

Vorbesprechung und Sicherheitsunterweisung
Praktikum Allgemeine Chemie für LA Chemie

- Anforderungen
- Sicherheitsunterweisung
- Telefon G105: 0271 740 4238

Dr. Lars Birkenbach
Physikalische Chemie, Universität Siegen
Raum AR-F0102
Tel.: 0271 740 2817
eMail: birkenbach@chemie.uni-siegen.de

Zugangsvoraussetzungen

- Allgemeine Sicherheitsunterweisung für Studierende der Chemie
- Anwesenheit bei Vorbesprechung (jetzt) (Sicherheitsunterweisung)
- Reihenfolge der Anmeldung ist egal
- Alle, die laut Studienplan das Praktikum in diesem Semester machen müssen und die Voraussetzungen erfüllen und sich angemeldet haben, erhalten einen Platz

**Anforderungen (A.4.4)
zum Bestehen des Praktikum**

- Durchführung aller Versuche
- Schreiben aller Protokolle
- Ablegen aller Kolloquien
- Teilnahme am Saaldienst
- Anwesenheit am Putztag
- Bezahlen der Glasbruchrechnung

 **SCHEIN!**

Seminar zum Praktikum

- Seminar ist notwendiger Teil des Praktikums
 - Sicherheitshinweise zu den Versuchen
 - Theorie zu den Versuchen
 - Hinweise und Hilfen zur praktischen Durchführung
- Falls Folien verwendet werden:
 - Folien als pdf zu jedem Kapitel auf der Webseite zum Praktikum
 - <https://www.uni-siegen.de/fb8/pc/lehre/allcp/>

Betreuung im Praktikum, Öffnungszeiten

Lars Birlenbach (Praktikumsleiter)

Alessa Schneider (Geräteausgabe, Chemikalien)

diverse Doktoranden und Studenten höheren Semesters

Öffnungszeiten: Montag **und** Dienstag, 13-17 Uhr

(evtl. Montags bis 18 Uhr)

Sicherheitsunterweisung Abfallentsorgung (A.6)

Skript zum Praktikum

Sondermüllbehälter: in den Abzügen

Schwarze Kanister:

- organische Lösungsmittelabfälle halogenfrei
- organische Lösungsmittelabfälle halogenhaltig

Weißer Kanister:

- wässrige Lösungsmittelreste mit giftigen Stoffen

Blaue Tonnen:

- Glasabfälle (für alle scharfkantigen Abfälle)
- Filter und Aufsaugmassen (für alle Feststoffe, die nicht in den Hausmüll dürfen)

Hausmüllbehälter



Zuordnung der Abfälle zu den Behältern ausführlich im Skript (A.6)

Substanz bekannt: → Listen hängen aus

Substanz unbekannt: → Assistent fragen

Abfallbehälter:

Lösungen nicht verdünnen

Nur wenig zum nachspülen benutzen

Mehrmals mit wenig Flüssigkeit spülen

Waschbecken:

mit viel Wasser nachspülen

Sondermüll: nur das, was nicht in Ausguss oder Hausmüll darf!

Geräteausgabe in Raum AR-G105

zusätzliche Geräte und Chemikalien für Versuche

Geräte in Ausleihliste eingetragen

ausgeliehene Geräte so bald wie möglich wieder abgeben (Andere warten drauf...)

unbekannte Substanzen: Gefäß lesbar beschriften
(Name, Platznr., Versuchsnr.)

in G105 abgeben, Raum wieder verlassen.

fertiges Gefäß wird auf Tisch im Flur gestellt

Nachsubstanz: unbedingt auf das Gefäß draufschreiben!

Geräte, insbesondere Waagen, sorgfältig behandeln

Taschen und Jacken nicht im Labor lagern!

besser: Spind ausleihen! (Departmentbüro Chemie-Bio, AR-H1)

Saaldienst (A 3.1)

Labor wird nur geöffnet, wenn Saaldienst eingetragen ist.
bitte alle einen Termin eintragen, und erstmal nur einen.

