SCHULBEGLEITFORSCHUNG

Arbeitsbericht

PROJEKT 51

Ausbildungsintegrierter Umweltschutz und Arbeitsschutz in chemischen Praktika

Richten Sie Ihre Fragen bitte an

Axel Schwarz
Schulzentrum SII Bremen

Meta Sattler Straße 33
28 217 Bremen

0421 – 50 64 13

Projekt 51

Ausbildungsintegrierter Umwelt- und Arbeitsschutz in chemischen Praktika

Richten Sie Ihre Fragen bitte an

Axel Schwarz
Schulzentrum SII Utbremen
Meta-Sattlerstr. 33
28217 Bremen
Tel. : 0421/506413

Bericht
des Schulbegleitforschungsprojektes Nr.51
1995-1999

„Ausbildungsintegrierter Umwelt- und Arbeitsschutz in chemischen Praktika“

Hermann Oelsner, Schulzentrum SII Utbremen
Günther Schmiedt, Schulzentrum SII Utbremen
Axel Schwarz, Schulzentrum SII Utbremen
Rainer Spöllmink, Schulzentrum SII Utbremen

I. INHALTSVERZEICHNIS 1

II. ABSTRACT 2

III. BERICHT: AUSBILDUNGSINTEGRIERTER UMWELT- UND ARBEITSSCHUTZ IN CHEMISCHEN PRAKTIKA 3

1. AUSGANGSLAGE 3

2. VORGEHEN 5

2.1 FORSCHUNGSANSATZ 5

2.2 ZUM PROJEKTMANAGEMENT 6

3 ERGEBNISSE 7

3.1 UMGESTALTUNG DES PRAKTIKUMS ANORGANISCH-QUALITATIVE ANALYSE 7

3.1.1 AUSGANGSLAGE 7

3.1.2 ZIELSETZUNGEN 8

3.1.3 UMSETZUNG DER ZIELVORSTELLUNGEN 9

3.1.3.1 Schülerunabhängige, organisatorische Zielsetzungen und ihre Umsetzung 9

3.1.3.1.1 Reduzierung der nachzuweisenden Schwermetallionen 9

3.1.3.1.2 Reduzierung der Analysensubstanzportionen bei qualitativen Analysen 9

3.1.3.1.3 Reduzierung der eingesetzten Stoffmengen bei Nachweisreaktionen 10

3.1.3.1.4 Ersatz von giftigen Analysensubstanzen durch weniger gefährliche 10

3.1.3.1.5 Überarbeitung der Arbeitsanleitungen im anorganisch-chem. Praktikum 11

3.1.3.1.6 Erstellung eines Praktikumscripts für Schüler, sowie Hinweise für Lehrer 11

3.1.3.2 Unterrichtsorganisatorische und inhaltliche Ziele hinsichtlich Arbeitssicherheit und Umweltschutz und ihre Umsetzung 11

3.1.3.2.1 Kennenlernen rechtlicher Regelungen zur Arbeitssicherheit (Gefahrstoffverordnung, TRGS 451, Richtlinien für Laboratorien) 11

3.1.3.2.2 Kenntnisse der Stoffeigenschaften und verantwortlicher Umgang mit Gefahrstoffen 12

3.1.3.2.3 Durchführung von Nachweisreaktionen mit möglichst kleinen Stoffmengen (Tüpfelreaktionen, mikroskopische Nachweise) 12

3.1.3.2.4 Überlegtes, sicheres Experimentieren in der anorganisch-qualitativen Analyse 12

3.1.3.2.5 Kenntnis und Anwendung der vorgeschriebenen Entsorgungswege, Integration der Entsorgung und des Recyclings in das Praktikum 12

3.2 UMGESTALTUNG DES PRAKTIKUMS ANORGANISCH-QUANTITATIVE ANALYSE 14
3.2.1 ENTSORGUNG DER ABFÄLLE IM PRAKTIKUM ANORGANISCH-QUANTITATIVE ANALYSE 14
3.2.2 AUFARBEITUNG VON ABFÄLLEN IM PRAKTIKUM ANORGANISCH-QUANTITATIVE ANALYSE 15
3.2.2.1 Aufarbeitung iodhaltiger Abfälle zu Kaliumiodid 16
3.2.3 VERMEIDUNG PROBLEMATISCHER ABFÄLLE 17
3.2.4 REDUZIERUNG VON REAGENZIEN- UND ABFALLMENGEN 17

3.3 UMGESTALTUNG DES ORGANISCH -CHEMISCHEN PRAKTIKUMS 18
3.3.1 AUSGANGSPROBLEMATIK FÜR DAS OC-PRAKTIKUM 18
3.3.2 NEUE ZIELSETZUNG IM OC-PRAKTIKUM 19
3.3.3 KONKRETE UMSETZUNG DER ZIELE IN DIE PRAXIS 20
3.3.3.1 Schülerunabhängige Organisation des OC-Praktikums 22
3.3.3.1.1 Verminderung des Chemikalieneinsatzes 22
3.3.3.1.2 Recycling von Chemikalien 24
3.3.3.1.3 Entsorgung von Chemikalien 25
3.3.3.1.4 Kühlwasserverbrauch im OC-Praktikum 25
3.3.3.2 Schülerabhängige Organisation des OC-Praktikums 26
3.3.3.2.1 Umgang mit der Gefahrstoffverordnung 26
3.3.3.2.2 Arbeitsschutz als Bestandteil der Versuchsdurchführung 27
3.3.3.2.3 Das Erlernen übersichtlicher Arbeitsstrukturen 28
3.3.3.2.4 Förderung der Teamfähigkeit /Kooperationsfähigkeit 29

3.4 EVALUATION DER PÄDAGOGISCHEN ZIELSETZUNGEN 30

4 PERSPEKTIVEN 34

5 REFLEXION 35

6 LITERATUR: 37

VI. Anhang

II. Abstract

Am Schulzentrum SII Utbremen wurde in den Jahren 1995 – 1999 im Rahmen der Ausbildung Chemisch-technischer Assistenten/innen ein Schulbegleitforschungsprojekt in verschiedenen chemischen Praktika durchgeführt.
Beweggründe für das Projekt waren geänderte rechtliche Rahmenbedingungen, wie z.B. die Gefahrstoffverordnung, die TRGS 450/451 „Umgang mit Gefahrstoffen in Schulen/Hochschulen", gestiegenes Umweltbewußtsein und hohe Entsorgungskosten.
In unserem Forschungsprojekt haben wir Konzepte und Arbeitsmaterialien zu folgenden Zielsetzungen erarbeitet.

- Verbesserte didaktische und methodische Umsetzung der Gefahrstoff-verordnung bzw. der TRGS 450/451 „Umgang mit Gefahrstoffen in Schulen/Hochschulen".
- Vermeiden toxischer und umweltschädigender Verbindungen in chemischen Praktika
- Verringerung toxischer und umweltschädigender Verbindungen durch
  -Verknüpfen der Stoffflüsse in verschiedenen Praktika zu Netzwerken
  -Getrenntes Sammeln von Versuchsresten und Rückführen dieser in wieder verwertbare Ausgangsstoffe
- Reduktion der Chemie-Abfälle
- Senkung der Entsorgungskosten für Sonderabfälle
- Reduzierung des Energie- und Wasserverbrauchs in chemischen Praktika
- Integration des Umwelt- und Arbeitsschutzes in die Planung und Durchführung von Praktikumsaufgaben.

Für die Überprüfung, ob und inwieweit unsere gefundenen Maßnahmen effektiv waren, entwickelten wir einen Schülerfragebogen. Die Ergebnisse dieser Umfrage sowie die Diskussion der erarbeiteten Projektergebnisse im Fachbereich Chemie wurden für die Weiterentwicklung des Curriculums genutzt.

Projektteilnehmer:	Kontaktperson:
Hermann Oelsner Günther Schmiedt Axel Schwarz Rainer Spöllmink	Axel Schwarz Schulzentrum SII Utbremen Meta-Sattlerstr. 33 28217 Bremen Tel. 0421/506413

III. Bericht: Ausbildungsintegrierter Umwelt- und Arbeitsschutz in chemischen Praktika

1. Ausgangslage

Der Chemieunterricht im allgemeinbildenden und im beruflichen Bereich erfordert eine gewisse und oft hohe Anzahl an Chemikalien. Durch die berufliche Ausbildung besonders von Chemielaboranten, Chemisch-technischen Assistenten und Biologisch-technischen Assistenten im Fachbereich Chemie unserer Schule und den damit verbundenen Chemiepraktika, war in der Vergangenheit ein großer Verbrauch. und umfangreiche Lagerhaltung von Chemikalien gegeben.

Früher wurde sowohl in Chemischen Laboratorien der Industrie und als auch in Schulen oft sehr großzügig häufig sogar fahrlässig mit vielen Chemikalien umgegangen. Dies betraf in den Schulen vor allem den Einsatz vieler sehr giftiger organischer Lösungsmittel, die Durchführung von Experimenten mit Schwermetallverbindungen sowie die sachgerechte Entsorgung umweltgefährdender Chemikalien. Die Kenntnis der Toxizität vieler solcher Chemikalien hat in den letzten zehn Jahren erheblich zugenommen. So gibt es viele Stoffe, die noch vor 10 bis 15 Jahren als relativ harmlos galten heute jedoch als cancerogen eingestuft werden. Daraufhin sind entsprechende gesetzliche Regelungen und Handlungsanweisungen erlassen worden, die eine praxisorientierte Umsetzung erfordern (Gefahrstoffverordnung, TRGS 450 ,,Umgang mit Gefahrstoffen in Schulen"; TRGS 451 „Umgang mit Gefahrstoffen im Hochschulbereich").

Die Umsetzung der Richtlinien im Schulbereich ist zum Teil immer noch unbefriedigend. Viele seit Jahren praktizierte Experimente und Vorgehensweisen, wie z.B. der Trennungsgang in der Anorganisch-qualitativen Analyse sind zum Teil noch nicht an die rechtlichen Vorgaben bzw. das gestiegene Umweltbewußtsein angepaßt worden. Ein Wunsch des Kollegiums war es deshalb, den aktuellen Wissensstand über Toxizität, Handhabung und Entsorgung von Chemikalien aufzuarbeiten und daraus folgend dann nicht notwendige Gefahrstoffe zu vermeiden oder zu ersetzen durch ungefährlichere.

Gefahrstoffe ganz aus dem Unterricht zu verbannen ist nicht praktikabel, da der verantwortungsbewußte Umgang damit zu den Ausbildungsinhalten von Chemisch-Technischen-Assistenten gehört. Zur Umsetzung dieser Ausbildungsziele sollten deshalb handlungsorientierte Unterrichtseinheiten und Lernaufgaben entwickelt werden.

Im Chemikalienlager unserer Schule hatten sich im Lauf der Jahre so viele Chemikalien angesammelt, dass deren Verwendungsbedarf sowie ihre sachgerechte Lagerung dringend überprüft werden mußte.

Ein Grund für den hohen Chemikalienbedarf und die hohen Entsorgungskosten unserer Schule bestand auch darin, dass in ähnlichen Praktika oft zu gleichen Themen bzw. Experimenten verschiedene Versuchsanleitungen mit verschiedenen Stoffen verwendet wurden. Die Experimente standen häufig isoliert für sich allein, ihre Produkte wurden nicht weiterverwendet, sondern waren Abfall. Hieraus ergab sich der Wunsch nach Koordination bzw. der Vereinheitlichung der Versuchsanleitungen, sowie das Bedürfnis nach einem neuen Curriculum für die Chemiepraktika.

Das Sammeln, die Wiederaufbereitung bzw. sachgerechte Entsorgung der Chemie-Abfälle erfordert viel Zeit, die in Anbetracht der Streichung von Lehrmeisterstellen an unserer Schule nicht mehr verfügbar war. Aus dieser Notlage sowie aus didaktischen Überlegungen heraus, war die Idee entstanden, die Entsorgungsmaßnahmen soweit wie möglich in den Praktikumsunterricht zu integrieren. Dies erforderte umfangreiche inhaltliche und organisatorische Veränderungen.

Die genannten Probleme waren den Kollegen der Fachgruppe Chemie bekannt und es existierten auch bereits individuelle und punktuelle Lösungsansätze, aber zur Erarbeitung eines gemeinsamen und umfassenden Lösungansatzes erschien uns ein Schulbegleitforschungsprojekt am besten geeignet.

Die anfängliche Zusammensetzung der Projektgruppe aus vier Lehrern ergab sich aus dem Interesse an den oben genannten Problemen und dem geplanten Lehrereinsatz in den betroffenen Praktika.

2. Vorgehen

2.1 Forschungsansatz

Am Schulzentrum SII Utbremen werden im Rahmen der Ausbildung Chemisch-technischer Assistenten/innen verschiedene chemische Praktika durchgeführt. Für die Durchführung sind rechtliche Rahmenbedingungen, wie z.B. die Gefahrstoffverordnung, die TRGS 450/451 „Umgang mit Gefahrstoffen in Schulen", die Abwassersatzung der Stadt Bremen, sowie die Ausbildungsordnung zu erfüllen. Die unterrichtliche Umsetzung dieser Vorgaben sowie auch das geschärfte Umweltbewußtsein von Schülern/innen und Lehrern/innen erforderte inhaltliche und organisatorische Umgestaltungen, die wir in dem Schulbegleitforschungsprojekt ausarbeiten wollten.
In unserem Projekt stellten wir uns folgende **Forschungsfragen**:

- Wie können wir die Umsetzung der Gefahrstoffverordnung bzw. der TRGS 450/451 „Umgang mit Gefahrstoffen in Schulen" didaktisch und methodisch verbessern?
- Welche toxischen und umweltschädigenden Verbindungen können wir in den Praktika vermeiden?
- Durch welche inhaltlichen und organisatorischen Maßnahmen können wir die Mengen von Gefahrstoffen, deren Einsatz sich nicht vermeiden läßt, verringern?
- Wie lassen sich die Chemie-Abfälle verringern?
- Wie können wir die Entsorgungskosten für Gefahrstoffe senken?
- Wie reduzieren wir den Energie- und Wasserverbrauch im Chemiebereich?
- Wie lassen sich Umwelt- und Arbeitsschutzmaßnahmen in die Planung und Durchführung von Praktikumsaufgaben integrieren?

Für die Überprüfung, ob und inwieweit unsere gefundenen Maßnahmen effektiv waren, entwickelten wir einen Schülerfragebogen. Die Ergebnisse dieser Umfrage sowie die Diskussion der erarbeiteten Projektergebnisse im Fachbereich Chemie wurden für die Weiterentwicklung des Curriculums genutzt.

2.2 Zum Projektmanagement

Zur Realisierung des Projektes war es notwendig, eine Arbeitsgruppe zu bilden. Die Gruppe mußte überschaubar sein. Auch setzten die zur Verfügung stehenden Stunden einen gewissen Rahmen. So bildete sich schließlich ein Team aus vier Kollegen. Die Zusammensetzung der Gruppe ergab sich aus dem Interesse an den oben genannten Zielen und dem Einsatz in den entsprechenden Praktika. Es wurde dann während des Projektes darauf geachtet, den Lehrereinsatz entsprechend zu planen.

Lange herrschte Unsicherheit über das Zustandekommen des SBF-Projektes. Dadurch zögerte sich die Planung und der Beginn der Projektarbeit hinaus. Nach der Diskussion über die Vorgehensweise und die Inhalte ergab sich ein erster Wechsel in der Gruppenzusammensetzung. Am Ende des zweiten Jahres erfolgte ein erneuter personeller Wechsel.

Es wurden als Schwerpunkte des Forschungsansatzes das Entwickeln von Stoffkreisläufen, das Sammeln und Aufarbeiten sowie das Vermeiden von Abfällen gewählt. Als sich herausstellte, dass die Umsetzung des Aufarbeitens von Rückständen in die Unterrichtspraxis erhebliche Schwierigkeiten bereitete, verlagerte sich die Aktivität auf das Vermeiden von Abfall und die dafür nötige Organisation der Praktika.

Die Besprechungen über die Vorgehensweise ergaben, daß sich das organische, anorganisch-quantitative und das anorganisch-qualitative Praktikum am besten für die geplanten Veränderungen eigneten. Daraufhin erfolgte eine Arbeitsteilung in der Gruppe mit den Schwerpunkten: organisch-chemisches Praktikum und anorganisch-chemische Praktika.

