonige Säure ist, benötigt man bei gleicher Molarität der NaOH- und H_2SO_4 -Lösungen die doppelte Menge der Natronlauge. Dies spiegelt sich durch die Multiplikation mit dem Faktor $\frac{1}{2}$ wieder.

Am Äquivalenzpunkt gilt:

$$m(\text{SO}_4^{2-}) = \frac{1}{2} \cdot c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) \cdot M(\text{SO}_4^{2-})$$

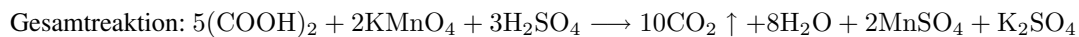
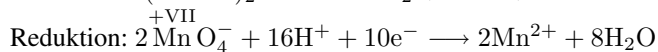
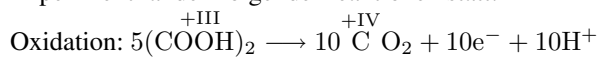
Da jedoch nur ein fünftel der Lösung titriert wurde muss noch mit dem Faktor fünf multipliziert werden.

$$m(\text{SO}_4^{2-}) = 2,5 \cdot 0,10025 \cdot 4,15 \cdot 96,1 \frac{\text{mol} \cdot \text{ml} \cdot \text{g}}{\text{l} \cdot \text{mol}} = 99,95 \text{mg}$$

Redox titration: Bestimmung des Titors einer 0,1 N Kaliumpermanganatlösung

Durchführung

20 ml einer 0,1 N Oxalsäuremaßlösung wurden in einen Erlenmeyerkolben überführt und mit der gleichen Menge destillierten Wassers verdünnt. Anschließend wurden 20 ml verdünnte Schwefelsäure dazugegeben. Die Lösung wurde auf etwa 80°C erhitzt. Die Bürette wurde mit der Kaliumpermanganatlösung aufgefüllt. Zunächst wurden bei der Titration die ersten Tropfen der Kaliumpermanganatlösung entfärbt. Die Titration endete als die Tropfen nicht mehr entfärbt wurden und die Lösung schwach rosa erscheint. Bei dem Experiment fanden folgende Reaktionen statt:



Ergebnisse und Auswertung

1. Titration:	20,0 ml
2. Titration:	20,0 ml
Mittelwert:	20,0 ml

Am Äquivalenzpunkt gilt:

$$n(\text{KMnO}_4) = \frac{n((\text{COOH})_2) \cdot V((\text{COOH})_2)}{V(\text{KMnO}_4)} = \frac{0,1 \cdot 0,02}{0,020} \text{mol} = 0,1 \text{mol}$$

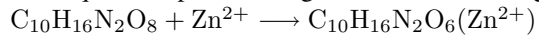
Komplexometrische Titration: Titration einer Zn^{2+} -Lösung mit EDTA-Maßlösung

Zu bestimmen war die Menge an Zn^{2+} in 100ml einer vorgegebenen Zn^{2+} -Lösung.

Durchführung

Die Zn^{2+} -Lösung wurde in einen Messkoben gegeben und mit destilliertem Wasser auf 100 ml aufgefüllt. 20 ml der erhaltenen Lösung wurden in einen Erlenmeyerkolben überführt und mit destilliertem Wasser auf 100 ml aufgefüllt. Zu dieser Lösung wurden nacheinander 2 ml einer 2M Salzsäure sowie 2 ml konzentrierte Ammoniaklösung gegeben. Wiederum wurde mit destilliertem Wasser auf 200 ml aufgefüllt und eine Spatelspitze Mischindikator dazugegeben.

Am Äquivalenzpunkt schlug die Farbe der Lösung von rot nach grün um, folgende Reaktion fand statt:



Ergebnisse und Auswertung

1. Titration:	3,25 ml
2. Titration:	3,30 ml
Mittelwert:	3,275 ml

Berechnung:

$$m(Zn^{2+}) = 5 \cdot c(EDTA) \cdot V(EDTA) \cdot M(Zn^{2+}) = 5 \cdot 0,1 \cdot 3,275 \cdot 65,4 \frac{\text{mol} \cdot \text{ml} \cdot \text{g}}{\text{l} \cdot \text{mol}} = 107,09 \text{mg}$$

Darstellung von Acetylacetonato-Komplexen, Acetylaceton als Chelatligand

2,4-Pentandion nimmt in einer Lösung meistens die Enolform ein. Das Salz dieser Form, das Enolat („ac“) bildet stabile Metallkomplexe mit vielen Metallionen.

