

Versuchsanleitung

für das Praktikum:

Chemie für
Verfahrenstechniker II

62-084.8 Praktikum in Chemie für Verfahrenstechniker II
Lehrende: Dr. Felix Scheliga; Prof. Dr. Patrick Théato

Stand Mai 2012

Das Praktikum der Organischen Chemie findet im Department Chemie der Universität Hamburg im Institut für Technische und Makromolekulare Chemie (TMC) statt:

Institut für TMC, Bundesstraße 45, 20146 Hamburg

Praktikumsleitung:

Saskia Scheel,

Raum TMC-C317

Tel.: 040/42838-6063

Wissenschaftliche Betreuung:

Saskia Scheel TMC-C317 (6063), Philipp Schattling TMC-A203 (6003), Denis Seuyep TMC-A203 (6003),

Sicherheitsbelehrung:

Die Sicherheitsregeln dienen der eigenen Sicherheit und der Sicherheit der im Labor anwesenden Personen. Sie sind daher **strikt** einzuhalten. Die Kenntnisnahme des Inhaltes der in der Vorbesprechung ausgegebenen Sicherheitsbroschüre der Gesellschaft Deutscher Chemiker ist vor dem Beginn des Praktikums per Unterschrift zu bestätigen. Im Labor ist es **strengstens** verboten zu essen, zu trinken oder zu rauchen. Rauchen ist im gesamten Gebäude verboten. Im Labor ist das Tragen von langen Hosen (Baumwolle) und geschlossenem Schuhwerk Pflicht (**keine** hochhackigen Schuhe, Stiefel etc. keine Flip-Flops!!). Zwingend vorgeschrieben ist das Tragen einer Schutzbrille sowie eines Laborschutzmantels aus Baumwolle (**keine Synthetik; beides wird nicht zur Verfügung gestellt**, ist also vom Praktikanten selbst mitzubringen) im Labor. Empfohlen wird der Gebrauch von Schutzhandschuhen.

Zur Versuchsvorbereitung gehört das gründliche Durchlesen der Vorschriften. Außerdem sollen Überlegungen über mögliche Gefahrenquellen bei der Durchführung und über die Abfallbeseitigung vor den Versuch angestellt werden. Reaktionen bei denen giftige, übelriechende und leicht brennbare Gase bzw. Dämpfe entstehen, müssen im Abzug durchgeführt werden. Im Zweifelsfall immer Rücksprache mit den Assistenten halten.

Vor dem jeweiligen Versuchsbeginn werden die Kenntnisse der Sicherheitsregeln und des Versuchs (inklusive Durchführung, Mechanismus, Besonderheiten) in Form eines Kolloqs überprüft.

Allgemeine Hinweise zur Versuchsdurchführung:

Es ist ein Laborjournal zu führen. Die H- und P-Sätze aller verwendeten Chemikalien und aller entstehenden (Zwischen-)Produkte müssen **vor** Versuchsbeginn für den Versuch einzeln im Laborjournal ausführlich ausgeschrieben werden. Zusätzlich sollte **vor** dem Versuch überlegt werden, was bei unbeabsichtigter Freisetzung der Chemikalien zu beachten ist und wie die jeweilige Entsorgung der Chemikalien erfolgen sollte.

Der Versuchsaufbau ist **immer** entsprechend der Darstellung im Skript weitestgehend eigenständig vorzunehmen. Bei Problemen oder Unklarheiten rechtzeitig an den Assistenten wenden. Alle Versuche werden **im Abzug** aufgebaut.

Vor jedem Versuch (also auch vor dem Einfüllen der Chemikalien) ist die Apparatur vom Assistenten abzunehmen. Das impliziert auch die Inbetriebnahme der elektrischen Geräte. Bei der Abnahme werden die Kenntnisse der Versuchsvorschrift und sicherheitsrelevante Informationen über den Versuch abgefragt. Jedes Gruppenmitglied muss Kenntnis über Versuchsaufbau und Gefahrenquellen haben.

