

Chemiepraktikum Einführung

Hiwi-Aufgaben:

- Aufpassen, dass sich die Studenten nicht selbst umbringen
- Gerätebedienung zeigen
- Testate (notfalls werden unvorbereitete Studenten nach Hause geschickt, weil Gefährdung)

CTA-Aufgaben:

- Analyseproben ausgeben
- Kontrollieren der Ergebnisse

Allgemein:

- Wichtig ist das eigenständige Arbeiten!
- Simulation des späteren Berufsleben, wo man am Besten alles Selbstständig löst
- Wenn allerdings nicht lösbare Fragen auftauchen sollte gefragt werden, erst recht bei den Geräten!
- Beschriftet eure Laborplatzbestandteile! Sonst werden sie entwendet!
- Die ersten 35 Seiten des Skriptes enthalten viele wichtige Informationen!

Chemiepraktikum Einführung

1. Rechnen mit Lösungen!

Aufgabe:

a) Man soll 375ml 1 molare HCl-Lösung herstellen, man hat eine 3 molare Stammlösung

1. Ansatz: $c = n / V$;

$$1 \text{ mol/l} = n / 0,375 \text{ l}$$

$$\rightarrow n = 0,375 \text{ mol}$$

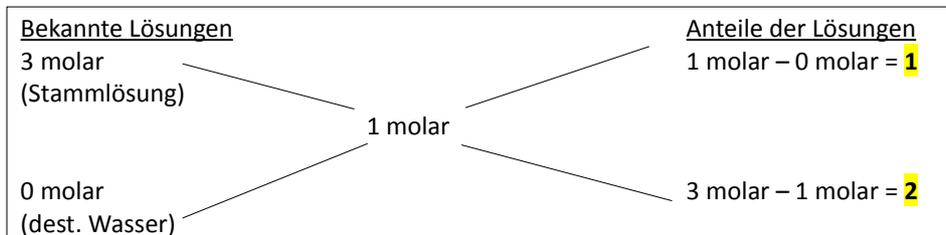
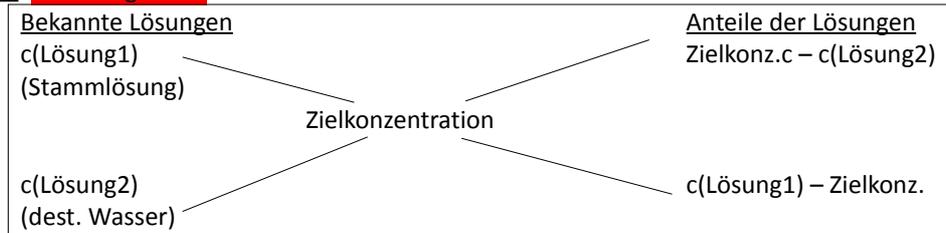
$$3 \text{ mol/l} = 0,375 \text{ mol} / V$$

$$V = 0,375 \text{ mol} / 3 \text{ mol/l}$$

$$\rightarrow 0,125 \text{ l}$$

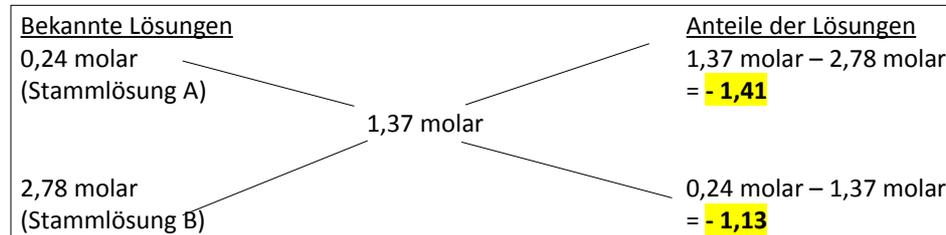
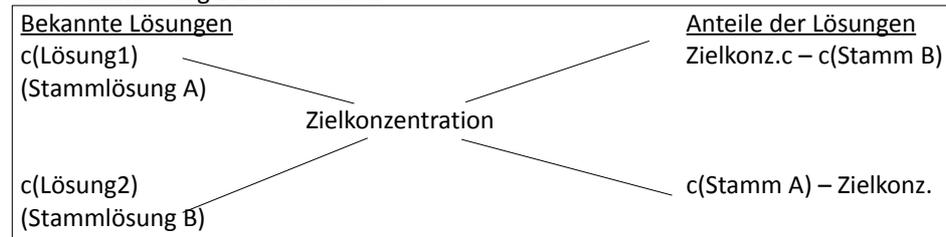
Man nimmt 125ml Stammlösung und füllt diese mit dest. H₂O auf 375ml auf!