Schrankübergabe
Montag, 16.10., ab 13 Uhr, AR-G106/7

übernehmen eines Unterschanks mit Geräten (zu zweit, vorher schon klären, mit wem)

Kiste mit Verbrauchsmaterialien kann erworben werden: Eine Kiste pro Schrank für 25€

Schrankrückgabe am Ende des Praktikums:

Schrank mit Inhalt am Ende des Praktikums wieder abgeben
(sauber, trocken, fettfrei, vollständig)

Schlüssel wieder abgeben und Pfand zurückerhalten

beschädigte und fehlende Geräte ersetzen bzw. bezahlen
(Glasbruchrechnung)

Schrankübernahme

Schrank übernehmen:

- **Ablaufplan liegt auf den Tischen aus!**
- 2 Listen des Schrankinhalts liegen aus
- Schlüssel gegen 25€ Pfand in der Geräteausgabe abholen
- Schrankinhalt kontrollieren und auf einer Liste abhaken
 - dazu Schrankinhalt vollständig ausräumen
- Ausgefüllte Liste unterschreiben und abgeben
- Schrank mit dem ausgegebenen Schlüssel verschließen
- Name, Vorname, Studiengang auf Zettel schreiben
- mit Klebefolie an der Wand über dem Platz befestigen

Protokollführung (B.6)

Alle Aufzeichnungen direkt ins Laborbuch schreiben

Protokolle zusammenhängend schreiben: Nach Beobachtungen Platz lassen für Auswertung

Blätter (nicht Seiten!) des Laborbuchs oben rechts nummerieren

Testat sofort nach Abschluss des Versuchs geben lassen

Unterweisungsdokumentation hinten einkleben

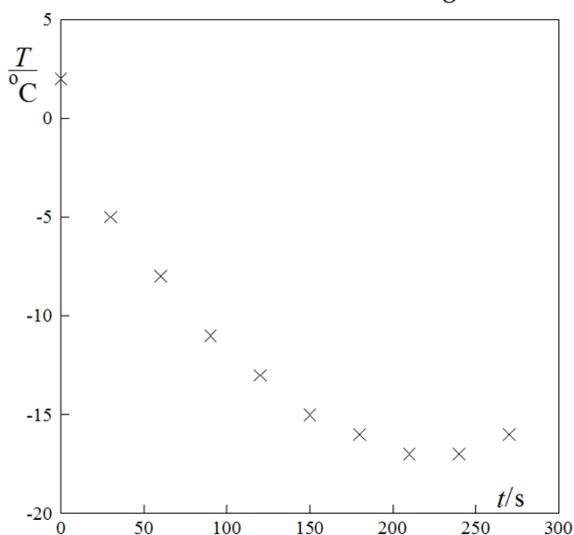
Aufbau eines Protokolls

Sinnvolle Gliederung wählen!

z.B. :

- Überschrift: Aufgabenstellung, Datum
- Aufbau, Durchführung, Beobachtungen
- evtl. Skizze, benutzte Geräte
- was wurde gemacht? wurde von der Vorschrift abgewichen? warum?
- Messwerte notieren; was passierte während der Durchführung?
Testat!
- Auswertung (Berechnungen, Diagramme, Kommentare)
- Genauigkeit der Messungen soll in die Rechnung einfließen
- Unterschied Vorschrift-Protokoll

Diagramme (B.6.2)



Achsen mit Einheiten
und Werten beschriften

sinnvolle Skalierung
wählen

mehreren Datensätze:
Farben oder
verschiedene
Linientypen benutzen

Kapitel 1: Einfache Laborarbeiten

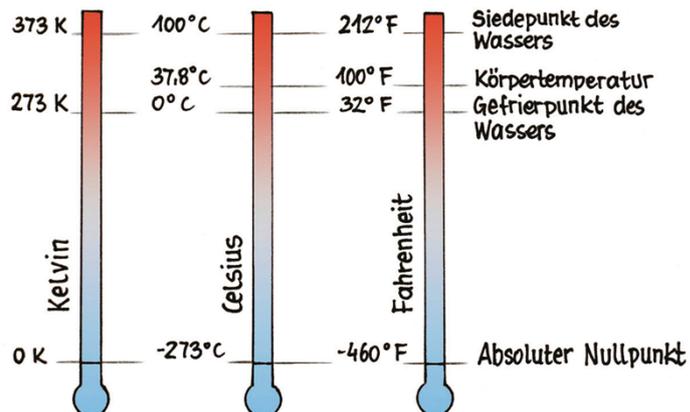
- Handhabung von Chemikalien und Geräten
- **Bearbeitung von Glas**
 - Pipetten, kleine Reagenzgläser, Gaseleitungsrohr
- keine Protokolle notwendig, Durchführung wird nicht testiert
- Unterweisungsdokumentation ins Laborbuch einkleben: Umschlag hinten innen (**das ist ein Arbeitsauftrag!**)
- Abfallentsorgung verstehen! (wird im ersten Kolloq abgefragt)