Offene Gefäße, die Chemikalien enthalten, sind immer (z.B. beim Transport zur/von der Waage etc.) mit Alufolie abzudecken. Des Weiteren ist jedes Gebinde zu beschriften (Chemikalie, Gruppennummer, Gefahrensymbol).

Nach den jeweiligen Versuchen muss das hergestellte Präparat in Form des Abgabzettels vom Assistenten testiert werden.

Verspätungen und Abwesenheit

Bei der ersten Verspätung wird eine Strafarbeit ausgegeben. Die Strafarbeit ist am nächsten Praktikumstag vorzulegen. Bei der zweiten Verspätung kann das Praktikum nicht mehr erfolgreich abgeschlossen werden. Als Verspätung gilt ein Erscheinen 10 min nach Praktikumsbeginn.

Bei einem (krankheitsbedingten) Fehltag (ärztliches Attest muss binnen 3 Tagen vorgelegt werden) müssen die entsprechenden Versuche zum nächstmöglichen Praktikumstermin nachgeholt werden (eventuell erst im nächsten Kurs). Nicht attestierte Abwesenheit führt zum Ausschluss aus dem Praktikum.

Bei Krankheit oder sonstiger Abwesenheit (z.B. Klausur) muss eine rechtzeitige Abmeldung erfolgen, spätestens am selben Tag!

Fristen, Termine, Schein und Protokollabgabe

Das Protokoll muss nach der Zweitabgabe testierbar sein. Wenn das Protokoll bei der Zweitabgabe nicht in Ordnung ist, kann das Praktikum **von der ganzen Gruppe** nicht erfolgreich abgeschlossen werden. Jedes Mitglied der Gruppe ist für jedes der abgegebenen Protokolle verantwortlich. Die Termine sind unbedingt einzuhalten. Bis Praktikumsende müssen alle Unterschriften gesammelt worden sein. Der vollständig ausgefüllte Laufzettel und die Protokolle in digitaler Form sind bei Philipp Schattling abzugeben; Raum TMC-A203 (6003).

Es gilt während der Versuchstage Anwesenheitspflicht von 9.00 – 18.00 Uhr. Ein detaillierter Zeitplan inkl. der einzuhaltenden Fristen wird nach der Sicherheitsbelehrung ausgegeben.

Erste Protokollabgabe ist eine Woche nach Praktikumsende, Korrektur der Protokolle durch den Assistenten innerhalb einer Woche, dann eine Woche für Korrektur und Zweitabgabe!! Diese Fristen müssen eingehalten werden, andernfalls gilt das Praktikum für die gesamte Gruppe als nicht bestanden!

Musterprotokoll:

Es wird dringend empfohlen sich an die Form des Musterprotokolls zu halten, weil ein Protokoll, welches mehrere formale Fehler aufweist (dazu zählt auch die Rechtschreibung!), vom Assistenten ohne Prüfung auf den Inhalt an die Praktikanten zur Korrektur zurückgegeben werden kann. Dies gilt dann nicht als Abgabe bezüglich der Fristen.

Protokollabgabe:

Jeder Assistent korrigiert jeweils einen Versuch. Die Protokolle der jeweiligen Versuche sind beim zuständigen Assistenten abzugeben (nicht per E-Mail schicken).

Versuchsnummer	Versuch	Korrektur durch den Assistenten
1	Synthese von Aspirin	Philipp Schattling
2	Synthese von Nylon	Saskia Scheel
3	Verseifung von Benzoessäureethylester	Denis Seuyep

4	Synthese von $\alpha(\lambda)$ -Bis(4-ethoxycarbonylphenoxy)alkanen	Philipp Schattling
5	Synthese von 1,5-Diphenyl-1,4-pentadien-3-on	Saskia Scheel
6	Synthese von 3,9-Diphenyl-2,4,8,10-tetraoxaspiro(5.5)undecan	Denis Seuyep

Literaturempfehlung:

Autorenkollektiv – Organikum

Clayden – Organic Chemistry

Vollhardt - Organische Chemie

Beyer, Walter - Lehrbuch der Organischen Chemie

<http://www.sigmaaldrich.com/germany.html>

<http://www.merck-chemicals.de/>

Es werden keine Literaturangaben aus dem Internet akzeptiert. Ausgenommen sind die H- und P-Sätze. Wikipedia wird **nicht** als Quellenangabe akzeptiert. Der Mechanismus muss mit Literaturquellen belegt werden.