2. Ansatz: Mischungskreuz



1 Anteil Stammlösung, **2** Anteile dest. Wasser

b) Man soll 863ml 1,37 molare HCl-Lösung herstellen, man eine 0,24 molare Stammlösung A und eine 2,78 molare Stammlösung B zum mischen



Beträge! **1,41** Anteil Stammlösung A, **1,13** Anteile der Stammlösung B

$$1,41 + 1,13 = 2,54$$

$$\text{Lsg A: } 1,41/2,54 * 863 \text{ ml} = 479,07 \text{ ml}$$

$$\text{Lsg B: } 1,13/2,54 * 863 \text{ ml} = 383,93 \text{ ml}$$

Verdünnungen erstellen:

Man hat eine 1molare Ausgangslösung und soll die auf eine 0,1molare Lösung verdünnen (1/10-Verdünnung, notfalls mit Mischungskreuz errechnen, s.o.)

- Man nimmt also **9** Anteile Lösungsmittel und **1** Anteil Ausgangslösung

Chemiepraktikum Einführung

Aufgabe: Man soll 100ml einer 10%igen NaCl-Lösung herstellen:

Die Dichte einer 10%igen NaCl-Lösung beträgt näherungsweise 1 g/cm^3

Man braucht also für 100ml 10%iger NaCl-Lösung 10g NaCl

1.1.2.2 Henderson-Hasselbalch (S.13)

$$\text{pH} = \text{pKs} + \lg \left(\frac{c(\text{A}^-)}{c(\text{HA})} \right)$$

- Puffer: Stoffgemisch, welches einen pH-Wert stabil halten kann, allerdings nur in einem spezifischen Bereich!
- Essigsäure-Acetat-Puffer z.B. bei pH 4,74 (+/- 1), Ammoniak-Ammonium-Puffer bei pH 9,25
 - also pKs +/- 1 !!!
 - Maximale Pufferkapazität also bei pH = pKs

Aufgabe:

a) Man soll 1 Liter Essigsäure-Acetat-Puffer mit einen pH Wert von 4,25 herstellen.

Man hat eine 1,5 molare Essigsäurelösung und Natriumacetat-Trihydrat in Pulverform.

$$\begin{aligned} 4,25 &= 4,74 + \lg \left(\frac{c(\text{A}^-)}{c(\text{HA})} \right) && | -4,74 \\ -0,49 &= \lg \left(\frac{c(\text{A}^-)}{c(\text{HA})} \right) && \rightarrow \text{Log.Gesetze!} \\ -0,49 &= \lg \left(\frac{c(\text{A}^-)}{c(\text{HA})} \right) && | + \lg \left(\frac{c(\text{HA})}{c(\text{A}^-)} \right) \\ -0,314 &= \lg \left(\frac{c(\text{A}^-)}{c(\text{HA})} \right) && | * 10^x \\ 10^{-0,314} &= \frac{c(\text{A}^-)}{c(\text{HA})} && \\ &\rightarrow 0,485 \text{ mol/l} = \frac{c(\text{A}^-)}{c(\text{HA})} \end{aligned}$$

Auswiegen:

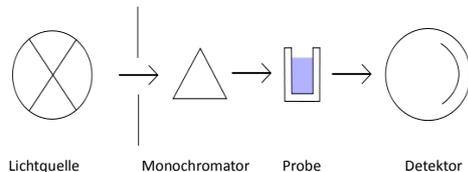
$$n = \frac{m}{M}$$

$M_{\text{NaAc-Trihydrat}}$: 136 g/mol (Na=23g/mol ; Ac=59g/mol ; 3xH₂O=54g/mol)

$$0,485 \text{ mol} = \frac{m}{136 \text{ g/mol}}$$

$$65,96 \text{ g} = m$$

1.1.2.3 Fotometer (S.15)



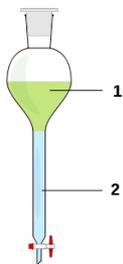
Prisma: Blaues Licht wird stärker gebrochen, als rotes Licht, daher Aufspaltung! (Monochromator)

1.1.4.1 Umkristallisieren (S.18)

Man hat Produkt und will dieses aufreinigen:

- Man löst den Stoff in einem geeigneten Lösungsmittel und sättigt diese Lösung (erhitzen, den Restsatz abfiltrieren!)
- Beim Abkühlen der gesättigten Lösung kristallisiert der (in der Regel) reinere Stoff aus

1.1.5.1 Scheidetrichter (S.23)

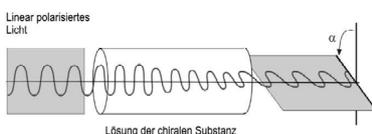


- 1: Obere Phase, häufig organische Lösungsmittel (niedrigere Dichte)
- 2: Untere Phase, häufig wässrige Lösung

Aufpassen!