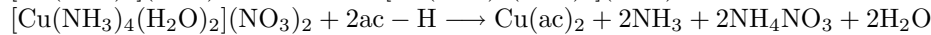
Darstellung von Bis(acetylacetonato)-kupfer(II)

In einer Becherglas wurden der Reihe nach folgende Stoffe gegeben:

- 1,2 g $(\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O})$ (4,97 mmol) - 10 ml destilliertes Wasser - 1,8 ml wässrige konzentrierte Ammoniaklösung tropfenweise (Lösung färbte sich tiefblau) - 1,2 g Acetylaceton (11,99 mmol)

Die Lösung wurde noch 20 Minuten gerührt und das blaue, schwerlösliche Produkt wurde mit einem Hirschtrichter abgesaugt und mit Wasser und 5 ml Ethanol gewaschen. Die Kristalle wurden an der Luft getrocknet.

Bei der Herstellung liefen folgende Reaktionen ab:



Ergebnisse und Auswertung

$$M(\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}) = 63,546 + 2 \cdot 14,0067 + 9 \cdot 15,9994 + 6 \cdot 1,0079 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 241,6014 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$M(\text{ac}) = M(\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2) = 5 \cdot 12,011 + 7 \cdot 1,0079 + 2 \cdot 15,9994 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 99,0983 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$M(\text{Cu}(\text{ac})_2) = 63,546 + 2 \cdot 99,0983 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 261,7426 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

Theoretische Ausbeute

$$n(\text{ac}) = \frac{1,2\text{g}}{99,0983 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 12,11\text{mmol}$$

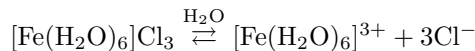
$$n(\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}) = \frac{1,2\text{g}}{241,6014 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 4,97\text{mmol}$$

Die Produktionsmenge wird als durch die gegebene Menge an $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ limiert, die theoretische Ausbeute beträgt somit $4,97\text{mmol} \cdot 261,7426 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 1,3\text{g}$.

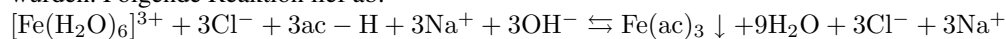
Die tatsächliche Ausbeute betrug mit 1,0 g somit 77%.

Darstellung von Tris(acetylacetonato)-eisen(III)

In 8 ml destilliertem Wasser wurden zunächst 1,4 g (5,179 mmol) $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ gelöst.



Zu dieser Lösung wurde 1,6 g (15,983 mmol) Acetylaceton gegeben. Innerhalb von 15 min wurden nun 3,5 ml einer 5M Natronlauge unter Rühren dazugetropft. Nach kurzer Zeit entstanden rote Kristalle welche nach weiteren 30 Minuten auf dem Magnetrührer mit einem Hirschtrichter abgesaugt und an der Luft getrocknet wurden. Folgende Reaktion lief ab:



Ergebnisse und Auswertung

$$M(\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 55,847 + 3 \cdot 35,453 + 6 \cdot 15,999 + 12 \cdot 1,0079 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 270,2948 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$M(\text{Fe}(\text{ac})_3) = 55,847 + 3 \cdot 99,0983 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 353,1419 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

Theoretische Ausbeute

$$n(\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = \frac{1,4\text{g}}{270,2948 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 5,18\text{mmol}$$

$$n(\text{ac}) = \frac{1,6\text{g}}{99,0983 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 16,146\text{mmol}$$

Die Produktionsmenge wird als durch die gegebene Menge an $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ limiert, die theoretische Ausbeute beträgt somit $5,18\text{mmol} \cdot 353,1419 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 1,8\text{g}$.

Die tatsächliche Ausbeute betrug mit 1,5 g somit 82%.

Darstellung von Estern

Einleitung

Ester (Kondensationsprodukte aus Säuren und Alkoholen) weisen im Gegensatz zu ihren Ausgangsstoffen lipophile Eigenschaften auf. Verwendung finden sie zum Beispiel als Duft- und Aromastoffe, sowie als Lösungs- und Extraktionsmittel.