Zeichenprogramme für chemische Strukturen

ChemDraw

ChemSketch (kostenlos)

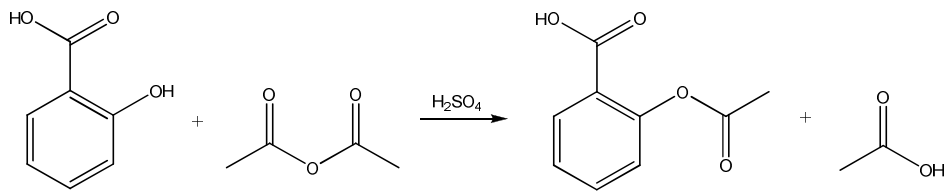
Symix Draw (kostenlos)

Beschädigte und fehlende Glasgeräte

Beschädigte und fehlende Glasgeräte müssen innerhalb der Frist von der Gruppe ersetzt werden. Ansonsten gilt das Praktikum als nicht bestanden.

Die Glasgeräte können mittwochs zwischen 12-13 Uhr im Seminarraum 325 der Organischen Chemie (Martin-Luther-King-Platz 6) erhalten werden.

Versuch 1: Darstellung von Aspirin



Geräte:

100 mL Einhalskolben
Magnetrührer
Magnetrührstäbchen
Rückflusskühler
Ölbad
Kontaktthermometer
Laborboy
Calciumchloridrohr

Chemikalien

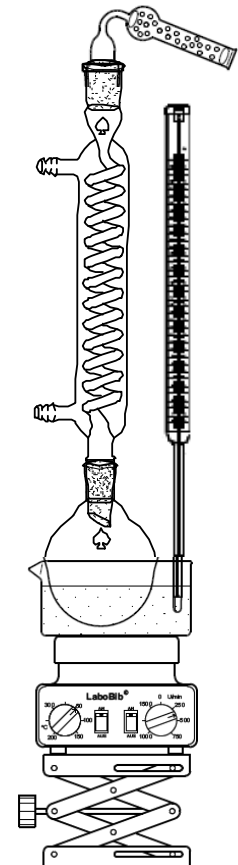
10 g 2-Hydroxybenzoesäure
30 mL Essigsäureanhydrid
konz. Schwefelsäure
Eis

Versuchsdurchführung:

Es werden 10 g 2-Hydroxybenzoesäure in einem 100 mL Einhalskolben eingewogen. Danach werden 30 mL Essigsäureanhydrid in einem Messzylinder abgemessen und mit der 2-Hydroxybenzoesäure im Einhalskolben vermischt.

Diese Lösung wird **vorsichtig** mit sechs Tropfen konzentrierter Schwefelsäure versetzt. Es findet eine exotherme Reaktion statt. Der gefettete Schliff des Rückflusskühlers befindet sich auf dem Einhalskolben und wird durch eine Stativklemme gesichert. Das Wasser ist so anzuschließen, dass es von oben nach unten durch die Kühlschläge läuft. Die Wasserschläuche werden mit Schlauchschellen gesichert. Auf dem Rückflusskühler befindet sich ein Calciumchloridrohr. Das Kontaktthermometer wird an der Rückseite des Magnetrührers angeschlossen und in das Ölbad getaucht. Es sollte lose in einer Stativklemme gesichert sein. Es ist darauf zu achten, dass das Kabel des Thermometers, sowie die Wasserschläuche des Kühlers, nicht in Kontakt mit heißen Teilen der Apparatur kommen.