Es wurde keine besondere Leitung des Teams gewählt, sondern die kollegiale Form gewählt, zumal jeder Teamteil sich besonders intensiv mit seiner speziellen Thematik auseinandersetzte. Die notwendigen Besprechungen und Ausarbeitungen von Unterlagen, Vorgehensweise und Organisation der Praktika blieb Aufgabe der jeweiligen Zweiergruppe. Der Informationsaustausch in der gesamten Gruppe fand dann nach Bedarf statt. Die Zusammenarbeit intensivierte sich dann notwendigerweise zu den Foren und ganz besonders in der Abschlußphase des Projektes. Der Kontakt zur Fachgruppe wurde über die

Fachgruppensitzungen aufrechterhalten.

Auf eine wissenschaftliche Begleitung wurde verzichtet als sich die Kontaktaufnahme schwierig gestaltete und wir die Information erhielten, daß diese nicht zwingend notwendig war. Außerdem stimmten die an der Universität getroffenen Maßnahmen zur Vermeidung, Verminderung und Entsorgung nicht mit unseren Zielvorstellungen überein.

3 Ergebnisse

3.1 Umgestaltung des Praktikums Anorganisch-qualitative Analyse

3.1.1 Ausgangslage

In der Qualitativen Analyse sollen unbekannte Stoffe hinsichtlich der Art und Zahl ihrer Inhaltsstoffe untersucht werden. Dazu wurde - ursprünglich für die Analyse von Mineralien - ein sogenannter Trennungsgang entwickelt. Obwohl der Trennungsgang in der heutigen analytischen Praxis kaum noch angewendet wird, steht die klassische anorganisch-qualitative Analyse immer noch am Anfang der meisten Chemie-Ausbildungen, sowohl bei technischen als auch bei akademischen Lehrgängen. Das Hauptargument für das Erlernen des klassischen Trennungsganges in der Chemie-Ausbildung ist, dass dadurch umfangreiche Stoffkenntnisse und chemisch-analytische Fertigkeiten auf interessante Weise vermittelt und erworben werden können.

Durch die ständige Wiederholung bei der praktischen Ausführung der einzelnen Analysen prägt sich dieses Wissen auch besonders gut ein.

Trotzdem gab es einige Unzufriedenheit über das Praktikum, vor allem hinsichtlich der Arbeitssicherheit und dem Umweltschutz, aber auch hinsichtlich seines pädagogischen Nutzens.

- Da die Anleitungen zum Trennungsgang vorgegeben sind und die zugrundeliegenden Gesetzmäßigkeiten und Erfahrungen den Schülern häufig schwer zu vermitteln sind, artet die Analyse oft zu einem unüberlegten Nachkochen von Versuchsanleitungen aus und der erwünschte Lernerfolg bleibt dann gering. Dies ist besonders enttäuschend angesichts des relativ großen Zeitaufwands (280 Stunden in zwei Jahren),

der bisher zum Erlernen des klassischen Trennungsgangs aufgewendet wurde.

- Die Zahl der Schüler, die nach zwei Jahren eine Vollanalyse erfolgreich durchführen konnte, hatte in den letzten Jahren deutlich abgenommen, so dass es angebracht erschien, nach Ursachen und Veränderungen zu suchen.
- Ein weiteres Problem stellten die vielen giftigen Schwermetalle dar, die beim klassischen Trennungsgang in den zu analysierenden Proben enthalten sind. Aufgrund ihrer Giftigkeit treten bei ihrer Verwendung besondere Gesundheitsrisiken und Umweltgefährdungen auf. Außerdem ist auch ihre Entsorgung problematisch und teuer.
- Die Analysensubstanzen wurden bisher als Feststoffe an die Schüler ausgegeben, wobei aus abfüllungstechnischen Gründen häufig mehr Substanz ausgeben wird, als für die Analyse notwendig ist. Die Mehrfachverwendung der Analysenreste ist möglich, jedoch besteht eine gewisse Unsicherheit bei den weiteren Analysen, da es sein kann, dass die Substanz verunreinigt wurde und daher folgende Analysen eventuell (scheinbar) fehlerhaft ausfallen. Aus diesen Gründen bleiben immer größere Mengen an Analysenresten übrig und müssen entsorgt werden.

3.1.2 Zielsetzungen

Die genannten Probleme führten dazu, dass wir das Praktikum umgestalten wollten.

Dabei steckten wir uns **Ziele, die wir in zwei Bereiche unterteilt haben:**

A. Schülerunabhängige, organisatorische Zielsetzungen

a) Reduzierung der nachzuweisenden Schwermetallionen (ohne das Lernziel „sachgerechter Umgang mit Gefahrstoffen" zu vernachlässigen)

b) Reduzierung der Analysensubstanzportionen bei qualitativen Analysen

c) Reduzierung der eingesetzten Stoffmengen bei Nachweisreaktionen

d) Ersatz von giftigen Analysensubstanzen durch weniger gefährliche.

e) Überarbeitung der Arbeitsanleitungen entsprechend den obigen Zielen

f) Erstellung eines Praktikumscripts für Schüler.

B. Unterrichtsorganisatorische und inhaltliche Ziele hinsichtlich Arbeitssicherheit und Umweltschutz

a) Kennenlernen rechtlicher Regelungen zur Arbeitssicherheit
(Gefahrstoffverordnung GefStV, TRGS 451, Richtlinien für Laboratorien)

b) Kenntnisse der Stoffeigenschaften und verantwortlicher Umgang mit Gefahrstoffen

c) Durchführung von Nachweisreaktionen mit möglichst kleinen Stoffmengen (Tüpfelreaktionen, mikroskopische Nachweise)

d) Überlegtes, sicheres Experimentieren

e) Kenntnisse und Anwendung der vorgeschriebenen Entsorgungswege, Integration von Recycling und Entsorgung in das Praktikumsprogramm

3.1.3 Umsetzung der Zielvorstellungen

3.1.3.1 Schülerunabhängige, organisatorische Zielsetzungen und ihre Umsetzung

3.1.3.1.1 Reduzierung der nachzuweisenden Schwermetallionen

In Abstimmung mit den hauptsächlich im Praktikum eingesetzten Lehrern wurde beschlossen, die stark ökotoxischen Elemente Quecksilber, Arsen und Cadmium nicht mehr im Praktikum Anorganisch-qualitative Analyse einzusetzen. Der Umgang mit ihnen birgt viele Gesundheitsrisiken und verlangt sehr gute theoretische Kenntnisse, so dass die Vermittlung ihrer Chemie in einem Schüler-Praktikum nicht empfehlenswert ist.

3.1.3.1.2 Reduzierung der Analysensubstanzportionen bei qualitativen Analysen

Um die übrigbleibenden Reste von Analysenmischungen in der qualitativen Analysen zu verringern, haben wir häufig statt Feststoffen Analysenlösungen benutzt. Jeder Schüler erhielt 10 mL Probelösung, die die Ionen in einer Konzentration von ungefähr 0,02 mol/L (Anionen 0,1 mol/L) enthielten. Zum Abfüllen wurden Stammlösungen der Einzelsubstanzen mit der Konzentration 0,1 mol/L zusammenpipettiert oder bereits fertig gemischte Lösungen

verwendet. Die Durchführung der Analysen mit flüssigen Proben erwies sich nach einer kurzen Eingewöhnungsphase als unproblematisch. Die Volumina reichten gut aus. (Siehe Anlage 1.1 Praktikumsleitfaden "Arbeitshinweise")

Da in der Laborpraxis die zu analysierenden Proben jedoch häufig fest sind und zunächst gelöst werden müssen, muss auch weiterhin die Analyse fester Proben geübt werden.

3.1.3.1.3 Reduzierung der eingesetzten Stoffmengen bei Nachweisreaktionen

Um den Chemikalienverbrauch und die Abfallmengen bei Nachweisreaktionen zu verringern haben wir in den Arbeitsanleitungen (Siehe Anhang 1.2-1.10) soweit möglich die Stoffportionen genau vorgegeben und auf möglichst kleine Mengen reduziert. Deshalb sind häufig Reaktionen auf der Tüpfelplatte oder mikroskopische Nachweise angegeben.

Auch die Größe der Reagenzgläser, die an den Schülerarbeitsplätzen vorhanden sind, wurde verringert, weil große Reagenzgläser dazu verleiten größere Stoffportionen einzusetzen.

3.1.3.1.4 Ersatz von giftigen Analysensubstanzen durch weniger gefährliche

Die Technik der qualitativen Analyse wurde bisher hauptsächlich durch das Abarbeiten des klassischen Trennungsganges geübt. In der Praxis wird der Trennungsgang von CTAs und Chemielaboranten jedoch nur selten durchgeführt. Deshalb erschien es im Hinblick auf die Arbeitssicherheit und den Umweltschutz gerechtfertigt und angebracht, das analytische Arbeiten an anderen ungefährlicheren Stoffgemischen üben und erlernen zu lassen. Wir haben deshalb im Praktikum mehr Zeit reserviert für Analysen von Stoffen aus dem Alltag von Schülern, u.a. wurden Haushaltschemikalien analysiert, sowie Boden und Wasserproben im Rahmen des Ohlenhof-Projekts untersucht. Die

größere Alltagsbezogenheit der Analysen wirkte sich außerdem positiv auf die Arbeitsmotivation der Schüler aus.

3.1.3.1.5 Überarbeitung der Arbeitsanleitungen im anorganisch-chemischen Praktikum

Bei der Überarbeitung der Arbeitsanleitungen wurde versucht, die Stoffmengen möglichst gering zu halten und ihre Angabe so konkret wie möglich zu formulieren. Außerdem wurden jeweils Entsorgungshinweise in die Anleitungen aufgenommen.

3.1.3.1.6 Erstellung eines Praktikumscripts für Schüler, sowie Hinweise für Lehrer

Um die Praktikumsorganisation im Sinne unserer Ziele zu gestalten, haben wir ein Praktikumsscript zur Einführung in die Praktikumsarbeit entworfen, das der Fachberatung als Diskussionsgrundlage für eine Vereinheitlichung dienen soll. Außerdem wurden Hinweise für Lehrer zu verschiedenen Arbeitsblättern erstellt.

3.1.3.2 Unterrichtsorganisatorische und inhaltliche Ziele hinsichtlich Arbeitssicherheit und Umweltschutz und ihre Umsetzung

3.1.3.2.1 Kennenlernen rechtlicher Regelungen zur Arbeitssicherheit (Gefahrstoffverordnung, TRGS 451, Richtlinien für Laboratorien)

Zur Einführung in das Thema „Arbeitssicherheit" und zum Kennenlernen rechtlicher Regelungen zur Arbeitssicherheit verwendeten wir einen Videofilm der Berufsgenossenschaft Chemie „Sicher arbeiten mit Gefahrstoffen, Teil 1". Als Begleitmaterial dazu wurde ein Arbeitsbogen mit Aufgaben zum Film sowie weitere Fragen zur Arbeitssicherheit (siehe Anlage1.1Gefahrstoffe, Fragen, Antworten) erarbeitet.

Zur Demonstration von Gefahren beim Umgang mit Chemikalien findet jeweils am Beginn des Schuljahres eine gemeinsame Veranstaltung für BTA-, CTA- und PTA-Klassen statt.

3.1.3.2.2 Kenntnisse der Stoffeigenschaften und verantwortlicher Umgang mit Gefahrstoffen

Bei einer Umfrage am Ende der CTA-Unterstufe beklagten viele Schüler, dass sie trotz des ständig wiederholten Gebrauchs der Stoffe aus ihren Reagenziensätzen zu wenig über deren Eigenschaften und Gefahren wüssten. Zu diesem Punkt sollten noch Verbesserungsmöglichkeiten überlegt werden.

3.1.3.2.3 Durchführung von Nachweisreaktionen mit möglichst kleinen Stoffmengen (Tüpfelreaktionen, mikroskopische Nachweise)

Trotz der in den Anleitungen (siehe Anlage1.2-1.10) vorgeschlagenen Reduzierung der Stoffmengen bei den Analysengängen und den Nachweisreaktionen hat sich gezeigt, dass die Schüler immer wieder dazu ermahnt und ermuntert werden mussten.

3.1.3.2.4 Überlegtes, sicheres Experimentieren in der anorganisch-qualitativen Analyse

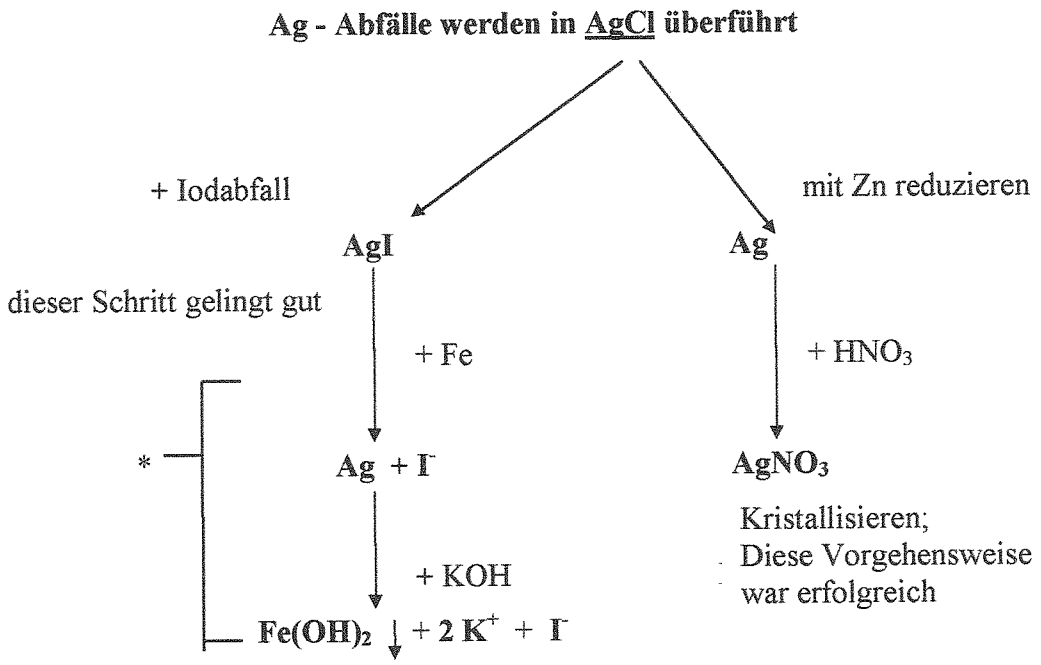
Bei der Durchführung der Analysengänge haben wir versucht, die Schüler durch ein vorgegebenes Beobachtungsschema (siehe Anlage 1.1 Praktikumsleitfaden S.4) zum Nachdenken und zur Interpretation der Beobachtungen anzuleiten.

3.1.3.2.5 Kenntnis und Anwendung der vorgeschriebenen Entsorgungswege, Integration der Entsorgung und des Recyclings in das Praktikum

Ein wichtiger Projektansatz bestand im überlegten Sammeln und Aufarbeiten von Abfällen. Der zu entsorgende Abfall sollte durch Niederschlagsbildung im Volumen reduziert und entsorgt werden oder durch Aufarbeiten der Rückstände eingesetzter kostspieliger Reagenzien, wie z.B. Silbernitrat, einer Rückgewinnung und Wiederverwertung zugeführt werden.

Die Überlegungen führten zu folgenden Maßnahmen in den anorganisch-chemischen Praktika:

- Getrennte Sammelgefäße für Silber- und Chromatabfällen
- Aufarbeitung der Silberabfälle zu Silbernitrat und Recycling von Kaliumiodid



* Zugrundeliegende Reaktionsschritte:

$$Fe + H_2SO_4 \longrightarrow 2\,H + FeSO_4$$

$$AgI + n\,H \longrightarrow Ag\downarrow + HI$$

$$FeSO_4 + HI + 3\,KOH \longrightarrow Fe(OH)_2\downarrow + KI + K_2SO_4$$

fraktionierte Kristallisation von KI/K_2SO_4: $L_{20}(KI) = 144{,}5g/100gH_2O$

$L_{20}(K_2SO_4) = 11{,}1g/100gH_2O$

Das Recycling von Silbernitrat nach dem obigen Vorgehen war problemlos.
Bei dem Recycling von Kaliumiodid erhielten wir noch kein befriedigendes Ergebnis. Der erste Schritt, die Umsetzung des AgCl mit dem Rohiod gelingt problemlos. Die Reduktion mit dem Eisen insbesondere die Abtrennung des Eisenhydroxids bereitete Schwierigkeiten und konnte noch nicht zufriedenstellend gelöst werden.