- Vor dem Befüllen den Hahn schließen
- Beim Schütteln den Stopfen festhalten und Gas ablassen nicht vergessen!
- Beim Ablassen der unteren Phase den Stopfen oben öffnen

1.1.6.1 Polarimeter (S.25)



- Licht wird polarisiert!
- Ist eine Probe optisch Aktiv, so ändert sich der Drehwinkel des pol. Lichtes
- Chirale Zentren!

Bild aus dem Skript! (www.lci.uni-hannover.de)

Chemiepraktikum Einführung

Die Spezifische Drehung $[\alpha]_{\lambda}^T$ einer Substanz ist eine Stoffkonstante! (T=Temperatur; $\lambda=589,3\text{nm}$ Natriumlampe)

$$[\alpha]_{589,3}^{20} = [\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha \times 100}{l \times c} \left[\frac{\text{mL}}{\text{dm g}} \right]$$

l = Länge in dm(!)

c = Konzentration der Probe in g/100ml(!)

Aufgabe:

Ihr habt eine Saccharose-Lösung mit unbekannter Konzentration. Der normale spezifische Drehwinkel von Saccharose ist $66,5^\circ$. Ihr messt bei 20° und einer Tubuslänge von 20cm mit einer Natriumlampe einen Drehwinkel von $11,7^\circ$. Welche Konzentration hat die Lösung?

$$66,5^\circ = (11,7^\circ \cdot 100) / 2 \cdot c$$

$$c = 8,8\text{g}/100\text{ml}$$

1.1.7 Chromatografie allgemein (S.28)

- Es gibt eine mobile- und eine stationäre Phase
- Die mobile- und stationäre Phase weisen unterschiedliche chemische Eigenschaften auf (polar und unpolar als Beispiel)
- Das Stoffgemisch besteht aus verschiedenen Stoffen, die unterschiedliche chemische Eigenschaften aufweisen
- Je nach Eigenschaft hält sich ein Stoff aus dem Stoffgemisch unterschiedlich lange in der mobilen- bzw. stationären Phase auf → Die Stoffe aus dem Stoffgemisch laufen also unterschiedlich weit!
 - Bsp: Eine polare stationäre Phase und eine unpolare mobile Phase. Ein unpolarer Stoff würde weiter laufen als ein polarer Stoff!

1.1.7.1 Dünnschichtchromatografie (S.28)

- Beim Auftragen des Substanzgemisches auf eine DC-Platte sollte darauf geachtet werden, dass es besser ist, wenn man oft kleine Tropfen aufträgt, als wenn man nur wenige große Tropfen aufträgt
- Die DC-Platte (bzw. die stationäre Phase) sollte möglichst nicht beschädigt werden!
- Die DC-Kammer sollte mit Laufmittel gesättigt sein
- Am Ende der DC sollte die Lauffront mit einem Bleistift markiert werden, damit die Rf-Werte errechnet werden können
- Ergebnis umgehend abmalen bzw. fotografieren, weil die Banden nach einiger Zeit verschwinden können

1.2 Prinzipielles (S.34)

- In die Vorprotokolle sollten die errechneten Stoffmengen schon vorhanden sein!
- Bei Analysen von Proben sollte man Mehrfachbestimmungen tätigen und diese mitteln, damit das Ergebnis präziser wird!
- Millimeterpapier, Lineal und Bleistift am Besten immer dabei haben

1.3 Praktische Versuche (S.36)

1.3.1.2 Natriumthiosulfat-Lösung

Stärkenachweis:

Stärke besteht aus den Komponenten Amylose und Amylopektin. Amylose ist eine lange Kette, die eine Helixform annimmt. Amylopektin hingegen ist eine Kette mit ganz vielen Verzweigungen, so dass keine Helikale Anordnung ausbilden kann. Stärke kann nun mit I_2 nachgewiesen werden, denn die Iod-Moleküle setzen sich in die Helix der Amylose und bilden einen blauen Komplex.