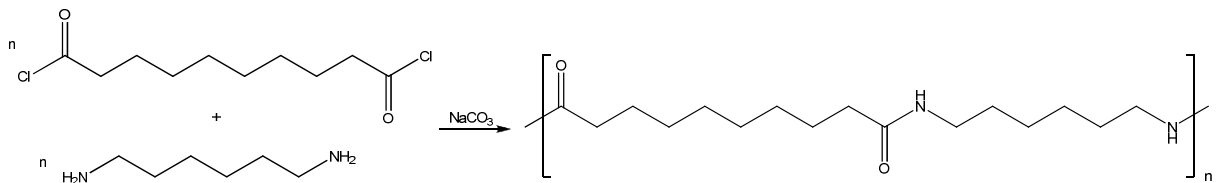
Die Lösung wird zwei Stunden unter Rückfluss bei einer Ölbadtemperatur von 60 °C erhitzt. Anschließend wird die Lösung abgekühlt und mit 150 mL Wasser versetzt. Der gebildete Niederschlag wird mit einem Büchnertrichter (Filterpapier) saugfiltriert und mit wenig kaltem



Wasser (ca. 4 °C mit Eis gekühlt) gewaschen. Das erhaltene Produkt wird im Trockenschrank bei 80 °C getrocknet und gewogen.

Es sollen die Ausbeute und der Schmelzpunkt bestimmt werden.

Versuch 2: Herstellung von Nylon



Geräte:

Bechergläser

Glasstab

Pinzette

Chemikalien

2.4 g Sebacinsäuredichlorid

2.0 g Hexamethyldiamin

2.5 g Natriumcarbonat

Phenolphthalein-Lsg

50 mL Toluol (trocken)

Aceton

Versuchsdurchführung:

Es werden 2.0 g Hexamethyldiamin in 50 mL einer wässrigen Natriumcarbonat-Lösung (5 g Na_2CO_3 in 100 mL H_2O) gelöst. Diese Lösung wird mit einer Lösung aus 2.4 g Sebacinsäuredichlorid und 50 mL trockenem Toluol überschichtet. (STÖCHIOMETRIE!)

WICHTIG: Die Lösungen dürfen sich nicht vermischen!!!

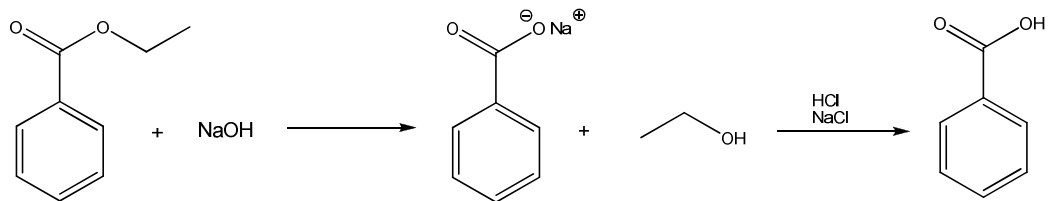
Um die Phasentrennung besser sichtbar zu machen, wird die alkalische Lösung mit wenigen Tropfen Phenolphthalein versetzt.

An der Grenzfläche bildete sich sehr schnell ein Polyamidfilm, der mit Hilfe einer Pinzette herausgezogen und um einen Glasstab gewickelt wird.

Danach wird das erhaltene Produkt zuerst mit Wasser und anschließend mit Aceton gespült. Zuletzt wird das Polyamid bei 80 °C im Trockenschrank getrocknet und gewogen.

