

Vorbesprechung und Sicherheitsunterweisung

Praktikum Physikalische Chemie Materialwissenschaften und Werkstoffkunde

- Anforderungen (je nach Studienordnung)
- Sicherheitsunterweisung
- Schrankausgabe

Webseite zum Praktikum:
<http://www.chemie-biologie.uni-siegen.de/pc/lehre/matwerk/>

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

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: graue Metalltonnen

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

Substanz bekannt: Listen hängen aus

Substanz unbekannt: Assistent fragen

Lösungen nicht verdünnen

Nur mit wenig nachspülen: Entsorgung ist teuer

(Mehrere Male mit wenig spülen, nicht einmal mit viel)

Wenn im Waschbecken weggespült wird gilt das Gegenteil: mit viel Wasser nachspülen, insbesondere bei Säuren und Laugen

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

Geräteausgabe in Raum AR-G105

Hier erhalten Sie zusätzliche Geräte und Chemikalien für Versuche.

Geräte in Ausleihliste eingetragen

Geräte nach Versuchsende wieder abgeben (Andere warten drauf...)

unbekannte Substanzen:
geeignetes Gefäß beschriften (lesbar!, beide Namen, Platznr., Versuchsnr.), in G105 abgeben, Raum wieder verlassen. Gefäß wird auf den Tisch im Flur gestellt, sobald es fertig ist

Nachsubstanz: Falls Versuch wiederholt werden muss. Aufs Gefäß schreiben!

Schrankübergabe (anschließend an diese Vorbesprechung)

Je 2 Studierende übernehmen einen Unterschrank mit *Geräten* (schon vorher Partner aussuchen)

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

beschädigte und fehlende *Geräte* reparieren lassen bzw. bezahlen
(Glasbruchrechnung)

Schrankübernahme (Ablaufplan liegt auch auf jedem Tisch)

Schrank übernehmen:

- 2 Listen des Schrankinhalts liegen aus
- Schrankinhalt kontrollieren und auf **einer** Liste abhaken
- Ausgefüllte, unterschriebene Liste und Schrankschlüssel abgeben
- Name, Vorname, Studiengang auf Zettel schreiben
- mit Klebefolie an der Wand über dem Platz befestigen
- Schrank mit dem ausgegebenen Schloss verschließen

Protokollführung (B.6)

Laborbücher erhalten Sie mit dem Skript für 5€ Schutzgebühr
(wird bei erfolgreichem Praktikumsabschluss erstattet)

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

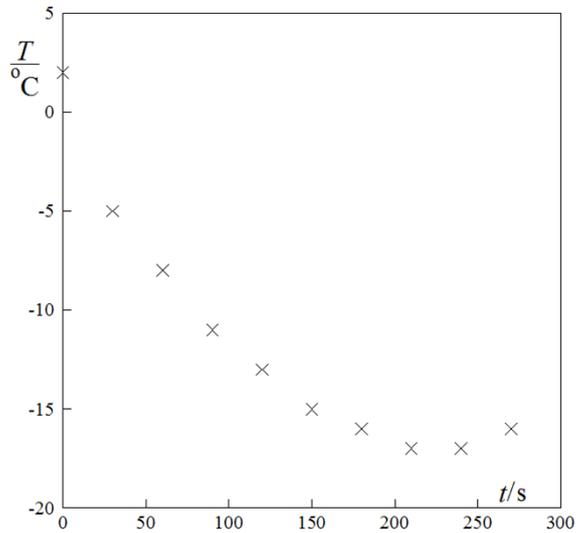
Aufbau eines Protokolls

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

Diagramme (B.6.2)



Achsen mit Einheiten
beschriftet

sinnvolle Skalierung wählen

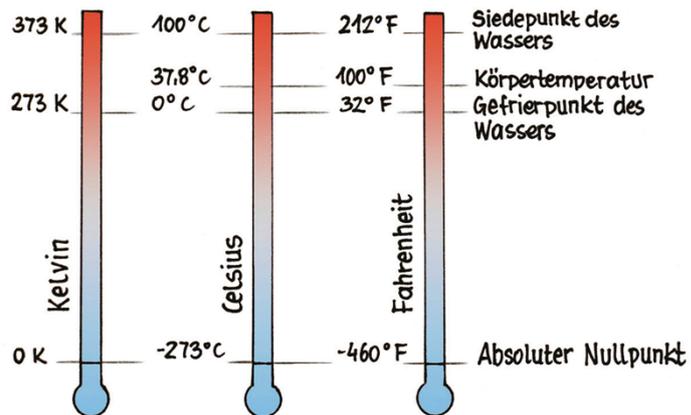
mehreren Datensätze:
Farben oder verschiedene
Linientypen benutzen