1.3.2.1 Säure-Base-Titration

Phenolphthalein als Indikator

Die Strukturen des Phenolphthaleins

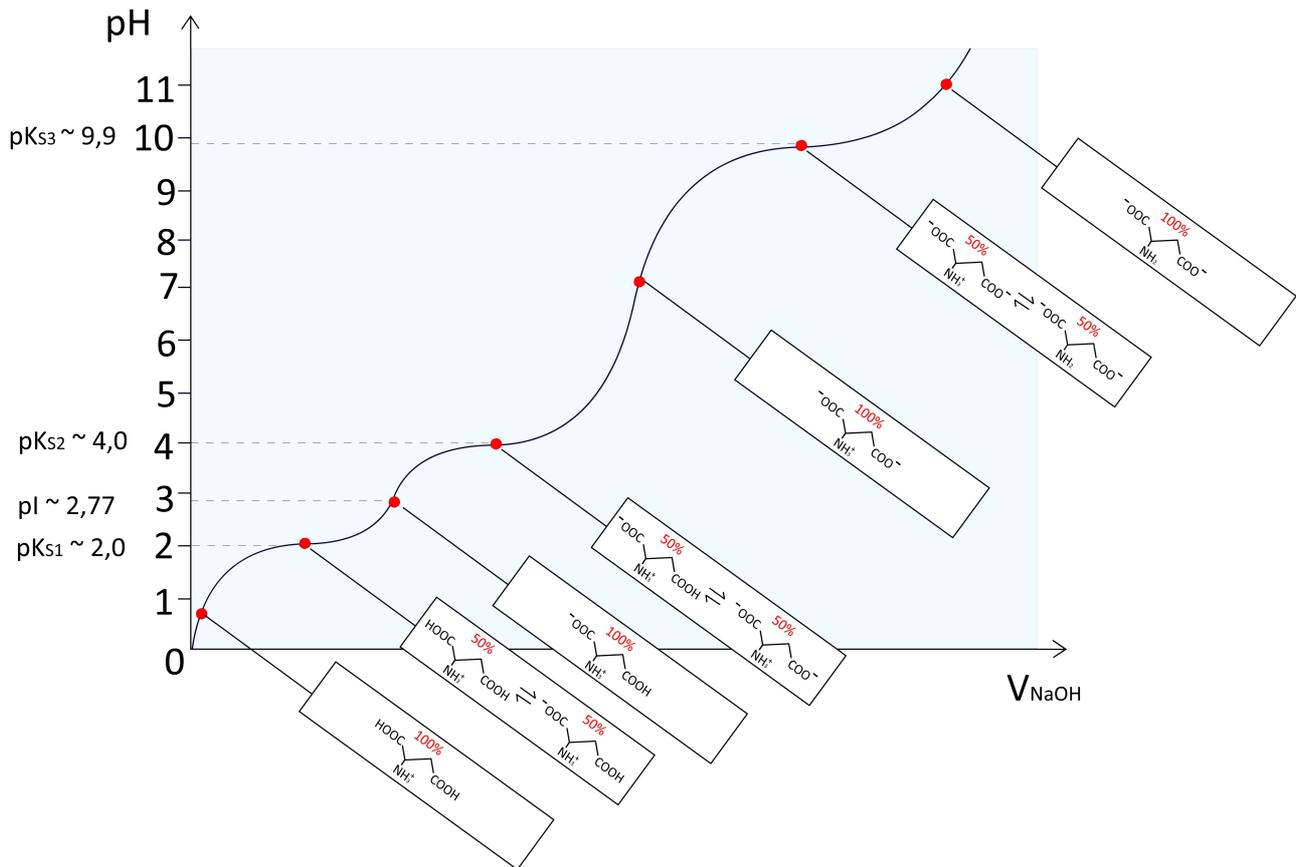
Spezies	H_3In^+	H_2In	In^{2-}	$\text{In}(\text{OH})^{3-}$
Struktur				
pH	< 0	0–8,2	8,2–12,0	> 12,0
Farbe	rot	farblos	pink	farblos

Säuren-Basen-Definition nach Brønsted:

- 1) Säure: Protonendonator
- 2) Basen: Protonenakzeptor

(Bild: www.wikipedia.org/wiki/Phenolphthalein)

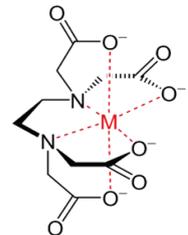
Säure-Base-Titration Beispiel:



1.3.3.1 Komplextometrische Magnesiumbestimmung mit EDTA

EDTA (Ethylendiamintetraessigsäure) bindet zweiwertige Ionen wie z.B. Magnesium-Ionen (Mg^{2+})

Beispiel aus dem Molekular biologischen Labor: DNasen z.B. benötigen zweiwertige Ionen für die Hydrolyse von DNA, so dass EDTA die DNasen inhibiert.