- Ein gemeinsames Sammelgefäß für „Schwermetallhaltige Lösungen" (siehe Anhang1.11 Entsorgung und Recycling)
- Zum Kennenlernen der Entsorgungstechniken und –regelungen wurde versucht am Ende der Unterstufe, als thematisch die Ammoniak- und Ammoniumsulfidgruppe behandelt worden war, die Schwermetallabfälle im Praktikum zu fällen und zu entsorgen. Da zur gleichen Zeit jedoch ein anderes fächerübergreifendes Unterrichtsprojekt stattfand und außerdem das Schuljahr zu Ende ging, blieb es jedoch für die Schüler nur bei den theoretischen Vorbereitungen (siehe Anhang1.11 Entsorgung und Recycling sowie 1.12 Schwermetallgefahren). Da im anorganisch-qualitativen Praktikum relativ geringe Mengen anfallen, werden die Schwermetallabfälle gemeinsam, ungetrennt in einem Behälter gesammelt. Es fällt dann mit der Zeit eine größere Menge Flüssigabfall an. Dieser soll dann durch Überführen der Schwermetallanteile in Sulfide bzw. Hydroxide gereinigt werden. Ist die flüssige Phase nicht dem Abwasser zuführbar, wird diese durch einfaches Verdunsten weiter verringert. (Siehe Anhang 1.11 Entsorgung und Recycling)

3.2 Umgestaltung des Praktikums Anorganisch-quantitative Analyse

Im Vergleich mit dem qualitativen Praktikum fallen im quantitativen erheblich größere Rückstandsmengen an, da alle Schüler die gleich Analyse in mehrfacher Bestimmung durchführen. Hier sollte darauf geachtet werden, solche Analysen zu wählen, bei denen nur unproblematische Stoffe zum Einsatz kommen oder das Arbeiten mit problematischen einzuschränken.

3.2.1 Entsorgung der Abfälle im Praktikum Anorganisch-quantitative Analyse

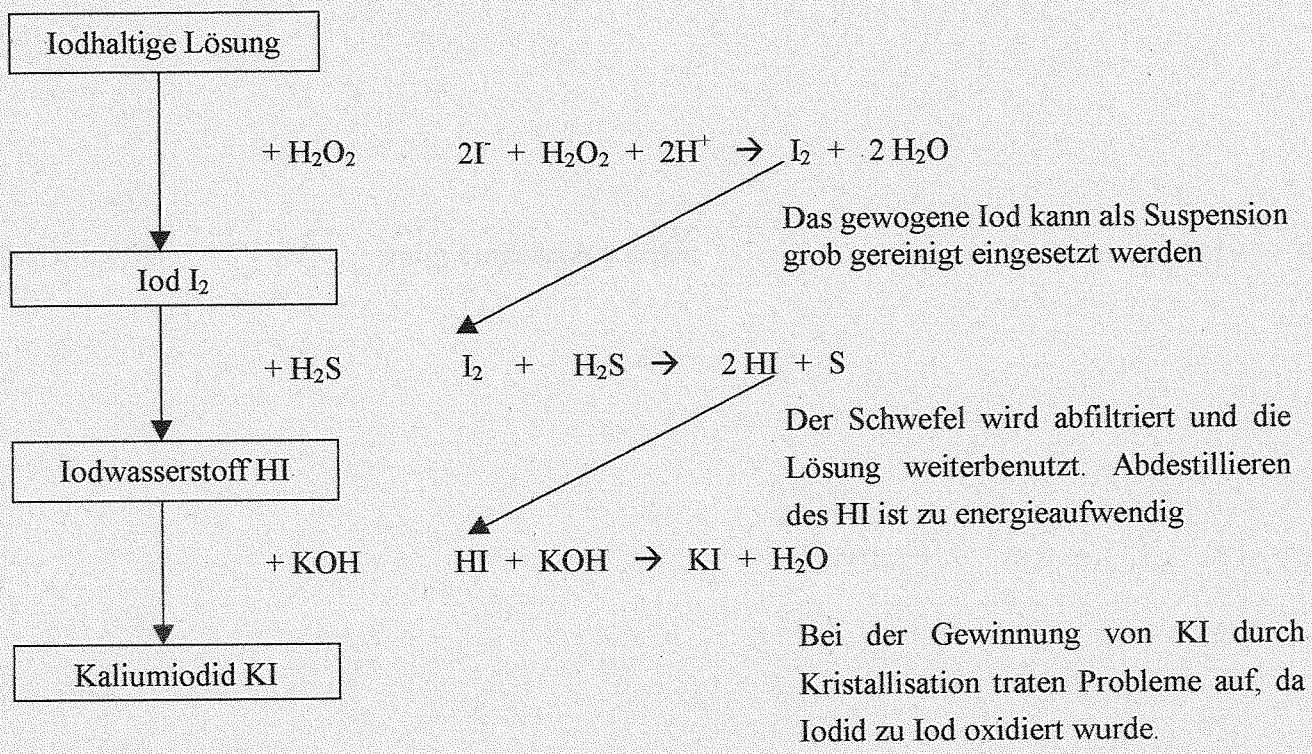
Von den bedenklichen Stoffen, die weiterhin im Unterricht eingesetzt werden, blieben schließlich Barium (Ba), Nickel (Ni) und Chromat (CrO_4^{2-}). Diese Abfälle werden getrennt gesammelt und entsprechend aufgearbeitet.

- Bariumabfälle werden zu Bariumsulfat bzw. Bariumcarbonat umgesetzt, der Niederschlag abgetrennt und mit den festen Schwermetallabfällen entsorgt (siehe Anhang 1.13.Ag und Ba-Resteflaschen).
- Die festen Nickeldiacetylniederschläge werden kommen ebenfalls in den Schwermetallabfallbehälter.
- Die Chromatabfälle werden nach Reduktion zu Chrom(III) als Hydroxid abgetrennt und entsorgt. Dabei wurde in der Berufsschulklasse der Ver- und Entsorger die Chromatkonzentration der Abfalllösung bestimmt. Mit dem Ergebnis wurde berechnet, wieviel Eisen-(II)sulfat für die Reduktion benötigt wird.

3.2.2 Aufarbeitung von Abfällen im Praktikum Anorganisch-quantitative Analyse

Hier im quantitativen Bereich ergab sich nun zusätzlich die Möglichkeit, Abfälle der **Wiederverwertung** zuzuführen. Besonders eignen sich dafür die **Rückstände der Argentometrie und Iodometrie**. Es wurde die Literatur durchforscht und eigene Überlegungen angestellt, ob eine Kombination der Aufarbeitung von Silber und Iod möglich sei. Die Silberrückgewinnung als Silbernitrat war einigermaßen erfolgreich. Bei der Aufarbeitung von Iod ergaben sich erhebliche Schwierigkeiten, da sich diese Substanz im Umgang als heikler erwies. Angestrebt wird daher nicht die Rückgewinnung in elementarer Form sondern die Gewinnung von Kaliumiodid.

3.2.2.1 Aufarbeitung iodhaltiger Abfälle zu Kaliumiodid



Beim Versuch die Abfälle während des Praktikums aufzuarbeiten (siehe Anhang 1.16 Iodometrie und Iodrecycling) bzw. die günstigste Vorgehensweise zu ermitteln zeigten sich folgende Probleme:

- Der gesammelte Abfall musste wieder verteilt werden (ca.16 Schüler). Dies förderte einen weiteren zusätzlichen Einsatz von Reagenzien.
- Die auftretenden Schwierigkeiten konnten von den Schülern nicht bewältigt werden, da die notwendigen praktischen und theoretischen Kenntnisse nicht oder noch nicht vorhanden waren. Es müssen gute, einfach nachvollziehbare Vorschriften vorliegen, was momentan noch nicht der Fall ist. Die vorhandenen Unterlagen und Vorarbeiten erwiesen sich als zu unzureichend für eine Verwendung im Praktikum.

So musste das Recycling der Laborabfälle zurückgestellt werden und das Vermeiden sowie Minimieren von Abfällen blieb der Hauptansatz unseres Projektes.

3.2.3 Vermeidung problematischer Abfälle

Ein Ansatzpunkt zur Vermeidung problematischer Abfälle war die Durchführung verschiedener Versuche mit Kationenaustauschern (siehe Anhang 1.17). Die verwendeten Reagenzien und die entstehenden Abfälle sind ökologisch und toxikologisch unbedenklich. Zum einen wurde die Austauschkapazität mit Hilfe einer Calciumchloridlösung komplexometrisch bestimmt (siehe Anhang 1.18 Austauschkapazität), zum anderen der Kationengehalt von Leitungswasser durch eine Säure-Base-Titration ermittelt.

3.2.4 Reduzierung von Reagenzien- und Abfallmengen

Die Möglichkeit Reagenzien- und Abfallmengen zu reduzieren, wurde in der Iodometrie überprüft. Die Schüler sollten als Arbeitsaufgabe überprüfen, ob der in der Literatur durchgängig angegebene Einsatz von ca. 2g Kaliumiodid bei iodometrischen Bestimmungen notwendig ist. Arbeitsteilig wurden von den Schülern bei der Bestimmung von Iodat verschiedene Mengen Kaliumiodid eingesetzt. Dabei zeigte sich, dass 1,5g bei den gegebenen Bedingungen ausreichten, aber auch nicht unterschritten werden sollten. Neben der dadurch aufgezeigten Möglichkeit zur Reduzierung des KI-Zusatzes um 25 %, erscheint uns dieser Versuch auch als Arbeitsaufgabe sehr sinnvoll. Das Prinzip der Aufgabe läßt sich auf andere ähnliche Bestimmungen übertragen. (Siehe Anhang 1.19 Kaliumiodidverbrauch bei iodometrischen Bestimmungen)
Auch die Reduzierung der Konzentrationen von Maßlösungen von 0,1 molar auf 0,01 molar zeitigte annehmbare Ergebnisse und wird weiter verfolgt.
Weiterhin wurde ähnlich wie bei der qualitativen Analyse nach fragwürdigen Reagenzien geforscht und daraufhin z.B. auf Urtiter wie Bleichlorid in der Komplexometrie oder Arsenik in der Iodometrie verzichtet.

3.3 Umgestaltung des organisch -chemischen Praktikums

Das Praktikum wird in drei verschiedenen Berufsgruppen durchgeführt (Biologisch-technische Assistenten, Chemisch-technische Assistenten, Chemielaboranten). Die Umgestaltung des Praktikums soll den Einsatz des Konzeptes in allen drei Berufsgruppen ermöglichen. Die für das Forschungsvorhaben formulierten Forschungsfragen sind im organischen chemischen Praktikum unter besonderen fachspezifischen Aspekten zu bearbeiten. Um diese zu verdeutlichen, soll zunächst die Ausgangsproblematik für das organisch-chemische Praktikum (OC Praktikum) erklärt werden.

3.3.1 Ausgangsproblematik für das OC-Praktikum

Ziel des bisherigen Praktikums war, den Schülern die grundlegenden Arbeitsmethoden und Reaktionsmechanismen für die Herstellung von organisch chemischen Präparaten zu vermitteln. Bei der Durchführung des Praktikums führte das wiederholt zu folgenden Problemen:

- die Reaktionsmechanismen waren zu kompliziert und konnten von einem Teil der Schüler nur mit einem großen theoretischen Aufwand nachvollzogen werden.
- den Schülern konnte der komplexe Zusammenhang zwischen der Reaktionsführung und den einzelnen Arbeitsschritten nicht immer vermittelt werden, so dass die Arbeitsvorschriften oft nur mechanisch ausgeführt wurden.
- für die Entsorgung der Chemikalien gab es keine Logistik
- der Energie und Wasserverbrauch hatte keine Bedeutung bei der Versuchsdurchführung
- die Vermittlung der Arbeitsschutzvorschriften und der Gefahrstoffverordnung war ineffektiv und erfolgte durch schriftliche und mündliche Hinweise der Lehrer
- die Ansätze bei der präparativen Arbeit waren zu groß
- es wurde eine große Anzahl verschiedener Präparate hergestellt, was zu einer großen Anzahl verschiedener toxischer Abfallstoffe führte

Die o.a. Probleme erforderten eine völlige Neuorganisation des OC-Praktikums. Dafür haben wir uns neue Ziele gesetzt, die im folgenden Kapitel beschrieben werden.

3.3.2 Neue Zielsetzung im OC-Praktikum

Die Neuorganisation des OC-Praktikums haben wir in zwei Zielbereiche unterteilt:

A. Die Umgestaltung der Labororganisation, unter Berücksichtigung der gestellten Forschungsfragen. In diesem Bereich haben wir die Rahmenbedingungen für die neu formulierten Lernziele der Schüler geschaffen. Wir nennen diesen Bereich im folgenden Text „Schülerunabhängige Organisation"

Hier haben wir uns folgende Ziele gesetzt:

- Sparsamer Umgang mit den laborüblichen Energieträgern
- Substitution toxischer Chemikalien durch weniger toxische
- Senkung der Entsorgungskosten
- Verminderung des Chemikalieneinsatzes
- Anwendung von Stoffkreisläufen bei der Herstellung von Präparaten
- Bildungsübergreifender Einsatz der Arbeitsvorschriften

B. Der zweite Lernzielbereich befaßt sich mit der neuen Lernorganisation unter Berücksichtigung der gestellten Forschungsfragen. Wir nennen diesen Bereich im folgenden Text „Schülerabhängige Lernorganisation". Hier haben wir uns folgende Ziele gesetzt:

- Umgang mit der Gefahrstoffverordnung
- Datenbeschaffung für die Versuchsdurchführung
- Arbeitsschutz als Bestandteil der Versuchsdurchführung
- Förderung der eigenständigen Tätigkeit der Schüler im Labor
- Förderung der Teamfähigkeit/Kooperationsfähigkeit
- Erlernen übersichtlicher Arbeitsstrukturen
- Anwendung von Kenntnissen aus anderen Lernbereichen

3.3.3 Konkrete Umsetzung der Ziele in die Praxis

Das Praktikum wird am SZ II Utbremen in den Ausbildungsgängen für Chemisch-technische-Assisstenten, Biologisch-technische-Assistenten in der Unter- und Oberstufe sowie den Chemielaboranten im dritten Ausbildungsjahr durchgeführt.

In der Unterstufe der Ausbildung befassen wir uns mit grundlegenden Arbeitstechniken: dem Trennen von Stoffgemischen, der Identifikation von Stoffen und der Herstellung von einfachen Präparaten.

Am Ende der Unterstufe wird mit den CTA`s ein fächerübergreifendes Weinprojekt durchgeführt. In dem Projekt sollen die Schüler die in der Unterstufe erlernten Arbeitstechniken anwenden. Für die Unterstufe aller Ausbildungsgänge haben wir folgendes Programm entwickelt:

Programm für das OC-Praktikum Unterstufe

I. Arbeitsschutz und Umgang mit den Energieträgern

1. Sicherheitsbelehrung (8 Std.)

a) Brandschutz
   Eine allgemeine Belehrung über den Brandschutz wird in einer zentralen Veranstaltung erfolgen. Die laborspezifischen Brandschutzeinrichtungen im Labor sind noch zu erklären.

b) Betriebsanweisung
   Die Bedeutung der Betriebsanweisung erklären.
   Eine Betriebsanweisung wird von den Schülern zu folgenden Stoffen erstellt: Benzol. Tetrachlorkohlenstoff, 2-Propanol, Ethanol, Diethylether (Unterschiedliche R- und S-Sätze in der Literatur ansprechen) Anhand der Stoffkonstanten und der Toxizität der Substanzen werden im Unterrichtsgespräch die geeigneten Substanzen für den folgenden Versuch (Heizen) ausgewählt (Ethanol u. 2-Propanol) und die Entsorgung besprochen.
   Eine Rückflussapparatur wird auf- und abgebaut und eine Zeichnung mit Hilfe der Pictogramme erstellt.

2. Erzeugung, Messung und Regelung von Temperaturen (8 Std.) s. Anhang 2.1
   Das Aufheizen von Flüssigkeiten mit der Pilzheizhaube und dem Wasserbad. Erstellen eines Temperatur-Zeit-Diagramms. Protokollführung

II. Arbeitstechniken: Trennen von Stoffgemischen

1. Destillation s.Anhang 2.2.1
   a. Normaldestillation (Ethanol / n-Butanol) (4 Std.)
   b. Rektifikation (Ethanol / n-Butanol) (4 Std.)