Bei der H^+ -katalysierten Esterbildung wird versucht eine möglichst hohe Ausbeute zu erhalten. Dies geschieht unter Zuhilfenahme des Prinzips von Le Chatelier. Das Gleichgewicht der Reaktion wird durch einen Überschuss an Edukten oder das Entfernen von entstehendem Wasser auf die Produktseite verschoben.

Darstellung des Bananenesters

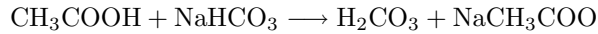
Durchführung

Zu einer Mischung aus Isopentylalkohol und Eisessig wurden 4 ml konzentrierte Schwefelsäure zugetropft. Mit 2-3 Siedesteinen wurde das Gemisch für circa eine Stunde unter Rückfluss in einem Rundkolben gekocht. Die abgekühlte Flüssigkeit wurde in einen Scheidetrichter gegeben und mit 55 ml kaltem Wasser vermischt. Der Kolben wurde mit 10 ml Wasser ausgespült und diese Lösung ebenfalls in den Trichter gegeben. Es erfolgte eine Phasentrennung und Verwerfung der unteren wässrigen Phase. Der andere Teil wurde zweimal mit je 30 ml einer fünfprozentigen Natriumhydrogencarbonatlösung gewaschen um die Essigsäure zu entfernen. Die wässrige Phase ist nun erneut abgetrennt worden und nachdem sie alkalisch reagierte wurde der verbliebene Ester mit Magnesiumsulfat getrocknet. Nach einer Filterung des Esters erfolgte die Destillation. Das erhaltene Destillat mit einer Siedetemperatur von $134-141^{\circ}C$ war der Bananenester.

Reaktionsmechanismus

Bei der Veresterung handelte es sich um eine nucleophile Substitution, die durch konzentrierte Schwefelsäure katalysiert wurde.

Neutralisation der Essigsäure mit Natriumhydrogencarbonat



Ergebnisse und Auswertung

Mit 0,166 mol Isoamylalkohol ist die maximale Ausbeute vom benutzten Alkohol begrenzt.

Theoretische Ausbeute: $m = 0,166 \text{ mol} \cdot 130 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 21,58 \text{ g}$

Die praktische Ausbeute betrug jedoch nur 10,5 g, das heißt $n_{\text{prak}} = \frac{10,5 \text{ g}}{130 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 0,0808 \text{ mol}$. Die relative Ausbeute liegt somit bei 37,4%.

Darstellung von Aspirin

Durchführung

Zu 2g Salicylsäure wurden 5ml Essigsäureanhydrid und 5 Tropfen konzentrierter Schwefelsäure gegeben. Nach dem sich die Salicylsäure gelöst hatte, wurde das Gemisch etwa 10 Minuten in einem Wasserbad erhitzt. Beim Abkühlen bildeten sich Kristalle aus Acetylsalicylsäure zu denen nach 30 Minuten etwa 50ml Wasser gegeben wurde. In einem Eisbad wurde die Auskristallisation beendet. Nach dem Absaugen mit einem Büchnertrichter und einer Saugflasche und dreimaligem Waschen mit 10ml Wasser, wurde eine geringe Menge des Produktes zur Seite gelegt und der Rest mit 25ml gesättigter Natriumhydrogencarbonatlösung gelöst. Nach abgeschlossener Gasentwicklung wurde erneut abgesaugt und mit 10ml Wasser gewaschen. Eine Mischung aus dem erhaltenen Filtrat, 10ml Wasser und 3ml konzentrierter Salzsäure wurde im Eisbad gekühlt und nach vollständiger Auskristallisation abgesaugt und mit eiskaltem Wasser gewaschen. Nach dem Trocknen der Aspirin-Kristalle wurde die Ausbeute bestimmt, sowie die Stoffe Phenol, Salicylsäure, das Aspirinrohprodukt und gereinigtes Aspirin auf freie phenolische OH-Gruppen untersucht. Der Nachweis wurde mit einer Eisen(III)chloridlösung geführt.