1.3.3.2 Komplextometrische Sulfatbestimmung

Ionenaustauscher: Der Ionenaustauscher ersetzt Ionen durch andere Ionen mit gleicher Ladung. Die Formen von Ionenaustauschern sind sehr vielfältig. In Geschirrspülern gibt es z.B. Ionenaustauscher, die in Wasser gelöstes Calcium gegen zwei Natriumionen austauschen, um so das Wasser zu enthärten.

Das Prinzip eines Ionenaustauscher ist, dass Ionen mit kleinen Radius und hoher Ladung die Ionen mit höheren Radius und kleinerer Ladung verdrängen. Um ein gewünschtes Ion aus einer Lösung zu bekommen muss also ein passendes Gegenion finden. Hinzu sind wichtige Einflüsse der pH-Wert und die Stoffkonzentrationen!

2.1.1 Aminosäuren/Proteine

Es gibt ~20 proteinogene Aminosäuren (unterschiedliche Angaben, je nach Quelle). Die wichtigsten sind unterteilbar in ihre chemischen Eigenschaften:

- unpolar:
Alanin, Valin, Leucin, Isoleucin, Prolin, Methionin, Phenylalanin (A), Tryptophan (A)
- polar:
Glycin, Serin, Threonin, Cystein, Asparagin, Glutamin, Tyrosin (A)
- polar, sauer:
Asparaginsäure, Glutaminsäure
- polar, basisch:
Lysin, Arginin, Hystidin (A)

(A) = Aromatisch

Die Strukturen (+allgemeine Aminosäureformel) sollten sich angeguckt werden! Ein Ausdruck aller Aminosäuren im Laborjournal kann hilfreich sein.

2.1.1.1 Autoxidation von Cystein in Gegenwart von Eisen-(III)-Chlorid

Die Struktur von Proteinen ist recht instabil und kann durch kleine Änderungen in der Umwelt reversibel/irreversibel verändert werden (Temperatur, pH-Wert, Lösungsmittel). Wichtige Kräfte, die Proteinstruktur stabilisieren sind die hydrophoben Wechselwirkungen und kovalente Brücken. Eine wichtige kovalente Brücke ist die Cystin-Brücke!

2.1.1.2 Nachweis von Aminosäuren mit Ninhydrin

- Es sollte sich im OC-Skript F.83 angeguckt werden! Wie reagiert ein prim. Amin mit einem Carbonyl.
- Außerdem sollte sich die Hydrolyse von Iminen angeschaut werden!
- Aus den beiden Vorpunkten soll der Ninhydrinmechanismus geformt werden.

2.1.3 Natürliche Farbstoffe

- Was sind Farbstoffe, bzw. was sind ihre Eigenschaften?
- Was ist sind Prothorine?
- Was sind Chlorophylle und Carotinoide?

2.1.4 Lipide

- Wie sind Lipide aufgebaut? Welche verschiedenen Arten gibt es?
- Was bedeutet gesättigt und ungesättigt? Was bedeutet „Omega-3“?

Wichtige Fettsäuren:

- gesättigt:
Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Stearinsäure, Archinsäure
- einfach ungesättigt:
Ölsäure, Elaidinsäure
- mehrfach ungesättigte Fettsäuren:
Linolsäure, Linolensäure, Archidonsäure

2.1.4.3 Bestimmung der Iodzahl

Die Reaktivität von Halogenen und Halogeniden:

Flour verdrängt Chlor aus seiner Verbindung! Als Beispiel:

Wenn man Flour zu Natriumchlorid gibt entsteht Natriumflourid und Chlor!

- Halogene (7.Hauptgruppe) verdrängen nur andere Halogene, die im PSE unter ihnen stehen!
- Flour verdrängt Chlor, Brom und Iod
- Chlor verdrängt Brom und Iod ...usw

2.2 Synthesen!

Wenn ihr eine Synthese zugeordnet bekommt, solltet ihr sorgfältig in Lehrbüchern recherchieren und das Skript für diesen Versuch durcharbeiten!

Wenn die Synthese nicht funktioniert hat bei der TA nach häufig gemachten Fehlern oder Tipps fragen und zusätzlich im Internet/Lehrbüchern auf Fehler-/Tippsuche gehen. Hilfreich sind diverse Chemiforen.

Nachdenken und die Flinte nicht gleich ins Korn werfen hilft auch oft! ;-)