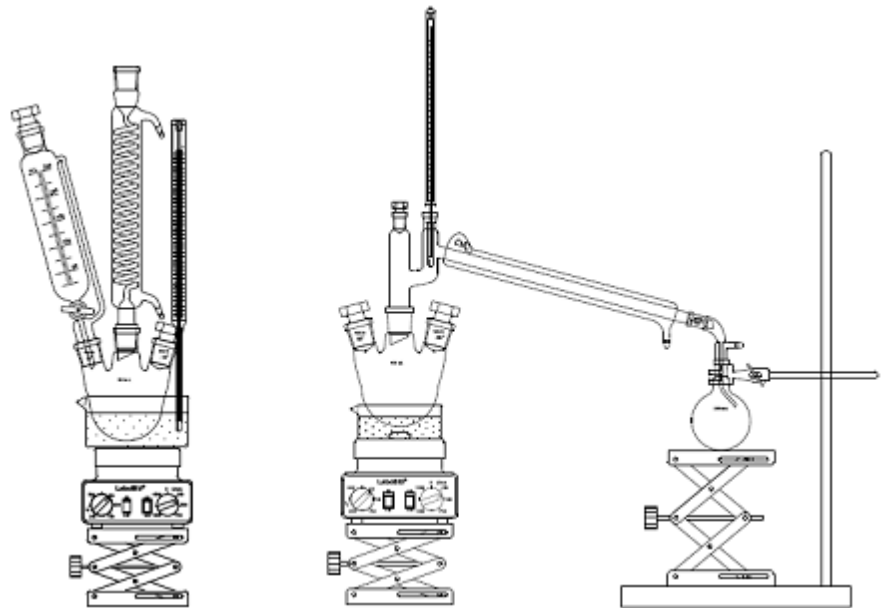
Es soll die Ausbeute bestimmt werden! Warum nicht der Schmelzpunkt?

Versuch 3: Darstellung von Benzoesäure



Geräte:

500 mL Dreihalskolben
Rückflusskühler
Magnetrührer
Magnetrührstäbchen
Ölbad
Kontaktthermometer
Tropftrichter
250 mL Rundkolben
Destillationsbrücke
Destillationsthermometer
Büchnertrichter
Saugflasche
Laborboy
pH-Papier



Chemikalien

30 g Benzoessäureethylester
200 mL Ethanol
60 mL Natronlauge (4 M)
55 mL Salzsäure (6 M)
Eis

Versuchsdurchführung:

Es werden 30 g Benzoessäureethylester in 200 mL Ethanol in dem Dreihalskolben gelöst und unter Rühren zum Sieden erhitzt. Danach werden 60 mL 4 M Natronlauge aus einem Tropftrichter langsam zugegeben. Nach beendeter Zugabe wird noch 30 Minuten unter Rückfluss erhitzt. Danach wird die Apparatur, wie in der Abbildung zu sehen, umgebaut.

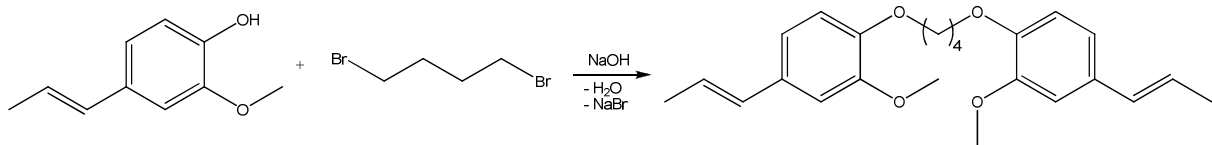
Mittels dieser Destillationsapparatur wird der Ethanol abdestilliert, solange bis kein Ethanol mehr übergeht. (Kontrolle mit dem Thermometer.)

Der Rückstand wird nach dem Abkühlen mit 100 mL Wasser verdünnt und unter Eiskühlung mit ungefähr 55 mL Salzsäure (6 M) **vorsichtig** angesäuert (**Kontrolle mit pH-Papier**).

Das ausgefallene Produkt wird mit einem Büchnertrichter abgesaugt, mit Wasser gewaschen und im Trockenschrank bei 80 °C über Nacht getrocknet. Dabei sollte das Glas mit gelöcherter Alufolie abgedeckt werden.

Es sollen die Ausbeute und der Schmelzpunkt bestimmt werden!