Reaktionsmechanismus

Ergebnisse und Auswertung

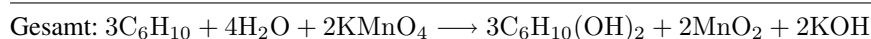
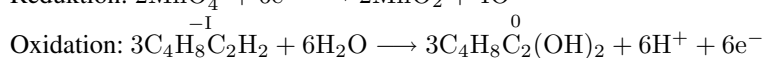
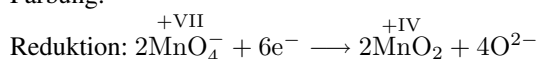
Die theoretische Ausbeute beträgt $m = 0,015 \text{ mol} \cdot 180,2 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 2,7 \text{ g}$. Die praktisch erhaltene Menge betrug $1,4 \text{ g}$, dies entspricht einer Stoffmenge von $n_{\text{prak}} = \frac{1,4 \text{ g}}{180,2 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 7,770 \text{ mmol}$. Die relative Ausbeute beträgt 52% .

Der Test auf freie phenolische OH-Gruppen brachte für Phenol und die Salicylsäure eine violette Färbung, das Aspirinrohprodukt und das gereinigte Aspirin färbten sich schwach gelblich. Der Nachweise zeigte also dass sowohl im gereinigten Produkt, als auch im Rohprodukt keine freien phenolischen OH-Gruppen enthalten sind.

Reagenzglasversuche V1 - V6

Oxidation eines ungesättigten Kohlenwasserstoffs (Cyclohexen) mit KMnO_4

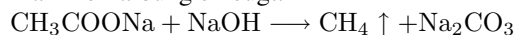
2ml H_2O werden mit einem Tropfen Cyclohexen und drei Tropfen Kaliumpermanganatlösung versetzt. Beim Schütteln der Lösung veränderte sich die violette Farbe des Kaliumpermanganats zu einer braunen Färbung.



Darstellung von Methan

1g wasserfreies Natriumacetat wurde zusammen mit 1g Natronlauge in ein Reagenzglas gegeben welches danach mit einem durchbohrten Stopfen verschlossen wurde. In die Bohrung wurde eine Pasteurpipette gesteckt und das Reagenzglas mit dem Bunsenbrenner erhitzt.

Nach kurzer Zeit entstand ein entzündliches Gas welches beim Abbrennen am Ende der Pipette eine gelbe Flammenfärbung erzeugt.



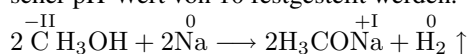
Darstellung von Ethen (Acetylen)

In ein mit 2ml H_2O gefülltes Reagenzglas wurde ein Stück Calciumcarbid gegeben. Das Reagenzglas wurde mit einem Stopfen verschlossen in welchem eine Pasteurpipette steckte. Auch hierbei entstand ein entzündbares Gas.



Reaktion von Methanol mit Natrium

In ein Reagenzglas wurden 3ml Methanol und etwas Natrium gegeben. Es entwickelte sich H_2 . Nachdem die Gasentwicklung war wurde die Lösung mit 2ml Wasser verdünnt. In der Lösung konnte nun ein basischer pH-Wert von 10 festgestellt werden.



Phenol Versuch 1

In ein Reagenzglas wurden 2ml Wasser, ein Tropfen verdünnte Natronlauge und ein Tropfen Phenolphthaleinlösung gegeben. Die zunächst rote Lösung verliert ihre Farbe nach Zugabe von Phenol, welches als Säure neutralisierend wirkt.

Phenol Versuch 2

Zu einer Spatelspitze Phenol wurden drei Tropfen verdünnte Natronlauge gegeben. Bei Zutropfen von konzentrierter Salzsäure schied sich Phenol ab.

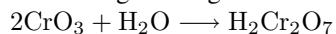
Oxidation von primären, sekundären und tertiären Alkoholen

Primäre und sekundäre Alkohole sind oxidierbar, als Produkte entstehen Aldehyde beziehungsweise Ketone. Da tertiäre Alkohole bereits die maximale Oxidationsstufe erreicht haben, lassen sie sich nicht oxidieren. In drei Reagenzgläser wurden je 2-3 Tropfen Ethanol, Isopropanol und tertiäres Butanol mit Chromatlösung gegeben. Die Reagenzgläser wurden nun erhitzt.