Kapitel 2: Einstellen und Messen von Temperaturen

- Temperaturbegriff, Temperaturskalen
- Thermometertypen
- Heizmethoden, Heizbäder
- Kühlbäder

Temperaturskalen

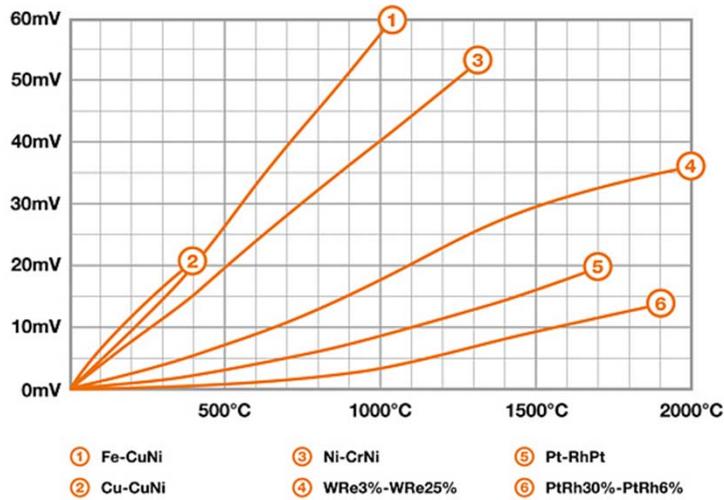
- Temperatur: Symbol T (K oder $^{\circ}\text{C}$)
 - Skalen: Kelvin, Grad Celsius, (Grad Fahrenheit)
 - Kelvin und Grad Celsius: gleiche Skala, anderer Nullpunkt, daher:
 - Umrechnung $\text{K} \leftrightarrow ^{\circ}\text{C}$: $T [\text{K}] = T [^{\circ}\text{C}] + 273,15$



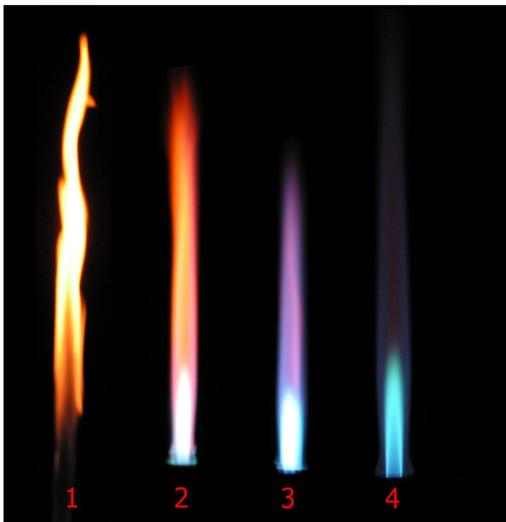
Temperaturmessgeräte

- Flüssigkeitsthermometer
 - Flüssigkeiten als Füllmittel: Ausdehnung der Flüssigkeit bei steigender Temperatur, großes Vorratsgefäß, dünne Steigkapillare
 - Messbereiche:
 - Toluol (-95°C bis 110°C)
 - Hg (-38°C bis 257°C)
 - Ethanol (-110°C bis 60°C)
- Thermoelement
 - 3 Drähte aus 2 verschiedenen Metallen an 2 Stellen verlötet, Spannungsmessgerät an nicht verlöteten Enden der Drähte
 - beide Kontaktstellen auf gleicher Temperatur: Thermospannung = 0
 - Bei verschiedenen Temperaturen: Thermospannung $\neq 0$
 - Misst Temperaturdifferenzen, Bad für Vergleichstemperatur notwendig