2. Wasserdampfdestillation (8Std.) s. Anhang 2.2.2
   a. Wasserdampfdestillation von Drogen
   b. Flüssig/flüssig -Extraktion mit dem Schütteltrichter

3. Extraktion mit der Soxhlet-apparatur (4Std.) s. Anhang 2.2.3
   fest/flüssig Extraktion
   Abziehen der eingesetzten Lösemittel mit dem Rotationsverdampfer
4. Vakuumdestillation (4Std.) s. Anhang 2.2.4
5. Anwendung der Destillation (12 Std.)
   Aufarbeitung vorliegender Gemische aus anderen Praktika
6. Umkristallisation (8 Std.) s. Anhang 2.2.5
   Trennung fester Stoffgemische

III. Identifizierung und Reinheitsbestimmung

1. Bestimmung der Schmelztemperatur (4 Std.) s. Anhang 2.3.1
2. Bestimmung der Mischschmelztemperatur (8 Std.) s. Anhang 2.3.1
3. Elementaranalyse (8Std.) s. Anhang 2.3.2
4. Charakterisierung der Substanzen s. Anhang 2.3.3
   Bestimmung der funktionellen Gruppen
5. IR-Spektroskopie s. Anhang 2.3.4

IV. Präparate

1. Absolutierung von Ethanol ,96% s. Anhang 2.4.1
2. Herstellung von aliphatischen Ester s. Anhang 2.4.2

V. Projekt

Herstellung und Untersuchung von Wein

Programm für das OC-Praktikum Oberstufe:

I: Sicherheitsbelehrung

II. Durchführung des Benzoesäurestoffkreislaufes

1. Herstellung von Benzoesäureethylester s. Anhang 2.5.1
2. Herstellung von Benzoesäure aus Benzoesäureethylester s. Anhang 2.5.2
3. Herstellung von Benzoylchlorid s. Anhang 2.5.3
4. Herstellung von Benzamid s. Anhang 2.5.3
5. Herstellung der Benzoesäure aus Benzamid s. Anhang 2.5.4

III. Kohlenhydrate

1. Untersuchung von Eigenschaften und funktionellen Gruppen in Monosacchariden und organischen Naturstoffen. s. Anhang 2.6.1
2. Spaltung von Glucose mit Perjodat
   Ruff Abbau s. Anhang 2.6.2
3. Spaltung von Saccharose zu Glucose und Fructose s. Anhang 2.6.3
4. Stärkeuntersuchung unter dem Mikroskop s. Anhang 2.6.4
5. Hydrolyse von Amylose s. Anhang 2.6.5
6. Zuckerbestimmung nach Luff-Schorl s. Anhang 2.6.6
7. Refraktrometrische Zuckerbestimmung
   Polarimetrische Zuckerbestimmung s. Anhang 2.6.7

IV. Herstellung und Qualitätsbestimmung von Acetylsalicylsäure

1. Herstellung der ASS s. Anhang 2.7.1
2. Reinheitsbestimmung der ASS s. Anhang 2.7.2

- Volumetrische Konzentrationsbestimmung
- IR- Untersuchung
- Chromatographische Untersuchung

Im weiteren Verlauf der Beschreibungen werden wir uns auf dieses Programm der Unter -und Oberstufe beziehen und die Auswirkungen auf die Neuorganisation des OC-Praktikums erläutern. Wie o.a. werden wir die Unterteilung „Schülerabhängige und Schulerunabhängige Organisation" vornehmen.

3.3.3.1 Schülerunabhängige Organisation des OC-Praktikums

3.3.3.1.1 Verminderung des Chemikalieneinsatzes

Bei Versuchen in denen wiederholt die gleichen Chemikalien verwendet werden, ohne das diese verbraucht werden, wird eine Vorratsflasche mit der entsprechenden Substanz angelegt. Nach der Versuchsdurchführung wird die Substanz in die Vorratsflasche zur Wiederverwendung zurückgeführt. Diese Möglichkeit trifft auf die Unterstufenversuche Messung und Regelung der Temperatur, Destillation und Extraktion zu. Bei den Übungen zur

Umkristallisation (Unterstufe), wird durch den Einsatz von Schülerpräparaten aus der Oberstufe, Benzoesäure u. ASS, der Chemikalieneinsatz reduziert. Außerdem werden die Chemikalien dadurch gereinigt und können nach der Reinigung in der Oberstufe wieder für die Synthese eingesetzt werden.
Es ist in organischen Praktika der Oberstufe üblich mit Aromaten zu experimentieren. Wir haben den Bereich der Aromatenchemie durch eine Ausweitung der Chemie der Kohlenhydrate ersetzt. Dafür sprechen mehrere Gründe:

1. Die Aromaten sind alle toxisch
2. Die Aufarbeitung ist schwierig, wodurch unnötige Entsorgungskosten entstehen
3. Die Kohlenhydratchemie ist experimentell vielfältiger
4. Die Experimente mit den Kohlenhydraten sind eine sinnvolle Ergänzung zum Theorieunterricht

Bei der Herstellung von Präparaten besteht die einfachste Möglichkeit der Stoffmengenreduzierung in der Durchführung sogenannter **½ Ansätze**. Darunter ist zu verstehen, dass die in den laborüblichen Arbeitsvorschriften vorgesehenen Stoffmengen um die Hälfte reduziert werden.
Alle Arbeitsvorschriften zur Herstellung von Präparaten in der Unter- und Oberstufe sind entsprechend überarbeitet.
Eine andere Möglichkeit ist die **Durchführung von Stoffkreisläufen**. Dabei werden aus einem Ausgangsstoff verschiedene Folgepräparate hergestellt. Am Ende des Kreislaufs entsteht wieder der Ausgangsstoff. Für die Durchführung unseres Praktikums haben wir einen Stoffkreislauf entwickelt. Ausgangsstoff ist die Benzoesäure , daraus werden aufeinanderfolgende Derivate hergestellt.

Stoffkreislauf der Benzoesäure

1.Stufe: Veresterung von **Benzoesäure** mit Ethanol
2.Stufe: Herstellung von Benzoesäure aus dem Benzoesäureethylester
3.Stufe: Herstellung von Benzoylchlorid aus Benzoesäure
4.Stufe: Herstellung von Benzamid aus Benzoylchlorid
5.Stufe: Hydrolyse von Benzamid zu **Benzoesäure**

Die am Ende des Kreislaufes wiedergewonnene Benzoesäure kann erneut in den Kreislauf eingegeben werden.

Da der Stoffkreislauf in unserem Forschungsvorhaben eine besondere Bedeutung hat, wird im folgenden Absatz näher begründet, weshalb wir ihn für das Praktikum der Oberstufe ausgewählt haben.

- Der Kreislauf beginnt mit einer leicht verständlichen Veresterung, enthält in der weiteren Entwicklung aber auch schwierigere Reaktionsarten
- es wird weitgehend mit wenig toxischen Stoffen gearbeitet
- die Schüler können innerhalb des Kreislaufes alle üblichen Arbeitstechniken anwenden
- die Herstellung des Benzoylchlorids erfordert von den Schülern ein hohes Maß an Kenntnissen über den Arbeitsschutz die Gefahrstoffverordnung und deren Anwendung
- fast alle im Kreislauf eingesetzten Stoffe sind wiederverwertbar
- es fallen wenig Abfallstoffe an

3.3.3.1.2 Recycling von Chemikalien

Es ist das Ziel des Forschungsvorhabens, möglichst viele der verwendeten Chemikalien zu recyceln. Neben dem ökonomischen und ökologischem Gewinn, haben die Schüler durch die Recyclingverfahren die Möglichkeit ihre erlernten Arbeitstechniken anzuwenden. In der Unterstufe der Ausbildung sollen die Schüler ihre Erkenntnisse aus der Unterrichtseinheit Destillieren anwenden, indem sie alle (auch die aus anderen Praktika) vorliegenden organischen chemischen Lösemittel aufarbeiten.

In der Oberstufe fallen bei der Durchführung des Stoffkreislaufes einige Nebenprodukte an. Die Schüler sollen hier möglichst alle Nebenprodukte aufarbeiten. Dafür werden in den Arbeitsvorschriften extra Fließschemen für das Recycling erarbeitet (s. Anhang 2.5.3).

Die vor allem bei der Durchführung der Kohlenhydratchemie anfallenden anorganischen (z.B. Iodabfälle bei der Bestimmung nach Luff-Schorl) Abfälle werden alle gesammelt und von den Schülern im anorganischen Praktikum aufgearbeitet.

3.3.3.1.3 Entsorgung von Chemikalien

Für die Entsorgung von Chemikalien mußte ein vollkommen neues Konzept erarbeitet werden. In diesem Konzept sollen die Schüler die Entsorgung der Chemikalien selbständig und eigenverantwortlich ausführen können. Also weg von der bisherigen Praxis, dass der Lehrer nach dem Praktikum ansagt, in welches Gefäß entsorgt wird. Um die Schüler in die Entsorgung mit einzubinden, soll die Chemikalienentsorgung fester Bestandteil der Versuchsanleitung sein. Außerdem war notwendig, ein für die Schüler übersichtliches Entsorgungssystem zu entwickeln. Für die Systematisierung der Entsorgung haben wir uns an dem System der Fa. Riedel orientiert, weil die dort verwendete Klassifizierung der Entsorgungsgefäße den Schülern bereits bekannt sind. (s. Anhang 2.8)

3.3.3.1.4 Kühlwasserverbrauch im OC-Praktikum

Für die Kühlung von Destillations- und Rückflußanlagen wird viel Wasser verbraucht. Die Reduktion der Wassermengen haben wir durch verschiedene Maßnahmen erreicht:

1. Alle Kühler einer Laborzeile werden hintereinander geschaltet. Durch Messung der Endtemperatur wird gesichert, das auch im letzten Kühler noch ausreichend gekühlt wird.
2. Die Schüler stellen durch Auslitern den Kühlwasserverbrauch fest. Das Auslitern wird mit einem 1 L Becherglas durchgeführt, indem die Kühlwassermenge pro Minute gemessen wird. Die Kühlwassermenge über die gesamte Kühldauer kann dann errechnet werden.
3. Mit Hilfe einer kleinen Pumpe kann das Kühlwasser aus einem Vorratsbecken im Kreislauf durch den Kühler gepumpt werden. Die Kühlwassertemperatur kann dabei durch Eisstücke gering gehalten werden.

3.3.3.2 Schülerabhängige Organisation des OC-Praktikums

Die im Praktikum üblichen Lernmethoden (vgl.) sind für das Erreichen der in 1.2. formulierten Lernziele ungeeignet. Daher mußte ein den Forschungszielen entsprechendes methodisches Konzept entwickelt werden. Im Mittelpunkt dieses Konzeptes steht das handlungsorientierte Lernen und das fächerübergreifende Anwenden von Arbeitstechniken. Die Operationalisierung der jeweiligen Lernziele wird im folgenden Text beschrieben.

3.3.3.2.1 Umgang mit der Gefahrstoffverordnung

In der bisherigen Praktikumsdurchführung waren die Stoffdaten für die Schüler ein theoretischer Bestandteil der Vorbesprechung des Versuchs, die als „trockene Daten" mißachtet wurden. Die Bedeutung der Daten für die Versuchsdurchführung wurde den Schülern nicht bewußt. Als Informationsträger für die Daten wurden die anwesenden Lehrer während der Versuche genutzt. Mit Hilfe eines handlungsorientierten Unterrichtskonzeptes sollen die Schüler lernen, die Gefahrstoffdaten für einen Versuch systematisch zu erfassen. Für die Durchführung dieses Konzeptes haben wir eine schülergerechte Betriebsanweisung entwickelt (s. Anhang 2.9). Die Betriebsanweisung hat jeder Schüler vor dem Versuchsbeginn in eigenständiger Tätigkeit anzulegen. In die Betriebsanweisung sind alle für den Versuch notwendigen Daten aus der Gefahrstoffverordnung einzutragen. Dafür ist dort der Arbeitsblock 1 für die Eintragungen von Gefahrstoffdaten vorgesehen. Hier tragen die Schüler ein:

- Stoffname
- Gefahrenhinweise und Sicherheitsratschläge (R- u. S – Sätze)
- den Wert der maximalen Arbeitsplatzkonzentration (MAK-Wert)
- Daten zur Verordung über brennbare Flüssigkeiten (VbF-Klasse)

Die Schüler sind somit vor dem Versuchsbeginn gezwungen, sich mit den Gefahrstoffen, aktuell für diesen Versuch, auseinanderzusetzen. Dafür benutzen die Schüler die im Labor üblichen Informationsträger (Literatur, z.B. Chemikalienkataloge, Tabellenwerke, entsprechende Computerprogramme, Sicherheitsdatenblätter der Fa. Merck und Riedel). Gefahrstoffhinweise die

wiederholt vorkommen, sollen von den Schülern zur besseren Einprägung in ihrem Laborjournal systematisch katalogisiert werden.
Um die Schülererkenntnisse aus der Gefahrstoffverordnung zu überprüfen, werden regelmäßig Kolloquien durchgeführt.

3.3.3.2.2 Arbeitsschutz als Bestandteil der Versuchsdurchführung

Nach der TRGS 450/451 ist es Vorschrift am Anfang eines jeden Praktikumsjahres eine **Sicherheitsbelehrung** durchzuführen. Um langatmige Wiederholungen in den verschiedenen Praktika zu vermeiden, haben wir dafür eine für alle Bildungsgänge gemeinsame Veranstaltung zur allgemeinen Sicherheitsbelehrung eingeführt. Hier werden die für alle Laboratorien gültigen Sicherheitseinrichtungen an praktischen Beispielen demonstriert. Die jeweils fachspezifischen Arbeitsschutzregeln werden in den jeweiligen Praktika vertiefend vermittelt. Im organisch chemischen Praktikum ist wegen der häufigen Verwendung von organischen Lösemitteln der Brandschutz von besonderer Bedeutung. Die grundsätzlichen Maßnahmen des Brandschutzes werden am Anfang des Schuljahres experimentell erarbeitet. Während der Praktikumsarbeit greifen die Schüler auf diese anfänglich erlernten Arbeitsschutzkenntnisse zurück. Um die Schüler vor jeder Versuchsdurchführung anzuregen, Arbeitsschutzbestimmungen in ihre Überlegungen zur Versuchsdurchführung mit einzubeziehen, werden in die Versuchsvorschriften **Fragen zum Arbeitsschutz** eingearbeitet.(vgl Anhang 2.4.2, Herstellung von Propionsäurehexylester).

Ein wichtiges Lerninstrument für die Arbeitsschutzbestimmungen ist die **Betriebsanweisung**. Hier ist der Arbeitsblock 2 für die selbständigen Eintragungen der Schüler vorgesehen. Dort sind einzutragen:

- der Stoffname
- Löschmittel bei Bränden. Bei der Bearbeitung dieses Punktes, müssen die Schüler die Kenntnisse aus Gefahrstoffverordnung - die VbF-Klasse - mit einbeziehen
- Erste Hilfe Maßnahmen bei Kontakt mit Haut oder Auge

Bei der Bearbeitung dieses Punktes müssen die Schüler die R- und S-Sätze aus der Gefahrstoffverordnung mit berücksichtigen

Für Arbeitsschutzmaßnahmen beim Umgang mit giftigen Stoffen, lernen die Schüler Schlußfolgerungen aus den MAK-Werten zu ziehen.
Beim Umgang mit krebserzeugenden Stoffen (haben keinen MAK-Wert), sollen die Schüler mit den TRK-Werten dieser Stoffe umgehen können, indem sie die entsprechenden Arbeitsschutzmaßnahmen -z.B. Abzug, Gasmaske usw.- daraus ableiten lernen.
In dem von uns in diesem Forschungsprojekt durchgeführten Stoffkreislauf ist die Herstellung von des toxischen Benzoylchlorids -unter Verwendung von toxischen Thionylchlorid- vorgesehen. Im Rahmen der Berufsausbildung wollen wir bewußt nicht auf diesen Arbeitsschritt in dem Kreislauf verzichten, weil die Schüler auch lernen müssen mit giftigen Stoffen umzugehen, indem sie den entsprechenden Arbeitsschutz anwenden lernen.
Mit Hilfe der Betriebsanweisung lernen die Schüler, wie sie an die für den Arbeitsschutz wichtigen **Informationen** gelangen und sie erlernen den Umgang mit der dafür vorliegenden Literatur und Computersoftware. In der Vorbesprechung zur Versuchsdurchführung soll die Bearbeitung der Fragen zum Arbeitsschutz gleichbedeutend mit der Versuchsdurchführung behandelt werden.