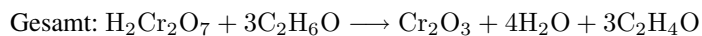
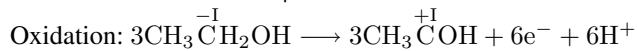
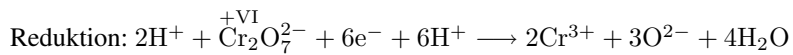
Ergebnisse und Auswertung

- aus dem Reagenzglas mit Ethanol trat Acetaldehyd aus
- bei Isopropanol entstand Aceton
- es fand keine Reaktion mit tertiärem Butanol statt

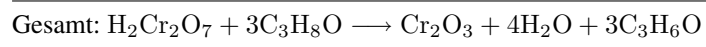
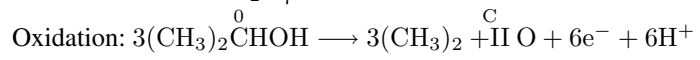
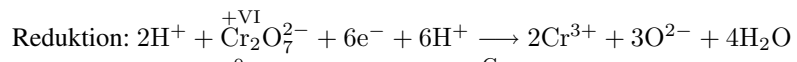
Reaktionsgleichung zur Herstellung von Chromatlösung aus Chromsäureanhydrid und Wasser



Ethan



Isopropanol



tertiäres Butanol

Herstellung von Indigo, Färben von Cellulose

Indigosynthese

Durchführung

0,5g eines 2-Nitrobenzaldehyds wurden in 5ml Aceton gelöst und 5ml Wasser dazugegeben. Nach Umrühren der Suspension wurde 2,5ml 1-molare Natronlauge dazugetropft, wodurch sich die Lösung blau verfärbte. Nach dem Ende der exothermen Reaktion wurde die Lösung noch 5 Minuten stehen gelassen und schließlich das Indigo durch Saugfiltration isoliert, sowie mit 10ml Wasser und 10ml Ethanol gewaschen.

Küpenfärbung

Einleitung

Bei der Verküpfung wird ein eigentlich wasserunlöslicher Farbstoff durch Reduktion in eine wasserlösliche Form umgewandelt, in die sogenannte Leukoform. Mit der erhaltenen alkalischen Lösung (Küpe) färbt man den Stoff. Durch Trocknen findet eine Oxidation mit der Luft statt, so sich das wieder die wasserlösliche Form des Farbstoffes bildet. Folgende Reaktion findet statt:

Durchführung

Das Indigo aus dem vorherigen Versuch wurde mit 10ml Wasser, drei Natriumhydroxidplättchen und einem Siedesteinchen zum Sieden erhitzt. Danach wurde Natriumdithionitlösung zugetropft, bis kein blauer Indigo mehr sichtbar war. Die Lösung wurde nun in einem Erlenmeyerkolben mit 100ml Wasser aufgefüllt und ein Baumwollstreifen mit der Lösung getränkt. Dieser leicht grünliche Streifen färbte sich mit dem Trocknen an der Luft allmählich wieder blau. Um überschüssige Farbe zu entfernen wurde nach dem Trocknen der Stoff noch mit Wasser ausgespült.

Isolierung von Lycopin aus Tomaten

Einleitung

Polyene mit konjugierenden Doppelbindungen ohne auxochrome Substituenten, können keine π -Elektronenstabilisierung ausbilden. Einfach- und Doppelbindungen gleichen sich daher nicht aus, die π -Elektronen sind im Grundzustand nicht delokalisiert. Solche Polyene kommen als Farbstoffe zum Beispiel in den Carotinoiden vor. Diese in der Natur am häufigsten vorkommenden Farbstoffe leiten sich von der Struktur des Isoprens ab. Sie finden unter anderem als Lebensmittelfarbstoffe Verwendung.

Bei der Isolierung von Lycopin aus Tomaten muss eine kleine Substanzmenge, mit Hilfe von organischen Lösungsmitteln, aus einer großen Menge anderer Substanzen getrennt werden.

Durchführung

70g Tomatenmark wurde mit 70ml Methanol verrührt, dieses Gemisch eine halbe Stunde gekühlt und danach filtriert. Das Filtrat wurde verworfen. Nach Zugabe von 100ml einer 1:1 Methanol/Dichlormethanolösung zum Rückstand, wurde 10 Minuten lang geschüttelt und die Lösung erneut saugfiltriert. Diese Schritte mit dem Zugabe der 1:1 Lösung und dem Filtrieren wurde noch einmal wiederholt. Die erhaltenen Filtrate wurden nun mit 200ml Wasser in einen Scheidetrichter gegeben und die wässrige Phase verworfen. Dieser Schritt wurde noch einmal wiederholt und schließlich die zurückgebliebene Phase mit Natriumsulfat getrocknet. Nach dem Entziehen des Lösungsmittels mit einem Rotationsverdampfer konnte die Lösung mit 4ml Toluol gelöst und mit 4ml siedendem Methanol versetzt werden. Es erfolgte eine Umkristallisation, nach einer Nacht im Kühlschrank wurde das Produkt saugfiltriert und der Schmelzpunkt des roten Rückstandes gemessen.