Versuch 4: Synthese von 1,4-Bis(2-methoxy-4-(prop-1-enyl)phenoxy)butan

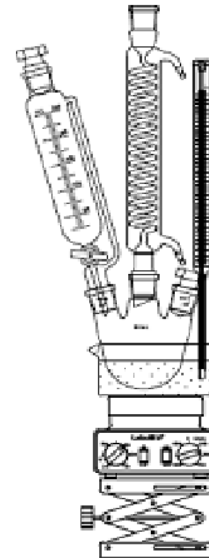


Geräte:

500 mL Dreihalskolben
Calciumchloridrohr
Rückflusskühler
Magnetrührer
Magnetrührstäbchen
Kontaktthermometer
Ölbad
Tropftrichter
Bechergläser
Saugflasche
Büchnertrichter

Chemikalien

10 g Isoeugenol
6.6 g 1,4-Dibrombutan
25 mL Aceton
3.5 g Natriumhydroxid
60 mL Natronlauge (1 M)
Ethylacetat



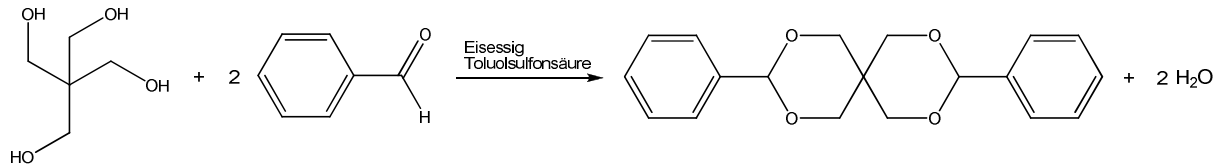
Versuchsdurchführung:

Es werden 10 g Isoeugenol und 6.6 g 1,4-Dibrombutan werden im 500 mL Dreihalskolben in 25 mL Aceton gelöst (STÖCHIOMETRIE!). Anschließend werden 3.5 g Natriumhydroxid in 75 mL Wasser gelöst und in den Tropftrichter gegeben. Über den Tropftrichter wird die Natronlauge in die Reaktionslösung getropft bei ca. 2 Tropfen pro Sekunde (Farbwechsel?). Nach vollständiger Zugabe wird das Reaktionsgemisch für drei Stunden bei 100 °C Ölbadtemperatur erhitzt.

Anschließend wird der Niederschlag filtriert und dreimal mit 20 mL 1 M Natronlauge gewaschen. Der Niederschlag wird anschließend aus Ethylacetat umkristallisiert und bei einer Temperatur von 80 °C im Trockenschrank getrocknet.

Es sollen die Ausbeute und der Schmelzpunkt bestimmt werden!

Versuch 5: Synthese von 3,9-Diphenyl-2,4,8,10-tetraoxaspiro(5.5)-undecan

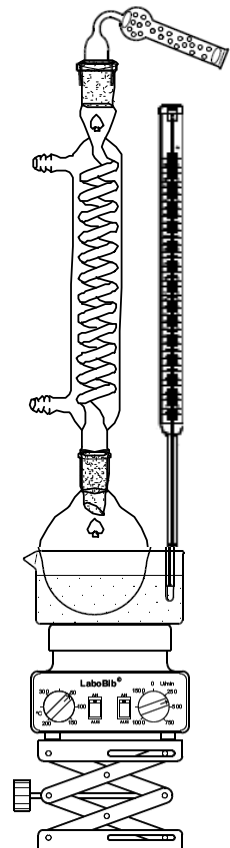


Geräte:

50 mL Rundkolben
Rückflusskühler
Magnetrührer
Magnetrührstäbchen
Ölbad
Kontaktthermometer
Laborboy
Saugflasche
Büchnertrichter
Calciumchloridrohr

Chemikalien

2.0 g Pentaerythrit
10 mL Eisessig
3.0 mL Benzaldehyd
p-Toluolsulfonsäure
2 mL (0.2 M in Essigsäure)
NaCO₃
Essigsäure