3.3.3.2.3 Das Erlernen übersichtlicher Arbeitsstrukturen

Die Schüler haben bei der Versuchsdurchführung die Tendenz, die Versuchsvorschrift wie ein Rezept abzuarbeiten. Diese Arbeitsweise führt häufig zu Fehlern in der Versuchsdurchführung. Allein eine gründliche Vorbesprechung der Versuche reicht nicht aus, um dieses Problem zu beseitigen. Damit die Schüler alle im Versuch ablaufenden Arbeitsschritte und die notwendigen theoretischen Zusammenhänge durchdenken lernen, haben wir das Anlegen eines Fließschemas eingeführt (s. Anhang 2.5.3).
Das **Fließschema** ist eine graphische Vereinfachung der Versuchsanleitung. Für die graphische Darstellung sind Funktionssymbole eingeführt, durch die der Ablauf dargestellt wird. Durch die Erstellung des Fließschemas sind die Schüler

gezwungen, sich mit dem Versuchsablauf auseinanderzusetzen, weil nur das Verständnis der einzelnen Arbeitsschritte den Schülern die Abstraktion auf eine Grafik ermöglicht.
Das Fließschema wird die Entscheidungskompetenz der Schüler während des Versuchsablaufs stärken, indem es den Schülern über alle Arbeitsschritte eine schnelle Übersicht ermöglicht. Da die Entsorgung oder Weiterverarbeitung von Abfallstoffen ein integrierter Bestandteil des Versuchs sind, werden diese Arbeitsschritte in das Fließschema mit einbezogen. Bei umfangreicheren Recyclingverfahren, erschien es uns der besseren Übersicht wegen sinnvoll, extra Fließbilder zu erstellen. Dieses ist beispielsweise bei der Chlorierung von Benzoesäure der Fall(s. Anhang 2.5.3).

3.3.3.2.4 Förderung der Teamfähigkeit /Kooperationsfähigkeit

Zur Förderung der Teamfähigkeit und Kooperationsfähigkeit der Schüler mußten für das Forschungsprojekt komplexe Aufgabenstellungen erstellt werden, die ein arbeitsteiliges Arbeiten ermöglichen. Es arbeiten jeweils 2 Schüler in einer Gruppe.
Am Beispiel der Herstellung der Acetylsalycylsäure sollen die Möglichkeiten einer Arbeitsteilung in den jeweiligen Arbeitsschritten erklärt werden.

Versuchsvorbereitung:

- Aufbau der Anlage, Erstellung der Stoffdaten, Erstellung des Fließdiagramms
  Bereitstellung der notwendigen Chemikalien
- Stoffsynthese
  Beobachtung des Syntheseverlaufes, Reinigung der bisher verwendeten Geräte, Vorbereitung der Stofftrennung, Stofftrennung, Reinigung durch Umkristallisation, Trocknung des Produkte
- Reinheitsbestimmung
  Erstellung eines IR-Spektrums, Schmelzpunktbestimmung, Volumetrische Bestimmung der Reinheit, Chromatographische Untersuchung

Da den Schülern für die gestellten Aufgaben ein Zeitlimit gesetzt wird, ist für die Bewältigung der Aufgaben ein kooperatives Zusammenwirken notwendig. Die Schüler lernen die Arbeiten sinnvoll aufzuteilen, damit die Arbeiten in der vorgegebenen Zeit erledigt werden. Da auch die Ausbeute und die Reinheit des Produktes benotet werden, lernen die Schüler ihre Aufgaben im Interesse des Teams verantwortlich durchzuführen.

3.4 Evaluation der pädagogischen Zielsetzungen

Zur Auswertung der o.g. Zielsetzungen haben wir als Methode zur Evaluation einen Schülerfragebogen entwickelt. Wir wählten die schriftliche Befragung anhand von 32 geschlossenen Fragen. Schwerpunkt des Fragebogens ist die Frage, wie wir die pädagogischen, didaktischen und methodischen Zielsetzungen im Unterricht umsetzen konnten.
Der Fragebogen wurde von 3 Klassen mit insgesamt 29 Schüler und Schülerinnen am Schluss des Schuljahres ausgefüllt:

1. Chemisch-technische Assistenten Oberstufe Schuljahr 97/98 (N = 12)
2. Chemisch-technische Assistenten Oberstufe Schuljahr 98/99 (N = 8) und
3. Chemielaboranten 3. Ausbildungsjahr Schuljahr 98/99 (N = 9)

Der Fragebogen lässt sich in fünf Fragenkomplexe einteilen:

1. Arbeitsschutz in der Ausbildung: Frage 11, 15-24
2. Umweltbewusstes Arbeiten: Frage 25-29
3. Anwendung fachspezifischer Kenntnisse: Frage 2,4,10
4. Eigenständiges Arbeiten und Entwicklung eigener Arbeitsstrukturen: Frage 1, 5-7, 16, 30, 31
5. Teamfähigkeit Frage 9, 13

Zu 1: Arbeitsschutz in der Ausbildung: Frage 11, 15-24

Nr	Fragen	Auswertung	
11	Bei der Durchführung der Versuche fühlte ich mich sicher	immer meistens selten gar nicht	7 20 2 0
15	Der Umgang mit toxischen Chemikalien war für mich kein Problem	ja nein	20 9
16	Die Daten über die Gefahrstoffe habe ich mir selber beschafft	ja nein	25 3
17	Die Informationen über die Gefahrstoffdaten waren ausreichend	ja nein	22 7
18	Beim Umgang mit den Gefahrstoffen fühlte ich mich sicher	immer meistens selten gar nicht	7 22 0 0
19	Der Umgang mit der Gefahrstoffverordnung war für die Versuchsdurchführung wichtig	ja nein	21 8
20	Der Umgang mit der Gefahrstoffverordnung im OC-Labor ist umständlich und sollte verbessert werden.	Ohne Antworten	
21	Die Informationen zum Arbeitsschutz vor jedem Versuch waren	gut ausreichen d mangelhaft	14 14 0
22	Die Betriebsanweisung ist für die Versuchs-durchführung hilfreich	ja nein	25 4
23	Die Betriebsanweisung ist zu umfangreich und dadurch unübersichtlich	ja nein	10 19
24	Die Betriebsanweisung sollte so bleiben	ja nein	22 7

Im ersten Fragenkomplex geht es darum, wieweit die Schüler und Schülerinnen für die Problematik Arbeitsschutz am Arbeitsplatz sensibilisiert werden konnten. Der Umgang mit der Gefahrstoffverordnung, d.h. die Recherche nach sicherheitsrelevanten Daten aus Literatur, in Datenbanken auf CD-ROM's und im Internet bereitet den Schülern keine Schwierigkeiten. (s. Frage 16) Ein weiterer Indiz dafür ist, dass in der offen gestellten Frage 20 von den Schülern kein Verbesserungsvorschlag gemacht wurde.

Die Informationen über die Gefahrstoffdaten waren einerseits für ein Drittel der Schüler nicht ausreichend (Frage17) während andererseits ein Drittel den Umgang mit der Gefahrstoffverordnung für die Versuchsdurchführung für nicht so wichtig ansah. (Frage19) Dieses letzte Drittel besteht überwiegend aus Schülern der Berufsschulklasse der Chemielaboranten.

Aus den gesammelten Daten wird von den Schülern eine Betriebsanweisung erstellt. Sie wird für die Versuchsdurchführung als hilfreich angesehen (Frage22) und sollte in ihrer Form beibehalten werden. Aber für ein Drittel der Schüler ist sie zu umfangreich, was im Zusammenhang mit der Frage 19 darauf schließen läßt, dass einige Daten schon so bekannt sind, dass darauf verzichtet werden kann.
Bei der Durchführung der Versuche und dem Umgang mit den Gefahrstoffen fühlten sich die Schüler sicher (Frage 11, 18 und 21) .

Zu 2: Umweltbewusstes Arbeiten: Frage 25-29

Nr	Fragen	Auswertung	
25	Die Entsorgung war übersichtlich und gut organisiert.	ja nein	7 22
26	Ich wußte oft nicht, wie die Chemikalienabfälle zu entsorgen sind	ja nein	15 15
27	Die Entsorgung der Chemikalienabfälle war ein logischer Bestandteil des Praktikums	ja nein	13 17
28	Die Rückgewinnung der entstandenen Chemikalienabfälle sollte ein Bestandteil des Versuchs sein	ja nein	18 9
29	Die Rückgewinnung der entstandenen Chemikalienabfälle sollte nachträglich, in einer "Entsorgungswoche" vorgenommen werden.	ja nein	17 12

In diesem Fragenkomplex geht es darum, inwieweit es uns gelang, ein für die Schüler akzeptables Abfallmanagement zu etablieren. Die Antworten (Frage 25-27) lassen darauf schließen, dass es uns bisher nicht gelungen ist. Bei der differenzierten Betrachtung der Schülerantworten ist zu erkennen, dass sich im Vergleich der Befragung in den Jahrgängen die Organisation der Entsorgung von Chemikalienabfällen im Schuljahr 98/99 verbessert hat. Trotzdem kann man noch nicht von einem guten Ergebnis sprechen, es müssen weiterhin zusammen mit den Schülern neue Wege der Entsorgung gefunden werden. Dass bei den Schülern die Motivation Chemikalienabfälle zu recyceln hoch ist und damit schon ein Problembewusstsein vorhanden ist, auf dem aufgebaut werden kann, wird aus den Fragen 28/29 deutlich.

Zu 3: Anwendung fachspezifischer Kenntnisse: Frage 2,4,10

Nr.	Fragen	Auswertung	
2	In der Vorbesprechung bin ich überfordert, weil mir die theoretischen Vorkenntnisse fehlen	ja nein	10 19
4	Die theoretischen Zusammenhänge der Versuche habe ich verstanden	immer meistens selten gar nicht	1 26 2 0
10	Die Versuche habe ich aufgrund meiner geringen theoretischen Kenntnisse wie nach einem Rezept durchgeführt	immer meistens selten gar nicht	1 17 10 1

Die Vorbesprechung dient der theoretischen Erarbeitung der Praktikumsaufgabe. Hier zeigte sich , dass teilweise die Schüler die notwendigen theoretischen Kenntnisse nicht parat hatten (Frage 2) und sie erst zusammen aufgearbeitet wurden. Das führte dann dazu, dass die meisten Schüler den Versuch verstanden haben (Frage 4). Wenn es aber stimmt, dass die überwiegende Anzahl der Schüler aufgrund von mangelnden theoretischen Kenntnissen die Versuche Punkt für Punkt wie ein Kochrezept abarbeiten, ohne die theoretischen Zusammenhänge des Versuches zu verstehen, dann steht dies im Widerspruch zu ihrer Aussage in Frage 4 und bedarf noch einer weiteren Klärung.

Zu 4: Eigenständiges Arbeiten und Entwicklung eigener Arbeitsstrukturen: Frage 1, 5-7, 16, 30, 31

Nr.	Fragen	Auswertung	
1	In der Vorbesprechung erhalte ich alle Informationen zur Durchführung der Aufgabe, so daß ich anschließend eigenständig arbeiten kann	ja nein	22 7
5	Die Lehrer stehen bei der Praktikumsdurchführung zu sehr im Mittelpunkt	ja nein	3 26
6	Ohne Lehrerhilfe könnte ich die vorbesprochenen Aufgaben im Praktikum nicht bewältigen	immer meistens selten gar nicht	0 7 21 1
7	Die Lehrer wirkten während des Praktikums als Berater	ja nein	21 8
16	Die Daten über die Gefahrstoffe habe ich mir selber beschafft	ja nein	25 3
30	Das Fließschema hat zur Übersichtlichkeit der Versuche beigetragen	ja nein	17 11
31	Das Fließschema sollte vereinfacht werden	ja nein	14 15

Durch die Neuorganisation des Praktikums, neben der schon immer üblichen Vorbesprechung, von den Schülern eine Betriebsanweisung erstellen zu lassen und bei der Herstellung von Präparaten ein Fließbild zu entwickeln, hat sich unser Anspruch, die Schüler zu eigenständigen Arbeiten zu befähigen, bestätigt. Für die Datenbeschaffung müssen die Schüler mit entsprechender Literatur vertraut sein als auch mit dem Umgang mit dem Computer, um auf Gefahrstoffdatenbanken vor Ort und im Internet zugreifen zu können. Sie sind dadurch befähigt eigene Arbeitsstrukturen zu entwickeln (Frage 1,6,16,31). Die Lehrer und Lehrerinnen werden als Berater empfunden (Frage 5,7)

Zu 5: Teamfähigkeit Frage 9, 13

Nr.	Fragen	Auswertung	
9	Der Zusammenarbeit mit dem Arbeitspartner war gut	immer meistens selten gar nicht	8 19 1 0
13	Ich hätte lieber ohne Partner gearbeitet	ja nein	3 26

Im organischen Praktikum führen die Schüler die Versuche überwiegend mit einem Partner in Kooperation durch. Die meisten Schüler empfinden diese Zusammenarbeit als positiv und nicht als einschränkend, obwohl sie beim Versuchsaufbau und -durchführung sich absprechen müssen.

4 Perspektiven

Aus dem SbF-Projekt entwickelte sich eine Reihe an Arbeitsmaterialien für die chemischen Praktika in verschiedenen Bildungsgängen. Absicht ist es bildungsgangsübergreifende Module zu schaffen. Dadurch ist es möglich den spezifischen Qualifikationsanforderungen der einzelnen Bildungsgängen genüge zu tun. So können z.B. im organischen Praktikum die "Arbeitstechniken", im analytischen Praktikum die "qualitative Analyse" in allen Bildungsgängen durchgeführt werden, während die Kohlenhydratchemie nur in dem CTA-Bildungsgang vermittelt wird.

Zweck dieses Projektes ist die Vermeidung und Verminderung von Sonderabfällen. Dies gelingt nur, wenn die erarbeiteten Materialien von den, die Praktika betreuenden Kollegen eingesetzt werden. Die bisherige Erfahrung zeigt, dass sich eine Akzeptanz die Materialien einzusetzen herausbildet. Im wesentlichen wird dies durch Information in den Fachberatungen und durch den Lehrerwechsel in den Doppelbesetzungen der chemischen Praktika erreicht. Die angestrebte Verbindlichkeit setzt auch eine entsprechende Organisationform, wie schnelle Zugänglichkeit der Materialien voraus. Sie befinden sich in der Lehrerbibliothek der einzelnen Laboratorien als auch im Computernetz des Schulzentrums. Perspektivisch wird eine jährliche Reflexion über die Praktika angestrebt damit sich das Konzept den veränderten Anforderungen aus der Berufspraxis anpassen kann.
Durch die veränderte Methodik in den Praktika durch die Einführung von Betriebsanweisungen und Fließdiagramm werden die Schüler sensibilisiert schonend mit den Ressourcen wie Wasser, Chemikalien und Energie umzugehen.
Die Entstehung von Sonderabfällen lässt sich auch bei noch so guter Planung und Organisation nicht vermeiden. So wurde ein einheitliches Konzept entwickelt in der, wie auch in anderen Lebensbereichen, die Abfälle getrennt gesammelt und anschließend recycelt werden, so weit das möglich ist. Das bedeutet die Bereitstellung einer Reihe von Gefäßen in den verschiedenen Laborräumen. Diese Maßnahmen haben schon jetzt zu einer erheblichen Abnahme der Sonderabfallmenge geführt.

5 Reflexion

Es hat sich gezeigt, dass die Integration von Umweltschutz im Unterricht nur gelingen kann, wenn sich mehrere Kollegen zusammenfinden und ein gemeinsames Konzept entwickeln. Das setzt aber Teamfähigkeit der Kollegen und die Unterstützung der Schulleitung voraus. Nur durch den Einsatz derselben Kollegen in den betroffenen Praktika, der Zusammenlegung von Praktika auf einen Tag und den Entlastungsstunden war in den vergangenen Jahren eine kontinuierliche Arbeit im Projekt möglich.

Das Arbeiten im Team musste ebenfalls erlernt werden, da in der bisherigen Praxis die individuelle Gestaltung des Unterrichts die Regel war und somit Absprachen, Verbindlichkeiten und zusätzliche Konferenzen nicht nötig waren. Es war ein mühsamer Prozess bis sich die endgültigen Teammitglieder gefunden hatten und sich eine entsprechende Arbeitsorganisation herausgebildet hatte und somit die Gruppe arbeitsfähig wurde.
Zurückschauend lässt sich feststellen, dass sich trotz der Schwierigkeiten das Projekt gelohnt hat.