Ergebnisse und Auswertung

Eine Bestimmung der Ausbeute wurde nicht durchgeführt, was bei der geringen Menge mit der verwendeten Waage auch nicht sinnvoll war. Der bestimmte Schmelzpunkt lag bei etwa 170°C .

Reagenzglasversuche V7 - V10

Oxidation eines Aldehyds mit Cu^{2+}

Nach Herstellung von Fehlingscher Lösung aus Fehling I und Fehling II im Verhältnis 1:1, wurden zu 3ml der Fehlingschen Lösung etwa fünf Tropfen Formalin gegeben. Beim Erhitzen der Lösung zum Sieden fiel rotes Kupferoxid aus.

Oxidation eines Aldehyds mit Ag^+

Fünf Tropfen Silbernitratlösung wurden mit 1ml destilliertem Wasser und einem Tropfen NaOH vermischt. Zunächst wurde nun Ammoniak hinzugegeben, bis die Lösung klar wurde. Nach dem Hinzugeben eines Tropfens Benzaldehyds und Erwärmen der Lösung, schlägt sich elementares Silber an der Wand des Reagenzglases nieder.

Fehling-Reaktion mit verschiedenen Zuckern

Hier wird auf freie Aldehydgruppen getestet, die Reaktionen verlaufen ähnlich wie in den obigen Versuchen.

Glucose: Silberspiegel-Probe

5 Tropfen AgNO_3 -Lösung wurden zu 0,5ml Glucoselösung gegeben. Nach Zugabe von 1ml verdünnter Ammoniaklösung wurde langsam erwärmt, wobei sich ein Silberspiegel bildete.

Glucose: Reaktion mit Fehlingscher Lösung

3ml Fehlingscher Lösung wurden zu einigen Tropfen Glucoselösung gegeben und erwärmt. Es fiel rotes Kupferoxid aus.

Fructose: Reaktion mit Fehlingscher Lösung

3ml Fehlingsche Lösung wurden zu einigen Tropfen Fructoselösung gegeben und erwärmt. Es fiel rotes Kupferoxid aus.

Saccharose: Reaktion mit Fehlingscher Lösung

3ml Fehlingscher Lösung wurden zu 15 Tropfen Saccharoselösung gegeben und erwärmt. Es fiel kein Kupferoxid aus, weil Saccharose ein Halbacetal aus einem Fructose- und einem Glucosemolekül ist.

Saccharose: Reaktion mit Fehlingscher Lösung nach Spaltung durch HCl

Wurde die Saccharose zunächst mit 0,5ml HCl zum Sieden gebracht, so wurde sie in zwei Monosaccharide gespalten die mit der Fehlingschen Lösung reagieren konnten. Es fiel Kupferoxid aus.

Reaktion von Aldehyden und Ketonen mit Hydrazinderivaten

In diesen Versuchen ging es um die Anlagerung von Verbindungen an die Carbonylgruppe von Aldehyden bzw. Ketonen.

Anlagerung an die Carbonylgruppe eines Aldehyds

Eine wässrige Lösung von Phenylhydrazin-hydrochlorid wurde zu einer Lösung von Benzaldehyd und Ethanol gegeben. Es fiel ein farbloser Niederschlag aus.

Anlagerung an die Carbonylgruppe eines Ketons

Eine schwefelsaure Lösung von 2,4-Dinitrophenylhydrazin wurde zu einer Lösung von 2 Tropfen Aceton in wenig Wasser gegeben. Ein feinkristalliner Niederschlag schied sich ab.