Kapitel 2: Einstellen und Messen von Temperaturen

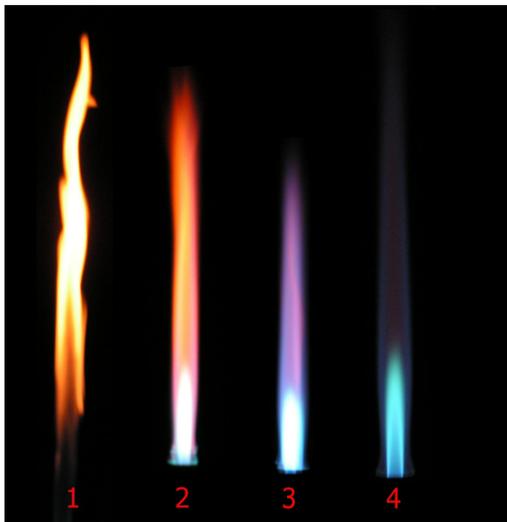
- Temperaturbegriff, Temperaturskalen
- Thermometertypen
- Heizmethoden, Heizbäder
- Kühlbäder

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 $\text{K} \leftrightarrow ^{\circ}\text{C}$: $T[\text{K}] = T[^{\circ}\text{C}] + 273,15$



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

Temperaturmessgeräte

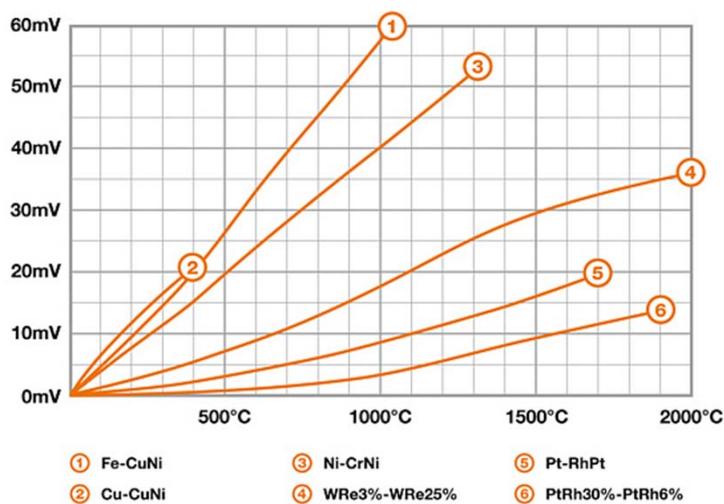
• Flüssigkeitsthermometer

- 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



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°C)

Kältebäder:

Aceton/Trockeneis: -78°C

Flüssiger Stickstoff: -196°C

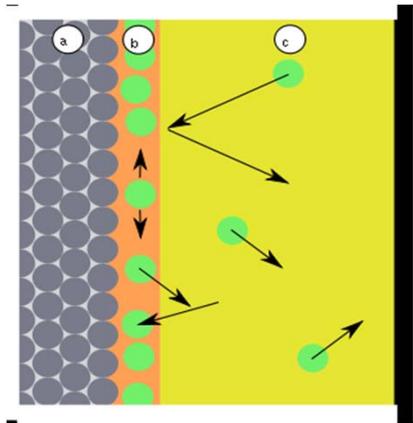
Kapitel 3: Trenn- und Reinigungsmethoden