6 Literatur:

1. Chemie in der Schule : Beiheft 1993 Wettbewerb abfallfreier Chemieunterricht
2. Chemie in der Schule : Beihefte 1994/96 Wettbewerb umweltfreundlicher Chemieunterricht, Pädagogischer Zeitschriftenverlag
3. Brauer,G.(Hrsg.) Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie, Bd.I/Bd.II, Ferdinand Enke Verlg., Stuttgart, 3. Aufl., 1975
4. Falbe,J. und Regitz,M. (Hrsg.) Römpp Chemie Lexikon, 9. Aufl., Thieme, Stuttgart,1995
5. Fischer, Hanns, Praktikum in Allgemeiner Chemie - Ein umweltschonendes Programm für Studienanfänger mit Versuchen zur Chemikalien-Rückgewinnung Teil 1, VHCA Basel und VCH Weinheim, 1994 und 1995
6. Gruber,U. und Klein,W.(Hrsg.), Präparatives Praktikum, Praxis der Labor- und Produktionsberufe Bd.3, VCH, Weinheim, 1994
7. Hollemann,A.F., Wieberg, E., Lehrbuch der Anorganischen Chemie, Walter de Gruyter, Berlin/New York, 91.-100. Aufl., 1985
8. Kolditz,L., Anorganikum VEB Deutscher Verlag der Wissenschaft, Berlin,4.Aufl.,1972
9. Merten,F., Chemielaborant, Bd.2 Anorganische Chemie, Schroedel Verlag, 1989
10. Schmidkonz,B., Praktikum Anorganisch-qualitative Analyse, Dümmler, Bonn, 1998
11. TRGS 451 , Umgang mit Gefahrstoffen im Hochschulbereich
12. Gefährliche Arbeitsstoffe, Senator für Arbeit , Freie Hansestadt Bremen, Teil 1 und 2
13. Chemie in Labor und Biotechnik, 42.Jahrgang Heft 10/91 M73
14. Chemie in Labor und Biotechnik, 46.Jahrgang Heft 08/95 S.376
15. Chemie in Labor und Biotechnik, 46.Jahrgang Heft 09/95 M69
16. Chemie in Labor und Biotechnik, 48.Jahrgang Heft 03/97 M18
17. Chemie in Labor und Biotechnik, 48.Jahrgang Heft 04/97 S.134
18. Chemie in Labor und Biotechnik, 48.Jahrgang Heft 05/97 M34
19. Chemie in Labor und Biotechnik, 48.Jahrgang Heft 06/97 M44
20. Chemie in Labor und Biotechnik, 48.Jahrgang Heft 08/97 M62
21. Chemie in Labor und Biotechnik, 48.Jahrgang Heft 09/97 M67
22. Chemie in Labor und Biotechnik, 49.Jahrgang Heft 01/98 M4

Ziele des Anorganisch-Qualitativen Praktikums

Ein **Hauptlernziel** (Übergeordnetes Ziel), das für alle Chemie-Praktika gilt, ist

- den sicheren und gefahrlosen Umgang mit Chemikalien zu erlernen und daher
- sich selbst und andere vor Gefahren zu schützen und
- verantwortlich gegenüber der Allgemeinheit und der Umwelt zu handeln.

Fachspezifische Lernziele

- Kenntnisse der wesentlichen Eigenschaften (z.B. Aggregatzustand, Farbe, Löslichkeit, Gefährlichkeit) häufig verwendeter anorganischer Chemikalien erwerben.
- Nachweisreaktionen zur schnellen Identifizierung anorganischer Reinstoffe oder in der Praxis vorkommender Mischungen einüben (ohne großen apparativen Aufwand).
- Spezifische Arbeitsweisen der chemischen Analytik kennenlernen (z.B. Blindprobe, Kontrollprobe).
- Lernen Versuche mit Hilfe von Anleitungen selbständig und gewissenhaft durchzuführen.
- Den sachgerechten, sicheren Umgang mit Chemikalien und einfachem Laborgerät üben.
- Grundlegende Reaktionen der Anorganischen Chemie im Experiment kennenlernen.

Organisation des Praktikums

1. Allgemeine Hinweise

Voraussetzung für die Zulassung zum Praktikum ist die Teilnahme an einer **Sicherheitsbelehrung**, die am Anfang des Praktikums durchgeführt wird.

Jeder Praktikumsteilnehmer erhält einen Arbeitsplatz und übernimmt leihweise eine vollständige **Grundausstattung** an Geräten, die nach Abschluss des Praktikums wieder komplett abgegeben werden muss. Fehlende Geräte sind zu ersetzen.

Als Arbeitskleidung soll ein weißer **Laborkittel** aus Baumwolle getragen werden. Arbeitsmäntel aus Chemiefasern sind nicht zulässig, da sie bei Bränden schlimme Wunden verursachen können.

2. Laborordnung

Im Chemielabor werden eine Vielzahl von Stoffen und Geräten eingesetzt, die bei unsachgemäßem Umgang Personen und Umwelt gefährden. Ein Kennenlernen chemischer Grundlagen nur mit harmlosen Chemikalien ist nicht möglich, deshalb gehört der korrekte Umgang mit Gefahrstoffen zu den Zielen der Ausbildung.

Zur Minderung des Gefahrenpotentials im Labor sind in der **Laborordnung** einige besonders wichtige Verhaltensregeln zusammengefasst.

Bitte lesen Sie diese Regeln aufmerksam durch und handeln Sie danach. Grundsätzlich sind bei allen Laborarbeiten die vom Bundesverband der Unfallversicherungsträger BAGUV herausgegebenen ausführlichen **„Richtlinien für Laboratorien"** maßgebend, die im Praktikumsraum ausliegen. Bedenken Sie auch, dass bei Unfällen nur dann für Sie Versicherungsschutz besteht, wenn Sie diese Richtlinien eingehalten haben. Bei Nichtbefolgen können Sie für den entstandenen Schaden haftbar gemacht werden.

3. Arbeitshinweise

- **Chemikalienentnahme**
  Es ist darauf zu achten, daß die Chemikalien nicht verunreinigt werden. Feststoffe werden den Vorratsflaschen nur mit einem **sauberen Spatel** entnommen und die Gefäße nach der Entnahme **wieder verschlossen**.

  Die Metallspatel dürfen **nicht zum Umrühren von Lösungen** benutzt werden.

  Die benutzten Reaktionsgefäße müssen **sauber** (mit dest. Wasser gespült) sein.

  Die **Tropfpipetten** werden nach jeder Benutzung mit destilliertem Wasser aus einem bereitstehenden Becherglas gespült. Nach häufiger Benutzung wird das destillierte Wasser verunreinigt und sollte deshalb ersetzt werden.

- **Glasstäbe**, die Sie laufend zum Rühren, Dekantieren und Überführen brauchen, bewahren Sie bitte in einem Becherglas mit mindestens 200 mL dest.Wasser auf. Wechseln Sie das Wasser gelegentlich, dann müssen Sie die Stäbe nicht dauernd trocknen.

- Wenn Sie **Probelösungen** (ca.10 mL) erhalten, ist die Konzentration der Ionen etwa 0,02 mol/L (Anionen 0,1 mol/L). Teilen Sie die erhaltene Probenmenge gut, denn sie muss für sämtliche Nachweise reichen. Die Probelösung wird daher zunächst in zwei Portionen geteilt. Mit der ersten wird die Analyse durchgeführt. Die zweite dient zur Wiederholung bei Bedarf.

  Falls die Probelösung bereits einen Niederschlag enthält, so wirbeln Sie diesen vor Entnahme der ersten Portion auf, damit beim Teilen zwei gleichartige Proben entstehen. Bewahren Sie möglichst auch noch etwas von der Probensubstanz für Vergleichszwecke nach der Korrektur des Analysenergebnisses auf.

- Um Verunreinigungen der Analysensubstanz durch Chemikaliendämpfe zu vermeiden, dürfen Chemikalien nicht in offenen Gefäßen in den Unterschränken eingeschlossen werden.

- Überlegen Sie sich jeweils **vor** der Zugabe von Reagenzien, welche Phänomene Sie erwarten können und beobachten Sie – bei **tropfenweiser Zugabe** – genau. Bei Nachweisreaktionen können Sie dadurch eventuell auch mit weniger als der in der Anleitung angegebenen Menge an Reagenzlösung auskommen. Häufig können Nachweisreaktionen auch auf der Tüpfelplatte mit Tropfenmengen durchgeführt werden.

  Bitte sparen Sie an Chemikalien, wo immer es möglich ist.

- **Abfälle** sind jeweils nach Anweisung (meistens in der Arbeitsanleitung angegeben) zu entsorgen.
- **Abzugbenutzung**:
  Konzentrierte Säuren und konzentrierte Ammoniaklösung dürfen nur in den Abzügen gehandhabt werden. Vergewissern Sie sich bitte, dass der Abzug in Betrieb ist.

- **Zerbrochene oder defekte Glasgeräte** zeigen Sie bitte den aufsichtsführenden Lehrern oder dem Lehrmeister.

Laborjournal

DIN A 5 Heft

Die Seiten sollten numeriert sein und die ersten beiden Seiten für ein Inhaltsverzeichnis frei bleiben. Jede Seite sollte durch eine Überschrift oder einen Titel kenntlich gemacht werden. Zweckmäßig kann es sein, wenn alle Messdaten (Rohdaten) auf linke Seiten, Auswertung und Ergebnisse sauber auf rechte Seiten geschrieben werden.

Alle Rohdaten (mit Maßeinheiten) und Beobachtungen sollten in das Notizbuch eingetragen werden, ganz gleich ob sie sofort benötigt und verwendet werden oder nicht.

Im allgemeinen ist es sinnvoll, das Laborjournal vor Beginn der Laborarbeit für die Aufnahme der Daten vorzubereiten. Wenn man z.B. Tiegel bis zur Massenkonstanz glüht, so ist es nützlich, wenn bereits eine Tabelle vorbereitet und Raum für die Massenangaben für jeden Tiegel vor und nach der Fällung vorgesehen ist.

Schema für ein Kurzprotokoll in der Qualitativen Analyse

1. **Thema**: (z.B. Chlorid- Nachweis) **Datum**: .....

2. **Durchführung**:
- 5 Tropfen Leitungswasser
- + 3 Tropfen Salpetersäure $c(HNO_3) = 2$ mol/L
- pH geprüft → pH 4
- + 1 Tr. Silbernitratlösung $AgNO_3$

3. **Beobachtung**: Schwacher, weißer Niederschlag

4. **Reaktionsgleichung**: $Cl^- + Ag^+ \rightarrow AgCl(s)$

5. **Entsorgung**: Der Reagenzglasinhalt wird in das Sammelgefäß für silberhaltige Reste gegeben.

SCHULZENTRUM UTBREMEN	*Anorganisch- qualitative Analyse*	*Name:* *Klasse:*

Arbeitsschritt	Beobachtung	Folgerung

CTA	*Chemisches Praktikum*	*Name: .....*
Thema: Sicherheit im Chemie-Labor		*Datum: .....*

1. Durch welche Eigenschaften sind Gefahrstoffe erkennbar? Nennen Sie acht verschiedene gesundheitsgefährdende Eigenschaften von Gefahrstoffen. Geben Sie jeweils auch einen Beispielstoff an.

2. Wie können gesundheitsgefährdende Stoffe in ihren Körper gelangen? Nennen Sie drei verschiedene Aufnahmearten.

3. Was versteht man unter
   a) MAK-Wert?

   b) TRK-Wert? Für welche Stoffe werden TRK-Werte angegeben? Weshalb?

   c) Auslöseschwelle?

4. Wie wird die Einhaltung von MAK-Werten überwacht? Welche Art von Messungen werden dazu durchgeführt?

5. Was muß ihr Betrieb tun, um Sie vor Gefahrstoffen zu schützen? Zählen Sie sechs Pflichten des Arbeitgebers auf.

6. Was müssen Sie tun, um sich selbst und Ihre Arbeitskollegen zu schützen? Nenne Sie fünf wichtige Maßnahmen.

7. Wie können Sie sich über Gefahrstoffe informieren? Nennen Sie vier verschiedene Möglichkeiten.

8. Welche überbetrieblichen Arbeitsschutzorganisationen befassen sich mit der Sicherheit am Arbeitsplatz?

9. Nennen Sie spezifische Unfall- und Gesundheitsgefahren an Ihrem Arbeitsplatz.

10. Was bedeutet
a) TRGS
b) GefStoffV
c) VbF
d) MAK
e) TRK
f) R-Satz
g) S-Satz
h) DIN-Sicherheitsdatenblatt
i) Flammpunkt

11. Wie entsteht ein Brand? Nennen Sie drei notwendige Bedingungen.

12. Welche Feuerlöschmittel kennen Sie, und wie bekämpfen Sie einen Brand?

13. Wie sind Feuerlöscher aufgebaut, und auf welche Art und Weise erzielen sie die gewünschte Wirkung?

14. Erläutern Sie die Einteilung brennbarer Flüssigkeiten in Gefahrenklassen nach der VbF.

15. Welche Sicherheitsmaßnahmen sind beim Arbeiten mit Flüssigkeiten der Gefahrenklasse AI und BI einzuhalten?

16. Wodurch kann es beim Umgang mit leichtentzündlichen Flüssigkeiten zu statischer Aufladung und nachfolgender Funkenbildung kommen?

17. Von wem werden Unfallverhütungsvorschriften erstellt? Welche Bedeutung und Gültigkeit haben sie?

§ 16 GefStoffV (Ermittlungspflicht)

(1) Der Arbeitgeber, der mit einem Stoff, einer Zubereitung oder einem Erzeugnis umgeht, hat sich zu vergewissern, ob es sich im Hinblick auf den vorgesehenen Umgang um einen Gefahrstoff handelt. Der Arbeitgeber, der nicht über andere Erkenntnisse verfügt, kann davon ausgehen, daß eine Kennzeichnung zutreffend ist, die sich auf der Verpackung oder in einer beigefügten Mitteilung befindet.

(2) Der Arbeitgeber soll prüfen, ob Stoffe oder Zubereitungen mit einem geringeren gesundheitlichen Risiko, als die von ihm in Aussicht genommenen, erhältlich sind. Ist dem Arbeitgeber die Verwendung dieser Stoffe zumutbar, soll er nur diese verwenden. Das Ergebnis der Prüfung nach Satz 1 ist der zuständigen Behörde auf verlangen darzulegen.

§ 17 GefStoffV (Allgemeine Schutzpflicht)

(1) Der Arbeitgeber, der mit Gefahrstoffen umgeht, hat die zum Schutz des menschlichen Lebens, der menschlichen Gesundheit und der Umwelt erforderlichen Maßnahmen nach den allgemeinen und besonderen Vorschriften dieser Verordnung einschließlich ihrer und den für ihn geltenden Arbeitsschutz- und Unfallverhütungsvorschriften zu treffen.

§18 GefStoffV (Überwachungspflicht)

(1) Ist das Auftreten eines oder verschiedener gefährlicher Stoffe in der Luft am Arbeitsplatz nicht sicher auszuschließen, so ist zu ermitteln, ob die maximale Arbeitsplatzkonzentration, die Technische Richtkonzentration oder der Biologische Arbeitplatztoleranzwert unterschritten oder die Auslöseschkwelle überschritten sind. Die Gesamtwirkung vershciedener gefährlicher Stoffe in der Luft am Arbeitsplatz ist zu beurteilen.

§19 GefStoffV (Rangfolge der Schutzmaßnahmen)

Lehrer sind im Sinne der Allgemeinen Schutzpflicht nach §17 GefStoffV verpflichtet Gefahrstoffe umweltschonend zu entsorgen. In der Technische Regel Umgang mit Gefahrstoffen im Schulbereich (TRGS 450) heißt es dazu:
„ Bau, Einrichtung und Ausstattung einerseits und sachgerechtes Verhalten von Lehrern und Schülern bis hin zur umweltschonenden Entsorgung andererseits müssen den allgemeinen Schutz nach § 17 Abs. 1 GefStoffV gewährleisten."