Thermospannungen verschiedener Thermoelemente



Gasbrenner



- Offenes Feuer, Brandgefahr! keine brennbaren Flüssigkeiten erhitzen!
- Schnelles erhitzen von Reagenzgläsern, Bechergläsern
- Erhitzen von Reagenzgläsern in der Brennerflamme:
 - höchstens halb voll
 - keine brennbaren Substanzen
 - Reagenzglas schütteln

Bild: Wikipedia

Hohe Temperatur: Heizbäder

- Ölbad
 - + Passt sich der Form der *Gegenstände* gut an
 - + schneller Wärmeübertrag durch Konvektion
 - + kann in Thermostaten umgepumpt werden
 - Reinigung der erhitzten *Gegenstände* aufwendig
 - geringe Maximaltemperatur möglich (Rauchpunkt)
 - Spritzgefahr bei Wasser im Ölbad, (oft) brennbar
- Sandbad
 - + Sehr hohe Temperatur möglich
 - + Reinigung der erhitzten *Gegenstände* einfach
 - + nicht brennbar
 - schlechte Wärmeleitung
 - langsame Reaktion (kein Rühren möglich)
 - Änderung der Position der *Gegenstände* schwierig

Tiefe Temperatur: Kältemischung, Kältebad

Kältemischungen:

Salz und Eis und etwas Wasser.

Abkühlung durch schmelzen des Eises

Tiefste erreichbare Temperatur: Schmelzpunkt der gesättigten Salzlösung

(100 g Eis + 143,9 g $\text{CaCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ erreicht $-55 \text{ }^\circ\text{C}$)

ich hab's noch nicht so tief geschafft...

Kältebäder:

Aceton / Trockeneis: $-78 \text{ }^\circ\text{C}$

Flüssiger Stickstoff: $-196 \text{ }^\circ\text{C}$

Kapitel 3: Trenn- und Reinigungsmethoden

Verschiedene Methoden, je nach Aufgabenstellung

Trennmethoden: fest/flüssig

dekantieren, filtrieren, abnutschen,
zentrifugieren :
Wahl der Methode je nach
Niederschlag und Ziel

Zustand des Niederschlags kann
beeinflusst werden (Vgl. V. 3.2)



Filtriergestell mit Glastrichter



Saugflasche mit Büchnertrichter

Kristallisation von $KAl(SO_4)_2$



Bild aus Wikipedia

Art und Größe der Kristalle wird durch Versuchsbedingungen festgelegt:

Keimbildungsgeschwindigkeit
Keimwachstumsgeschwindigkeit

Bild: Kristalle mit etwa 2cm

Keimbildungsgeschwindigkeit nahe Null, langsames Wachstum der vorhandenen Kristalle

Ionentauscher

Kationentauscher

Beladung mit einer Ionensorte (meist H^+): wird abgegeben, andere werden festgehalten

Kationentauscher: durch Säuren regenerierbar

Anionentauscher: durch Basen regenerierbar

Einsatzgebiete:

Entfernen von Ionen aus Lösung
Aufkonzentration von Ionen im Ionentauscher,
Spülmaschine (dann Na^+ -Beladung)

Ausschütteln (Nernstscher Verteilungssatz)



Extraktion von gelöstem Iod aus Wasser durch CHCl_3

gelöstes Iod verteilt sich in beiden Lösungsmitteln

$$\text{Nernst: } \frac{c(\text{I}_2)_{\text{Wasser}}}{c(\text{I}_2)_{\text{Chlorof.}}} = k$$

Iod-Stärke-Test zur Überprüfung der wässrigen Phase

Scheidetrichter entlüften, Druck steigt bei leicht flüchtigen Lösungsmitteln

Papierchromatographie (Verteilungschromatographie)