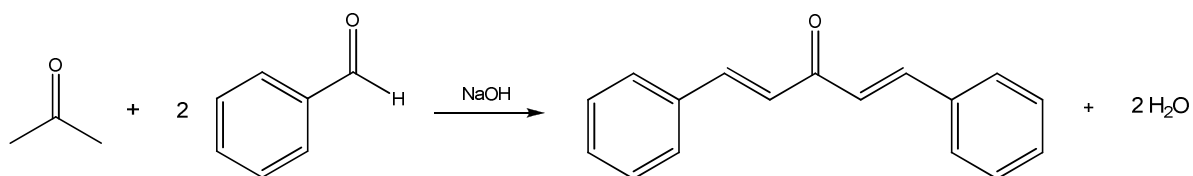
Versuchsdurchführung:

Es werden in einem 50 mL Rundkolben 2.0 g Pentaerythrit und 10 mL Eisessig unter Rückfluss bis zur vollständigen Lösung erhitzt (ca. 110 °C).

Anschließend wird der Rückflusskühler kurzzeitig entfernt und eine Lösung aus 3.0 mL Benzaldehyd und 2 mL der *p*-Toluolsulfonsäure-Lösung hinzugegeben (STÖCHIOMETRIE!). Der Kolben wird anschließend für genau 60 Sekunden weiter erhitzt und danach schnell im Eiswasserbad gekühlt. Das Produkt fängt an auszukristallisieren (Farbe?). Das erhaltene Rohprodukt wird saugfiltriert und zunächst mit wenig Essigsäure, dann dreimal mit 10 mL Na₂CO₃-Lösung (0.1 M) und anschließend mit Wasser gewaschen. Das Produkt wird bei einer Temperatur von 80 °C im Trockenschrank getrocknet.

Es sollen die Ausbeute und der Schmelzpunkt bestimmt werden.

Versuch 6: Synthese von 1,5-Diphenyl-1,4-pentadien-3-on

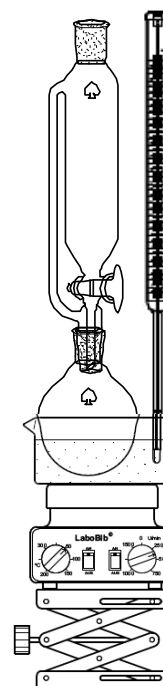


Geräte:

250 mL Rundkolben
50 mL Rundkolben
Tropftrichter
Magnetrührer
Magnetrührstäbchen
Rückflusskühler
Saugflasche
Büchnertrichter

Chemikalien

5.4 g Benzaldehyd
1.5 g Aceton
5.0 g Natriumhydroxid
40 mL Ethanol
Ethylacetat
Eis



Versuchsdurchführung:

Es werden 5.0 g Natriumhydroxidplättchen in einer Mischung aus 50 mL Wasser und 40 mL Ethanol in einem 250 mL Rundkolben gelöst.

Anschließend werden 2.7 g Benzaldehyd und 0.75 g Aceton miteinander vermengt und unter Rühren in den Kolben gegeben (Farbwechsel?) (STÖCHIOMETRIE!). Der Kolben sollte mit Wasser/Eis etwas gekühlt werden um die Temperatur zwischen 20 und 25 °C zu halten. Nach ungefähr 15 Minuten wird erneut eine Mischung aus 2.7 g Benzaldehyd und 0.75 g Aceton hinzugeben und für weitere 30 Minuten gerührt.

Danach wird der Niederschlag abgesaugt und mit kaltem Wasser gewaschen. Die Umkristallisation des Rohproduktes erfolgt aus Ethylacetat (ca. 0.5 mL pro Gramm Rohprodukt). Das Produkt wird bei einer Temperatur von 80 °C im Trockenschrank getrocknet

Es sollen die Ausbeute und der Schmelzpunkt bestimmt werden.