Antworten:

1. Durch welche Eigenschaften sind Gefahrstoffe erkennbar? Nennen Sie acht verschiedene gesundheitsgefährdende Eigenschaften von Gefahrstoffen. Geben Sie jeweils auch einen Beispielstoff an.

- Giftig - z.B. Kaliumcyanid,
- reizend oder mindergiftig - z.B. Toluol,
- ätzend - z.B. Natronlauge >5 %, Salzsäure > 25 %,
- explosionsgefährlich - z.B. Peroxide,
- brandfördernd - z.B. Nitrate
- Hochentzündlich - z.B. Benzin
- oder leichtentzündlich - z.B. Alkohol
- umweltgefährdend

2. Wie können gesundheitsgefährdende Stoffe in ihren Körper gelangen? Nennen Sie drei verschiedene Aufnahmearten und Beispiele.
   Durch Verschlucken (Giftstoffe), durch Einatmen (Schleifstäube, Gase) , durch die Haut (z.B. organische Lösungsmittel)

3. Was versteht man unter
   a) MAK-Wert?
   Maximale Arbeitsplatzkonzentration

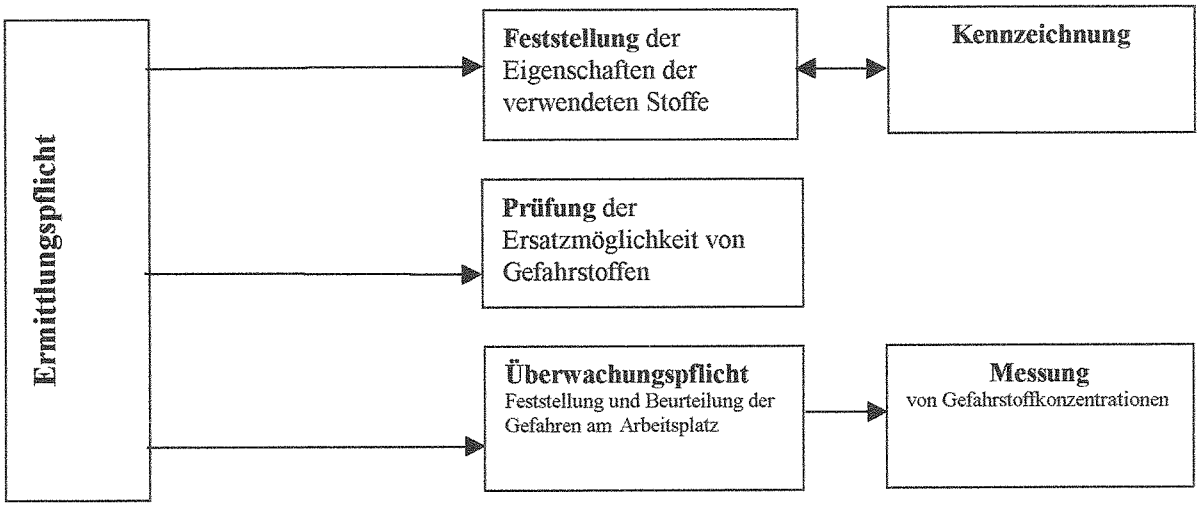
   b) TRK-Wert? Für welche Stoffe werden TRK-Werte angegeben? Weshalb?
   Technische Richtkonzentration
   TRK-Werte werden für krebserregende Stoffe angegeben, da sich bei ihnen keine ungefährlichen Schwellenwerte angeben lassen. Der TRK-Wert ist die Minimalkonzentration des betreffenden Stoffes, die sich durch technische Einrichtungen am Arbeitsplatz (nach dem Stand der Technik) erreichen läßt.

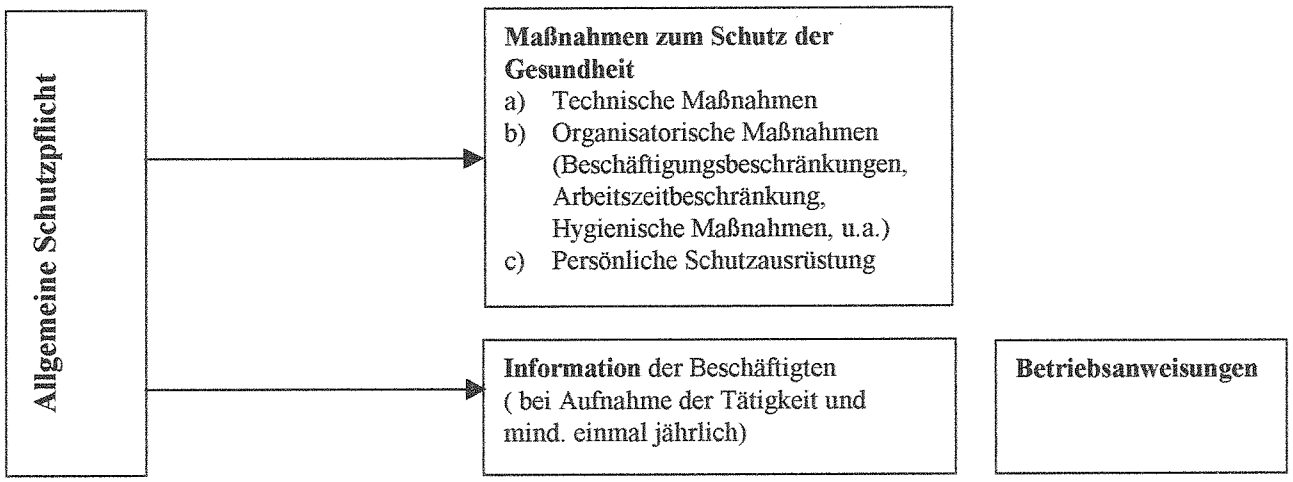
   c) Auslöseschwelle?
   Auslöseschwelle nennt man die Konzentration

4. Wie wird die Einhaltung von MAK-Werten überwacht? Welche Art von Messungen werden dazu durchgeführt?
   Es werden Gas- und Staubkonzentrationen am Arbeitsplatz über einen längeren Zeitraum hinweg gemessen.

5.

Was muß ihr Betrieb tun, um Sie vor Gefahrstoffen zu schützen? Zählen Sie sechs Pflichten des Arbeitgebers auf.





§ 16 GefStoffV (Ermittlungspflicht)

(3) Der Arbeitgeber, der mit einem Stoff, einer Zubereitung oder einem Erzeugnis umgeht, hat sich zu vergewissern, ob es sich im Hinblick auf den vorgesehenen Umgang um einen Gefahrstoff handelt. Der Arbeitgeber, der nicht über andere Erkenntnisse verfügt, kann davon ausgehen, daß eine Kennzeichnung zutreffend ist, die sich auf der Verpackung oder in einer beigefügten Mitteilung befindet.

(4) Der Arbeitgeber soll prüfen, ob Stoffe oder Zubereitungen mit einem geringeren gesundheitlichen Risiko, als die von ihm in Aussicht genommenen, erhältlich sind. Ist dem Arbeitgeber die Verwendung dieser Stoffe zumutbar, soll er nur diese verwenden. Das Ergebnis der Prüfung nach Satz 1 ist der zuständigen Behörde auf verlangen darzulegen.

§ 17 GefStoffV (Allgemeine Schutzpflicht)

(2) Der Arbeitgeber, der mit Gefahrstoffen umgeht, hat die zum Schutz des menschlichen Lebens, der menschlichen Gesundheit und der Umwelt erforderlichen Maßnahmen nach den allgemeinen und besonderen Vorschriften dieser Verordnung einschließlich ihrer und den für ihn geltenden Arbeitsschutz- und Unfallverhütungsvorschriften zu treffen.

§18 GefStoffV (Überwachungspflicht)

(2) Ist das Auftreten eines oder verschiedener gefährlicher Stoffe in der Luft am Arbeitsplatz nicht sicher auszuschließen, so ist zu ermitteln, ob die maximale Arbeitsplatzkonzentration, die Technische Richtkonzentration oder der Biologische Arbeitplatztoleranzwert unterschritten oder die Auslöseschkwelle überschritten sind. Die Gesamtwirkung vershciedener gefährlicher Stoffe in der Luft am Arbeitsplatz ist zu beurteilen.

§19 GefStoffV (Rangfolge der Schutzmaßnahmen)

6. Was müssen Sie tun, um sich selbst und Ihre Arbeitskollegen zu schützen? Nennen Sie drei wichtige Maßnahmen.
   Sich über die Stoffeigenschaften informieren, Betriebsanweisungen einhalten, technische und persönliche Schutzeinrichtungen benutzen

   Wie können Sie sich über Gefahrstoffe informieren? Nennen Sie vier verschiedene Möglichkeiten.
   Sicherheitsdatenblätter, Chemikalienkataloge, Chemikaliendatenbanken, Beschriftung der Behälter (R- und S-Sätze, Gefahrensymbole), Gefahrstoffverordnung

7. Welche überbetrieblichen Arbeitsschutzorganisationen befassen sich mit der Sicherheit am Arbeitsplatz?
   Berufsgenossenschaften, Gemeindeunfallversicherung (früher „GUV", heute „Unfallkasse der Freien Hansestadt Bremen") , Gewerbeaufsichtsamt

8. Nennen Sie spezifische Unfall- und Gesundheitsgefahren an Ihrem Arbeitsplatz.
   Verletzungen durch Glasbruch oder scharfe Bruchkanten, Augenverätzungen, Vergiftungsgefahren durch unsauberes Arbeiten, Brand- und Explosionsgefahr beim Umgang mit leicht entzündlichen Flüssigkeiten.

9. Was bedeutet

a)	TRGS	Technische Regeln „Gefahrstoffe"
b)	GefStoffV	Gefahrstoffverordnung
c)	VbF	Verordnung über brennbare Flüssigkeiten
d)	MAK	Maximale Arbeitsplatzkonzentration
e)	TRK	Technische Richtkonzentration
f)	R-Satz	Gefahrenhinweis (R = Risk , Risiko)
g)	S-Satz	Sicherheitshinweis
h)	DIN-Sicherheitsdatenblatt	Deutsches Industrienorm- Sicherheitsdatenblatt
i)	Flammpunkt	Die Temperatur, bei der sich über einer Flüssigkeit, ein entzündliches Gas/Luftgemisch bilden kann.

10. Wie entsteht ein Brand? Nennen Sie drei notwendige Bedingungen.
    Vorhandensein von Brennstoff, Erreichen der notwendigen Zündtemperatur, Sauerstoff oder brandfördernde Stoffe (Oxidationsmittel).

11. Welche Feuerlöschmittel kennen Sie, und wie bekämpfen Sie einen Brand?
    Feuerlöscher
    Feuerlöschdecke
    Löschsand
    Löschmittel auf den Brandherd plazieren

12. Wie sind Feuerlöscher aufgebaut, und auf welche Art und Weise erzielen sie die gewünschte Wirkung?

13. Erläutern Sie die Einteilung brennbarer Flüssigkeiten in Gefahrenklassen nach der VbF.
Die VbF nach §24 der Gewerbeordnung teilt die brennbaren Flüssigkeiten in bestimmte, vom Flammpunkt abhängige Gefahrenklassen (AI, AII, AIII und B) ein, die bestimmte Sicherheitsmaßnahmen beim Lagern, Abfüllen und Transport erfordern (z.B. Lagerräume mit Lüftung, Mengenbegrenzungen, Ausschluss von Zündquellen in den Lagerräumen, beim Umfüllen und beim Umgang u.a.).

	Gefahrenklasse nach VbF	
	Nicht wasserlösliche Flüssigkeit	Wasserlösliche Flüssigkeit
Flammpunkt < 21°C	AI (z.B. Benzin, Toluol)	B (z.B. Ethanol, Aceton)
Flammpunkt > 21°C< 55°C	AII (z.B. Terpentin)	
Flammpunkt > 55°C	AIII (z.B. Diesel)	

14. Welche Sicherheitsmaßnahmen sind beim Arbeiten mit Flüssigkeiten der Gefahrenklasse AI und BI einzuhalten?
Beim Arbeiten mit leicht entzündlichen Flüssigkeiten in Mengen bis zu 50 mL sind sämtliche offenen Flammen im Umkreis von mindestens 2 m zu löschen. Größere Mengen als 50 mL an leicht entzündlichen Flüssigkeiten dürfen nur über einer Auffangwanne in einem eingeschalteten Abzug gehandhabt werden, in dem sich kein offenes Feuer befindet. Die Flaschen sind nach Entnahme der Flüssigkeiten sofort wieder zu verschließen. Lösungsmitteldämpfe sind schwerer als Luft und können auf den Arbeitsflächen entlang kriechen. Es ist verboten leicht entzündliche Flüssigkeiten in den Unterschränken aufzubewahren. Das Erhitzen von organischen Lösungsmitteln in offenen Gefäßen oder auf offener Flamme ist verboten.

15. Wodurch kann es beim Umgang mit leichtentzündlichen Flüssigkeiten zu elektrostatischer Aufladung und nachfolgender Funkenbildung kommen?
Abfüllen größerer Mengen mit ungeerdeten Trichtern, nicht geerdete Schuhe

16. Von wem werden Unfallverhütungsvorschriften UVV erstellt? Welche Bedeutung und Gültigkeit haben sie?
Von den Trägern der gesetzlichen Unfallversicherungen (Bundesverband der Unfallversicherungsträger BAGUV). Die UVV gelten für alle Mitglieder und Versicherten und sind verbindliche Mindestanforderungen, deren Nichtbeachtung mit Bußgeldern belegt werden kann.

SCHULZENTRUM UTBREMEN	*Anorganisch- qualitative Analyse*	*Name:* *Klasse:*

Anionen-Nachweisreaktionen

- **Durchführung:**

Lösen Sie eine kleine Spatelspitze (Ssp) der Analysensubstanz in ca. 1 mL demineralisiertem Wasser vollständig auf. Mit dieser Analysenlösung führen Sie die folgenden Anionennachweise durch.

Anion	*Nachweisreaktion*	*Anmerkung*
Cl^-	➢ 5 Tr. der Analysenlösung (= AL) mit HNO_3, 2 mol/L, ansäuern, eventuell entstehendes CO_2 verkochen ➢ + 1-2 Tropfen $AgNO_3$-Lösung → **weißer, krümeliger Niederschlag (Nd.) von AgCl**	**E**: RG-Inhalt in Sammelgefäß für silberhaltige Reste geben
SO_4^{2-}	➢ 5 Tr. der AL mit HCl, 2 mol/L, ansäuern, eventuell entstehendes CO_2 verkochen ➢ + 2 Tr. $BaCl_2$-Lösung → **feinkristalliner, weißer Nd. von $BaSO_4$**	**E:** RG-Inhalt in Sammelgefäß für bariumhaltige Reste geben
NO_3^-	➢ 5 Tr. der AL mit H_2SO_4 , 1 mol/L, ansäuern, eventuell entstehendes CO_2 verkochen ➢ + Ssp. $FeSO_4$ ➢ + mit konz. H_2SO_4 unterschichten → **brauner Ring** an der Schichtgrenze: [Fe(NO)] SO_4 oder : ➢ Auf der Tüpfelplatte 2 Tr. der AL mit H_2SO_4 , 1 mol/L, ansäuern ➢ + ein Körnchen $FeSO_4$ ➢ + konz. H_2SO_4 von der Seite her vorsichtig zufließen lassen → **braune Zone um den $FeSO_4$-Kristall durch [Fe(NO)] SO_4**	**E:** Ausguss
PO_4^{3-}	➢ 5 Tr. der AL mit HCl, 2 mol/L, ansäuern ➢ 1 Tr. Lösung auf den Objektträger (OT) geben ➢ + 1 Tr. $MgCl_2$-Lösung, 0,5 mol/L ➢ + 1 Tr. NH_4Cl-Lösung, 2 mol/L, ➢ + 2 Tr. Ammoniaklösung NH_3*H_2O, 2 mol/L → **weißer kristalliner Nd. (Schneeflocken, "Sargdeckel")** o d e r : ➢ 5 Tr. der AL mit HNO_3 , 2 mol/L ansäuern ➢ in 2.RG ammoniakalische Ammoniummolybdatlösung im Verhältnis 1:1 mit konz. HNO_3 versetzen ➢ die angesäuerte Probelösung zu der salpetersauren Ammoniummolybdatlösung geben; eventuell auf ca. 40°C erwärmen → **Gelber Niederschlag von $(NH_4)_3$ PO_4*12 MoO_3**	**E:** Ausguss

Der Carbonationen-Nachweis wird direkt mit einer Spatelspitze der **festen Analysensubstanz** (= Ursubstanz) durchgeführt.