Verschiedene Methoden, je nach Aufgabenstellung

Bedienung der Waage



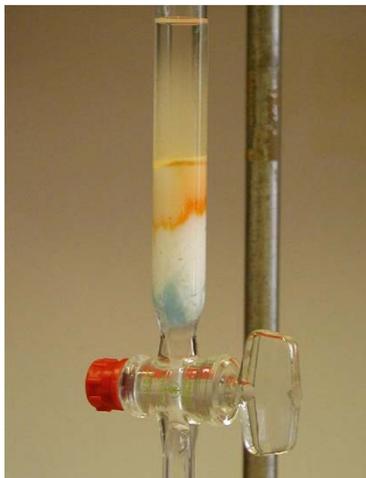
Adsorption an Aktivkohle



- 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

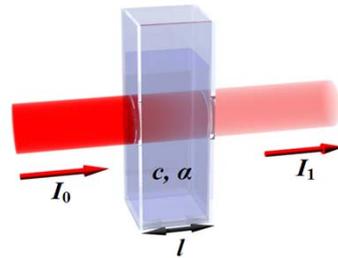
hydrostatischer Druck

Kapitel 4: Eigenschaften von Atomen und Molekülen

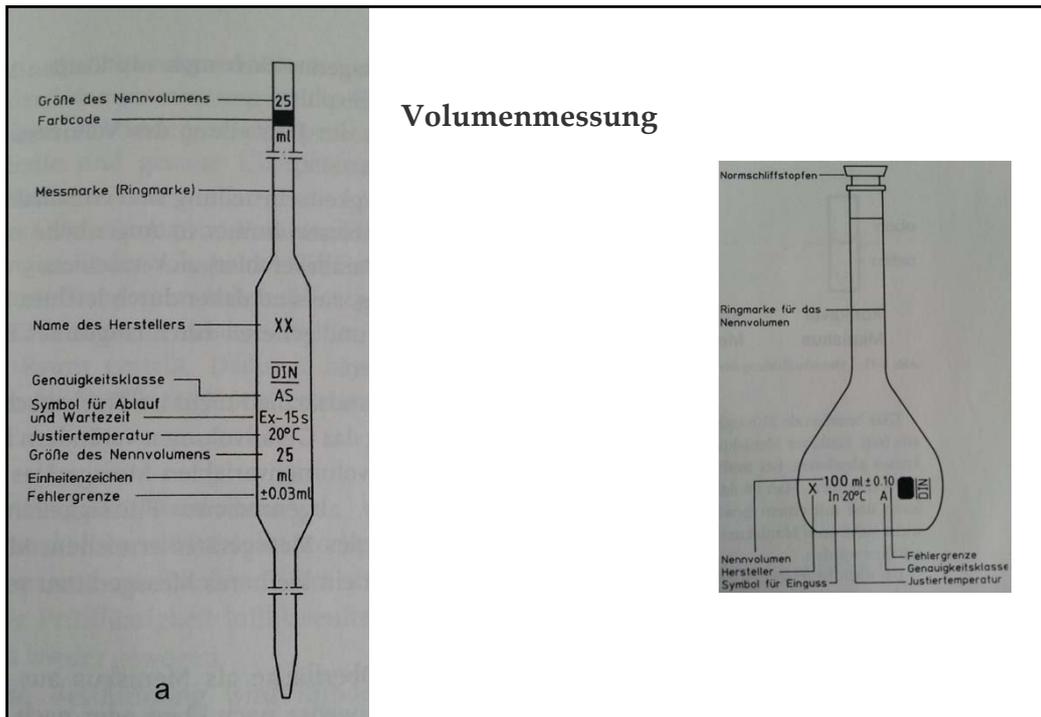
- „Querschnittsfläche“ von Stearinsäuremolekülen
 - Monomolekulare Bedeckung einer Wasseroberfläche
 - Platzbedarf eines Moleküls: Gesamtfläche geteilt durch Anzahl der Moleküle -> lässt sich berechnen
- Atomemissionsspektroskopie
 - auch: Flammenfärbung, Flammenspektroskopie
 - Identifikation von Elementen anhand ihrer Spektrallinien
- Absorptionsspektroskopie
 - Überprüfung des Lambert-Beerschen Gesetzes

Lambert-Beersches Gesetz

- empirisches Gesetz: $E = \varepsilon c l$
 - E : Extinktion $E = \lg \frac{I_0}{I_1}$
 - c : Konzentration der Lösung
 - l : Weglänge des Lichts durch die Probe
 - ε : dekadischer molarer Extinktionskoeffizient



Volumenmessung



Ablese von Füllhöhen: Meniskus und Schellbachstreifen