Isolierung von Chlorophyll aus Spinat

In einer Reibeschale wurden 10g Spinat und 10ml Methanol verrieben und dann filtriert. Der Rückstand wurde mit 6ml Petrolether und 4ml Methanol erneut verrieben und filtriert, dieser Schritt 9ml Petrolether und 3ml Methanol wiederholt. In einem Scheidetrichter wurde die untere, methanolhaltige Phase abgetrennt. Zur anderen Phase wurde 10ml Wasser hinzugegeben und die wässrige Phase abgetrennt. Nach einer weiteren Wiederholung dieses Schrittes wurde die Petroletherphase mit einer Spatelspitze Natriumsulfat 15 Minuten lang getrocknet. Abschließend wurde das Natriumsulfat mit einem Hirschtrichter abgetrennt. Das Resultat war eine dunkelgrüne Flüssigkeit die am fünften Versuchstag verwendet wurde.

Chromatographische Trennung

Vorbereitung

Das untere Ende einer trockenen Säule wurde mit einem Wattestopfen verschlossen. Danach wurde eine ca. 1cm hohe Sandschicht in die Säule gefüllt. 20g Kieselgel wurden mit 60ml eines 4:1 Petrolether-Toluol-Gemisches verrührt und ebenfalls in die Säule gefüllt. Nach dem Einfüllen des Fließmittels und einer weiteren Sandschicht von 1cm wurde Fließmittel bis zur Oberfläche des Adsorptionsmittel abgelassen. 2,5ml des Spinatextraktes wurden mit einer Pastuerpipette in die Säule gegeben. Nun wurde solange Fließmittel abgelassen bis das Extrakt in der Säule eingezogen war.

Säulenchromatographie

Mit Fließmitteln steigender Polarität wurde die Eluation durchgeführt.

1. Petrolether-Toluol-Gemisch (4:1): Die gelbe Phase (Carotin) wurde eluiert.
2. Toluol-Aceton-Gemisch (4:1): Chlorophyll a und b wurden eluiert.

Kontrolle der Trennung

Das Ergebnis der Säulenchromatographie wurde mit einer Dünnschichtchromatographie überprüft, wobei neben dem Spinat-Extrakt auch je 3ml der gelben bzw. der grünen Fraktion auf die DC-Platte aufgetragen wurden. Als Laufmittel diente ein Cyclohexen-Essigester-Gemisch (1:1). Die Probe wurde bezüglich der Polarität in ihre Inhaltsstoffe aufgetrennt. Durch die Verwendung lipophiler Laufmittel wurden unpolare Inhaltsstoffe schneller durch die Säule transportiert als polare. Die gelbe Phase wanderte einheitlich mit der Lösungsmittelfront und trennte sich nicht auf. Die grüne Phase trennte sich in vier Banden, der Spinatextrakt in sechs.

Laufweg [cm]	rel. Laufweg	Vermutung
11,8	1,00	β -Carotin
10,8	0,92	Pheophytin a
5,9	0,50	Pheophytin b
5,0	0,42	Chlorophyll a
3,4	0,29	Chlorophyll b
2,7	0,23	Lutein

Die vermuteten Stoffe sind aufgrund ihrer Reihenfolge in der Laufweite aus der Literatur entnommen.

Versuch zur Chemilumineszenz

Einleitung

Chemilumineszenz werden Prozesse genannt, die chemische Energie in elektrische oder Schwingungsenergie von Molekülen umwandeln, welche diese unter Lichtemission wieder abgeben. Dabei wird eine Zwischenstufe in einem elektronisch angeregten Zustand gebildet. In der Technik findet das Prinzip zum Beispiel in einer Reaktion zwischen Oxylsäurediarylestern mit Peroxid bei Notbeleuchtungen Anwendung.

Anstatt eines synthetischen Stoffes wurde im Versuch eine Lösung aus Chlorophyll verwendet. Beim Zerfall von 1,2-Dioxetandion entstehen angeregte CO_2 -Moleküle, die das Chlorophyll ihrerseits anregen. Dann wird die aufgenommene Energie als Fluoreszenzlicht wieder abgegeben.

Durchführung

In einem Mörser wurden 5g grüne Blätter, 30ml Essigsäuremethylester, etwas Seesand und Calciumcarbonat verrieben, bis eine dunkelgrüne Lösung entstand. Die Blattreste wurden abfiltriert und das Filtrat in einen Rundkolben umgefüllt. Es wurden 0,5g Bis(2,4,6-trichlorphenyl)oxalat und 10ml zwanzigprozentiges Wasserstoffperoxid hinzugegeben. Zur Lösung von Sauerstoff musste der Kolben nun kräftig geschüttelt werden, bis ein schwaches rotoranges Leuchten eintrat.