

Hinweise für Praktikumsleiter

Während in der Reihe A jeweils einzelne, isolierte Versuche bearbeitet werden, die in keinem weiteren Zusammenhang untereinander stehen, werden in der Reihe B Versuche angeboten, die Zusammenhänge zwischen den Einzelversuchen aufzeigen und typische Arbeitsschritte in der Aufarbeitung von Reaktionsansätzen darstellen:

- Aus der Mischung einer höher siedenden Flüssigkeit und niedrig siedenden Lösungsmittel wird das Solvens am Rotationsverdampfer abdestilliert (Versuch B2), der Rückstand wird danach durch Destillation im Vakuum weiter gereinigt (Versuch B3).
- Aus der Lösung eines Feststoffes in einem Lösungsmittel wird das Solvens am Rotationsverdampfer abdestilliert (Versuch B4), der Rückstand wird danach durch Umkristallisation weiter gereinigt (Versuch B6).
- Eine Lösung aus 4-Methylbenzoesäure und Borneol wird durch Extraktion getrennt (Versuch B7). Die beiden isolierten Substanzen werden durch Umkristallisation (Versuch B8) bzw. Sublimation (Versuch B9) weiter gereinigt.

Daneben werden Einzelversuche angeboten, die besondere Arbeitstechniken demonstrieren:

- Versuch B10: Wasserdampfdestillation.
- Versuch B11: Kontinuierliche Extraktion mit dem Soxhlet-Extraktor.
- Versuch B12: Einfache präparative Säulenchromatographie.

Die Versuche B1 (Destillation unter Normaldruck) und B5 (Umkristallisation von Benzoesäure aus Wasser) sind für Studierende der Nebenfächer gedacht, die noch keinerlei Erfahrung im präparativen Arbeiten besitzen.

Versuch B13 zeigt am Beispiel der Acetylierung von Salicylsäure den Aufbau einer Reaktionsapparatur mit mechanischem Rührer und die Durchführung eines vollständigen Versuches auf.

Sicherheit und Nachhaltigkeit

Die meisten Chemikalien besitzen ein geringes Gefahrenpotential; Gefahren- und Sicherheitshinweise wurden in die Vorschriften aufgenommen. Für Versuch B13 wird beispielhaft eine „versuchsbezogene Betriebsanweisung“ angeboten. Dennoch sollten an die örtlichen Gegebenheiten angepasste Betriebsanweisungen zur Verfügung gestellt werden.

Die Anzahl der verwendeten Chemikalien wurde bewusst gering gehalten: Die Organisation wird dadurch erleichtert und das Gefahrenpotential durch aufstehende Chemikalien verringert.

Verwendete Lösungsmittel sollten in gesonderten, besonders gekennzeichneten Behältern gesammelt werden. Sie können durch einfache Destillation gereinigt und wieder im Vorpraktikum verwendet werden. Die verwendeten (gereinigten) Chemikalien werden ebenfalls wieder gesammelt. Durch diese Maßnahmen können die Kosten und die Sonderabfallmenge des Vorpraktikums gering gehalten werden.

Für den Versuch B12 (Chromatographie) ist es vorteilhaft, alle Lösungsmittelabfälle in einem Behälter zu sammeln. Nach einfacher Destillation kann durch Zugabe von Cyclohexan die 1:1-Mischung Ethylacetat/Cyclohexan wieder eingestellt und für das nächste Vorpraktikum wieder zur Verfügung gestellt werden.

Organisation und Vorbereitung

Alle benötigten Chemikalien sollten im Praktikumssaal aufgestellt werden. Konzentrationen der benötigten Lösungen:

Versuch B2:

Benzoessäureethylester in Ethanol, $c = 150 \text{ g/l}$
Benzylalkohol in Cyclohexan, $c = 150 \text{ g/l}$

Versuch B4:

Fluorenol in Ethylacetat, $c = 80 \text{ g/l}$
Benzil in Ethylacetat, $c = 80 \text{ g/l}$

Versuch B7:

20 g 4-Methylbenzoessäure und 20 g *rac*-Borneol in 1 l Ethylacetat

Versuch B12:

1 g Tetraphenylcyclopentadienon und 1 g 2,4-Dinitrophenol in 20 ml Ethylacetat

Der Effekt der Reinigung wird anschaulicher, wenn den Lösungen zu Versuch B2, B4 und B7 noch Farbstoffe zugesetzt werden.

Verwendete Lösungsmittel und Hilfsstoffe:

tert-Butylmethylether
Cyclohexan
Ethanol
Ethylacetat
Natriumsulfat
Kieselgel (als Trockenmittel, z.B. „Orange-Gel“)
Kieselgel 60 (zur Chromatographie, 0.063–0.200 nm)
Salzsäure, halbkonzentriert
Natronlauge, 2 mol/l