Trenn- und Analyseverfahren

Substanzen verteilen sich zwischen 2 flüssigen Phasen

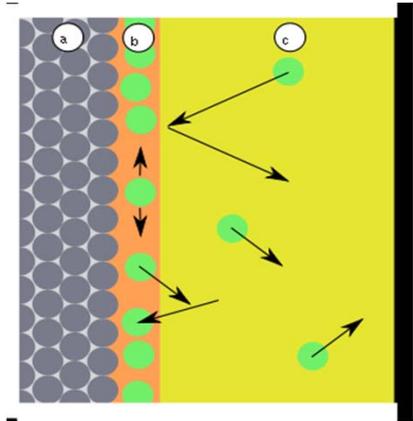
mobile Phase: 1-Butanol, mit 12%iger Salzsäure ausgeschüttelt
4 Teile Butanol auf 1 Teil Salzsäure

stationäre Phase: Wasserfilm auf Papierfaser

Entwickeln mit Na_2S -Lsg: Sulfide, schwarz und braun gefärbt

auftragen mit Kapillarröhrchen

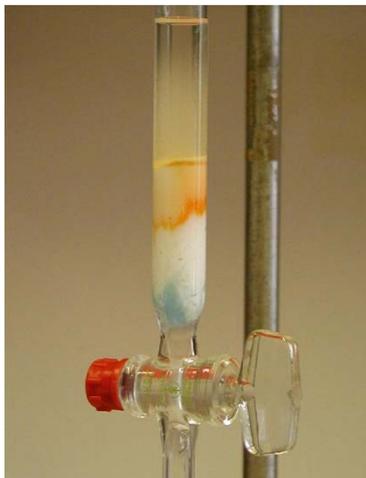
Adsorption an Aktivkohle



- keine chemische Reaktion
- Wechselwirkungen zwischen Oberfläche und Molekül
- "Aktiv"-Kohle: vergrößerte Oberfläche (Herstellung)
- Nomenklatur
 - a) Adsorbens
 - b) Adsorbat
 - c) freie Moleküle

Bild: Wikipedia

Säulenchromatographie (Adsorptionschromatographie)



stationäre Phase: Aluminiumoxid

mobile Phase: Ethanol

Adsorption am Aluminiumoxid,
je polarer, desto stärker

Polarität Lösungsmittel beeinflusst
Adsorption und damit
Wanderungsgeschwindigkeit

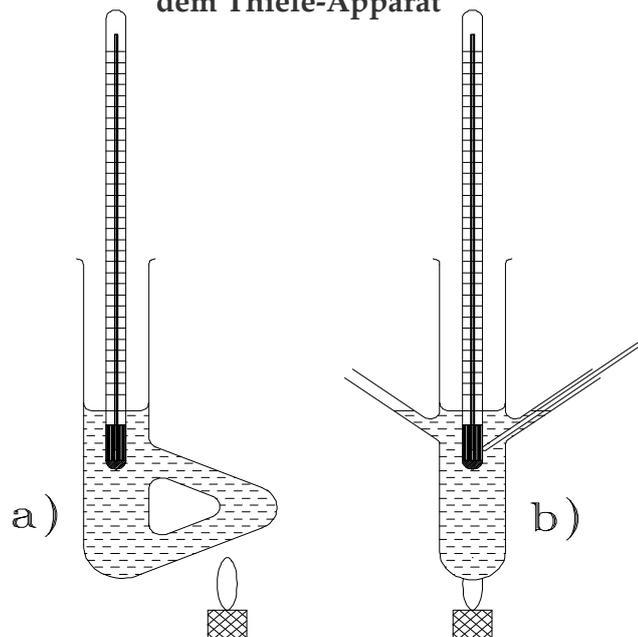
hydrostatischer Druck

Umkristallisieren



- Reinigungsmethode:
- Substanz in Lösungsmittel geben
- erwärmen: löst sich -> klare Lösung
- abkühlen: Niederschlag
- Reinsubstanz fällt aus, Verunreinigungen bleiben gelöst
- manchmal schwierig
- Menge des Lösungsmittels anpassen
- heiß abfiltrieren nur, wenn unbedingt nötig

Schmelzpunktbestimmung mit dem Thiele-Apparat



Destillation

Ausnutzung unterschiedlicher Siedepunkte

leichter siedende Komponente reichert sich im Dampf an

Verbesserung der Trennung durch Vigreux-Kolonne

Beachten:

Glas ist zerbrechlich

max. Ölbadtemperatur 200 °C

vor Inbetriebnahme vom Assistenten überprüfen lassen

Schliffe fetten
(vor Abgabe entfetten: Heptan)



Destillation: Siedediagramm

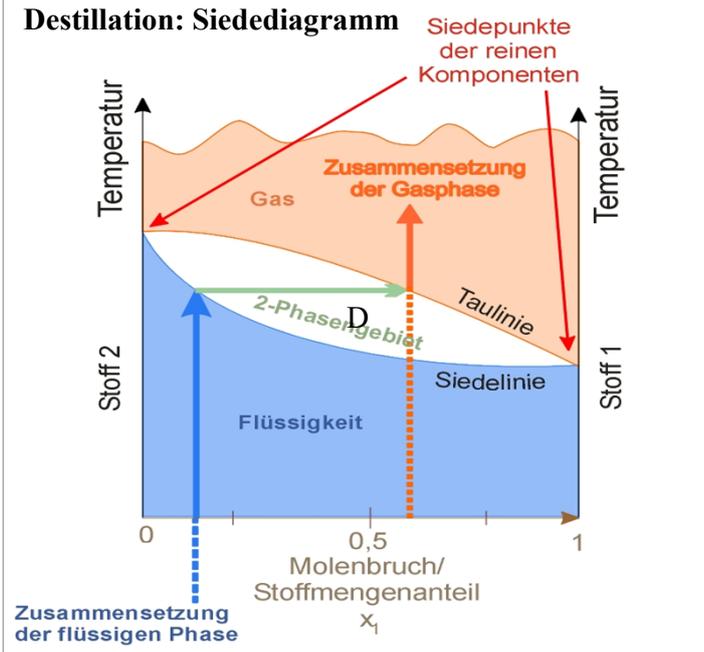
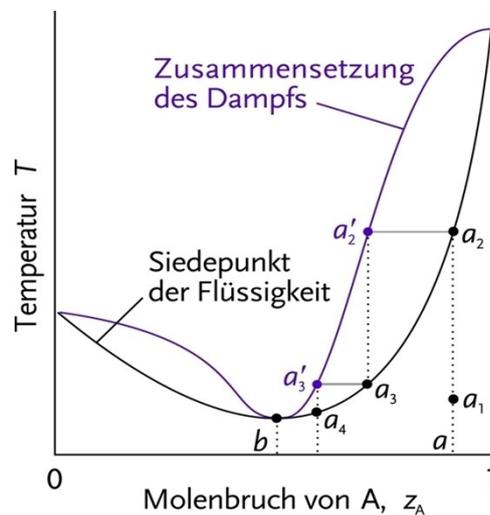


Bild aus Wikipedia

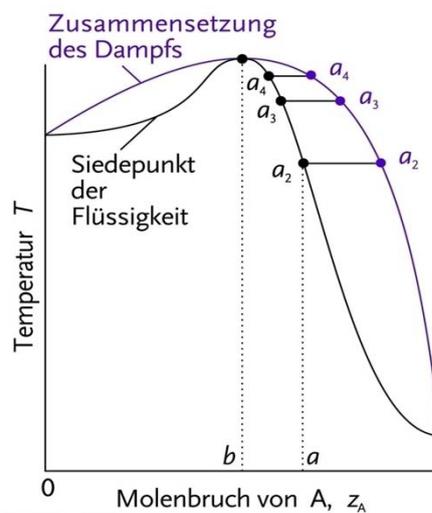
Azeotrop mit Siedepunktminimum



© 2006 Wiley-VCH, Weinheim
 Atkins / Physikalische Chemie
 ISBN: 3-527-31546-2 Abb-06-17

Azeotrope Mischung

- Destillation gelingt nicht bei allen Mischungen
- bei nicht-idealen Mischungen bildet sich oft ein Azeotrop
- Im Diagramm: Azeotrop mit Siedepunktmaximum
- nur teilweise Trennung möglich: bis zum Schnittpunkt von Tau- und Siedelinie



© 2006 Wiley-VCH, Weinheim
 Atkins / Physikalische Chemie
 ISBN: 3-527-31546-2 Abb-06-16

Azeotrop mit Siedepunktminimum