CO_3^{2-}	➢ 1 Ssp. Analysensubstanz (Ursubstanz) ➢ + 1,5 mL HCl , 2 mol/L → **CO_2-Entwicklung**, falls keine Gasentwicklung auftritt, ist kein CO_3^{2-} vorhanden. Wenn die Gasentwicklung beendet ist, taucht man eine Tropfpipette bis ca. 5 mm über den Flüssigkeitsspiegel in das RG und saugt das Gas ab. Das entnommene Gas drückt man in klares Barytwasser → **Trübung** beweist, dass CO_3^{2-} vorhanden war	**E:** RG-Inhalt in Sammelgefäß für bariumhaltige Reste geben

Anionen-Nachweisreaktionen

Hinweise:

- Um alle Anionen einer unbekannten Analysensubstanz zuverlässig nachweisen zu können, muß die **Probe homogen** sein, bzw. homogenisiert werden. → Im Mörser pulverisieren.

- Falls sich die Analysensubstanz nicht vollständig in Wasser löst →

a) auf unlösliche Carbonate prüfen → Carbonatnachweis

b) Sodaauszug durchführen um schwerlösliche Substanzen in Lösung zu bringen, bzw. störende Kationen zu entfernen.

- **Sodaauszug:**

30-50 mg der Analysensubstanz werden mit 3 mL Natriumcarbonatlösung 15 min. im Wasserbad erhitzt.
Mit dem Sodaauszug können dann die beschriebenen Anionen-Nachweise durchgeführt werden, wobei das beim Ansäuern entstehende CO_2 durch Kochen entfernt werden muß.

- Umgang mit konzentrierter Schwefelsäure

Aufgaben zu den Anionennachweisen

1. Was versteht man in der Chemie unter den folgenden Begriffen?

a) Ionen

b) Anionen

c) Niederschlag

d) Ansäuern einer Lösung

e) Grenzkonzentration

f) Erfassungsgrenze

g) Reagenz

h) Blindprobe

i) Kontrollprobe

2. a) Weshalb wird beim Chlorid-, Sulfat- und Nitrat-Nachweis die Probelösung vor der Reagenzzugabe angesäuert?

   b) Weshalb werden je nach nachzuweisendem Ion verschiedene Säuren zum Ansäuern benutzt?

3. Auf welchem allgemeinen Prinzip beruht der Carbonat-Nachweis?

4. Formulieren Sie die Reaktionsgleichungen der Anionennachweisreaktionen und benennen Sie die beteiligten Stoffe und Ionen.

SCHULZENTRUM UTBREMEN	*Anorganisch- qualitative Analyse*	*Name:* *Klasse:*

Lösliche Gruppe

- **Durchführung:**

Lösen Sie eine kleine Spatelspitze (Ssp) der Analysensubstanz in ca. 1 mL demineralisiertes Wasser vollständig auf. Mit dieser Analysenlösung führen Sie die folgenden Kationennachweise durch.

Kation	*Nachweisreaktion*	*Anmerkung*
Na^+	Nachweis durch Flammenfärbung ⟶ **Intensive Gelbfärbung**	
K^+	1. Nachweis durch Flammenfärbung ⟶ Violette Färbung 2. Nachweis mit Perchlorsäure ($HClO_4$) 3 Tr. der AL auf dem Objektträger einengen, abkühlen + 1 Tr. Perchlorsäure daneben setzen und eine Flüssigkeitsbrücke zwischen den Tropfen herstellen **weißer Niederschlag von $KClO_4$** Kristalle durch ein Mikroskop betrachten	Störung durch Na^+ Cobaltglas verwenden E: Ausguss
Mg^{2+}	Nachweis mit Dinatriumhydrogenphosphat (Na_2HPO_4) 1 Tr. Lösung auf den Objektträger (OT) geben + 1 Tr. Ammoniumchlorid-lsg. + 1 Tr. Ammoniaklsg., 2 mol/L + 1 Tr. Na_2HPO_4-lsg. **weißer Niederschlag von $MgNH_4PO_4 * 6\ H_2O$** Kristalle durch ein Mikroskop betrachten	E: Ausguss
NH_4^+	Eine Ssp. Ursubstanz wird auf einem Uhrglas mit etwas H_2O und einem NaOH-Plätzchen versetzt. Ein zweites Uhrglas, an dem angefeuchtetes pH-Papier haftet, wird darüber gelegt. **Die Blaufärbung des pH-Papiers zeigt NH_4^+ an.**	E: Ausguss

SCHULZENTRUM UTBREMEN	*Anorganisch- qualitative Analyse*	*Name:* *Klasse:*

Ammoniumcarbonat-Gruppe: Ca^{2+}, Sr^{2+}, Ba^{2+}

1. **Lösen der Probe**: Befinden sich nur Erdalkalien und Alkalien (Lösliche Gruppe) in der Probe, wird die Ursubstanz in H_2O oder in der kleinst möglichen Menge Salzsäure, c(HCl) = 2mol/L gelöst.
2. **Gruppenfällung:**
   - Lösung tropfenweise mit verdünnter Ammoniaklösung versetzen bis sie alkalisch ist.
     + 10 Tr. gesättigte Ammoniumcarbonat-Lösung
   - 3 min im siedenden Wasserbad erhitzen, dann abkühlen (auf Vollständigkeit der Fällung prüfen)

Lösung + Niederschlag ($CaCO_3$, $SrCO_3$, $BaCO_3$)

(nach Abkühlen) Zentrifugieren

Überstand dekantieren → **Lösliche Gruppe** (Mg^{2+}, Na^+, K^+)

Niederschlag ($CaCO_3$, $SrCO_3$, $BaCO_3$)

mit 10 Tr. H_2O waschen und
mit der kleinst möglichen Menge Essigsäure, c(CH_3COOH) = 2mol/L lösen (ev. im Wasserbad erwärmen)

Lösung (Ca^{2+}, Sr^{2+}, Ba^{2+})

Prüfung auf Ba^{2+}-Ionen:
1 Tr. dieser Lösung auf Tüpfelplatte geben
+ 1 Tr. Kaliumchromat-Lösung
Entsteht ein **gelber Niederschlag von $BaCrO_4$**, ist Ba^{2+} nachgewiesen und muss nun aus der gesamten Lösung entfernt werden.

→ **Wenn in der Lösung kein Ba^{2+} nachgewiesen wurde,** kann sie gleich entsprechend der untenstehenden Anleitung auf Ca^{2+} und Sr^{2+} geprüft werden.

zu der Lösung Kaliumchromat-Lösung zutropfen, bis die Lösung gelb ist;
ausgefallenes gelbes Bariumchromat durch Zentrifugieren oder Filtrieren abtrennen.

→ **Niederschlag $BaCrO_4$** gelb

Lösung (Filtrat): Ca^{2+}, Sr^{2+}

+ 1 mL gesättigte $(NH_4)_2CO_3$-Lösung (pH>7)
3 min im kochenden Wasserbad erhitzen

Niederschlag
$CaCO_3$, $SrCO_3$

Niederschlag abzentrifugieren, chromatfrei waschen
Mit wenigen Tr. Essigsäure, c(CH_3COOH) = 2mol/L lösen

Nachweis Ca^{2+}, Sr^{2+}: →

- 2 Tr. der Lösung auf einen Objektträger geben und 1 Tr. konz. Schwefelsäure H_2SO_4 hinzufügen
- ➢ nadelförmige, häufig zu Büscheln vereinigte **Calciumsulfatnadeln $CaSO_4$**
- ➢ kleine linsenförmige **Strontiumsulfatkristalle $SrSO_4$** (bei höherer Sr-Konzentration können sie nadelförmig sein)

Entsorgung: Chromathaltige Abfälle im Behälter „**Chromatabfälle**" sammeln. Alle anderen Abfälle → Ausguss

SCHULZENTRUM UTBREMEN	*Anorganisch- qualitative Analyse*	*Name:* *Klasse:*

Erläuterungen zur Ammoniumcarbonat-Gruppe: Ca^{2+}, Sr^{2+}, Ba^{2+}

1. Ablauf der Ammoniumcarbonat-Trennung in der Gesamtanalyse
Das Filtrat der Ammoniumsulfidgruppe wird in einer Porzellanschale mit Salzsäure, c(HCl)= 2 mol/L angesäuert und der Schwefelwasserstoff verkocht (Abzug!).
Danach werden 2-3 Tropfen konz. Salpetersäure zugegeben und bis zur Trockene eingedampft, damit die Ammonium-Salze abrauchen. Der Rückstand wird mit 1-2 mL Salzsäure, c(HCl)= 2 mol/L, aufgenommen und die Lösung in ein Zentrifugenglas überführt. Danach wird mit der Lösung die Gruppenfällung mit Ammoniumcarbonat, wie im Trennungsgang beschrieben, durchgeführt.

2. Lösen der Analysensubstanz (AS) oder von Niederschlägen (Nd) :
Substanz tropfenweise mit der angegebenen Säure (z.B. Salzsäure, c(HCl)= 2 mol/L oder Essigsäure, $c(CH_3COOH)$= 2 mol/L) versetzen, umschütteln, Suspension absitzen lassen und eventuelle CO_2-Entwicklung beobachten. Erst wenn kein CO_2 mehr entsteht, aber trotzdem noch Bodensatz vorhanden ist, weitere Säure hinzugeben (Reaktion gegebenenfalls im Wasserbad beschleunigen).

3. Hinweis zum mikroskopischer Nachweis von Strontium-Ionen
Falls bei Zugabe von konz. Schwefelsäure[1] zur Probelösung sowohl linsenförmige als auch nadelförmige Kristalle auftreten, kann die Lösung gleichzeitig Strontium- und Calcium-Ionen enthalten. Es ist aber auch möglich, dass Strontium-Ionen in höherer Konzentration alleine nadelbüschelförmige Strontiumsulfatkristalle bilden. Deswegen sollte der Nachweis noch einmal mit einer verdünnten (1Tr . Probelösung + 1Tr. H_2O) Probelösung durchgeführt werden. Falls jetzt keine Nadelbüschel mehr auftreten, ist gezeigt, dass nur Strontium-Ionen in der Lösung vorhanden sind. Bei Anwesenheit von Calcium-Ionen entstehen auch mit verdünnter Probelösung nadelförmige Calciumsulfat-Kristalle.

Alternativer Strontium-Nachweis
2 Tropfen der Probelösung auf einem Objektträger mit einem Tropfen gesättigter Calciumsulfat-Lösung versetzen.
→ linsenförmige Kristalle von Strontiumsulfat (da Strontiumsulfat eine geringere Löslichkeit besitzt als Calciumsulfat).

4. Flammenfärbungen und Spektralanalyse von $CaCl_2$, $SrCl_2$ und $BaCl_2$
Chemikalien:
Calciumchlorid $CaCl_2$, Bariumchlorid $BaCl_2$, Strontiumchlorid $SrCl_2$, verdünnte Salzsäure, c(HCl) = 2 mol/L
Durchführung:
Alle Versuche sind im Abzug durchzuführen!
a) Einige $CaCl_2$-Kristalle
b) Einige $SrCl_2$-Kristalle
c) Einige $BaCl_2$-Kristalle werden auf einem Urglas mit 2 Tropfen Salzsäure, c(HCl) = 2 mol/L, versetzt. Die Spitze eines Magnesia-Stäbchens wird an der heißesten Stelle einer Bunsenbrennerflamme ausgeglüht bis die gelbe Flammenfärbung verblasst, und anschließend in die jeweilige Probe getaucht. Zur Beobachtung der Flammenfärbung hält man die Spitze des Magnesia-Stäbchens in den Flammensaum nahe am Schornstein des Brenners.

Ion	Flammenfärbung
Calcium Ca^{2+}	Ziegelrot
Strontium Sr^{2+}	Intensiv rot
Barium Ba^{2+}	Kurzzeitig hellgrün

Entsorgung: Vom benutzten Ende des Magnesiastäbchens werden ca. 2 cm abgebrochen und zum Hausmüll gegeben. Das andere Stück des Stäbchens kann wiederverwendet werden. Entsorgung der Salzreste in den Ausguss. Der Brenner ist bei Verunreinigung nach dem Versuch mit Leitungswasser zu spülen.

[1] Konzentrierte Schwefelsäureflasche, H_2SO_4, immer in einer Petrischale abstellen, um Verätzungen zu verhindern.

SCHULZENTRUM UTBREMEN	*Anorganisch- qualitative Analyse*	*Name:* *Klasse:*

Ammoniak-Gruppe: $Fe^{2+/3+}$, Cr^{3+}, Al^{3+}

(1) Zentrifugat (Lösung) der H_2S-Gruppe 10 min kochen bis H_2S ausgetrieben ist
+ 2 Mikrospatel NH_4Cl
+ 1 Tr. 3 %iges H_2O_2 (5 min schütteln)
+ 2 mol/L NH_3*H_2O bis pH 8-9

↓

(2) Niederschlag:
$Fe(OH)_3$, $Al(OH)_3$, $Cr(OH)_3$ und Lösung

Zentrifugieren

→ **(4) Lösung**:
Co^{2+}, Ni^{2+}, Mn^{2+}, Zn^{2+}; $(NH_4)_2CO_3$-Gruppe und lösliche Gruppe

(3) Niederschlag zweimal mit H_2O waschen

↓

(5) Niederschlag
$Fe(OH)_3$, $Al(OH)_3$, $Cr(OH)_3$

(6) + 2 mL NaOH, 2mol/L + 2 mL 3 %iges H_2O_2
5 min im Wasserbad erhitzen

Zentrifugieren

→ **(11) Lösung**
$[Al(OH)_4]^-$, CrO_4^{2-}
gelb

→ Ist die Lösung **gelb**, ist **Cr^{3+}** nachgewiesen
E: Chromatabfälle

↓

(7) Niederschlag
$Fe(OH)_3$

(8) - Nd. zweimal mit H_2O waschen
- Spatelspitze des Nd. in HCl, 2mol/L, lösen

(9) Lösung.
Fe^{3+}

↓

(10) Nachweis Fe^{3+}:
3 Tr. Probelösung
+ 1 Tr. NH_4SCN-Lösung oder 1 Kristall NH_4SCN
⇒ **Rotfärbung** durch $Fe(SCN)_3$

E: Ausguss

(12) die Hälfte der Lösung (max. 1 mL)
+ $NH_4Cl(s)$ bis pH 8-9

↓

(13) $Al(OH)_3$
Farblose Gallerte

↓

(14) Nachweis Al^{3+} :
Mit Tropfpipette 2 Tr. Gallerte auf die Tüpfelplatte
+ 1 Tr. Morin-Lösung
+ 2 Tr. HCl, 2 mol/L
⇒ **Bläulichgrüne Fluoreszenz** im UV(254 nm) zeigt Al^{3+} an

E: Ausguss

Erläuterungen zur (NH_3)-Gruppe (für Lehrer)

2 mL Probelösung, 0,02 mol/L, reichen gut für einen Trennungsgang aus

Zu (1): Oxidation eventuell vorhandener Fe^{2+}-Ionen durch H_2O_2, 3%. 1 Tropfen reicht bei der Verwendung von 2 mL Analysenlösung aus, da kaum Fe^{2+}-Ionen vorhanden sind.

Zu (3): Vor der Weiterverarbeitung sind Niederschläge und Rückstände in der Regel gründlich mit destilliertem Wasser zu waschen. Das Waschwasser wird verworfen (Ausguss).

Zu (10) Eisen-Nachweis : Lösung muß sauer sein, sonst gibt es keine Färbung.

Zu (12) Man senkt den pH der Lösung durch Zusatz von Ammoniumchlorid auf etwa pH 8-9. Bei Anwesenheit von Al^{3+} fällt bei Zusatz von Ammoniumchlorid ein farbloser, gallertiger Niederschlag von Aluminiumhydroxid , $Al(OH)_3$, aus.

Zu (14) Al^{3+}-Nachweis mit Morin

- UV-Lampenbedienung erklären
  Tüpfelplatte schräg mit UV-Lampe bestrahlen (vom Beobachter weg), dann ist die Fluoreszenz deutlicher zu sehen.

Aluminiumhydroxid-Nd. kann mit der Tropfpipette abgesaugt werden;

2 Tr. davon auf einer Tüpfelplatte mit 1 Tr. Morin versetzen.

Die Lösung färbt sich daraufhin leuchtend gelb. Dies zählt jedoch noch **nicht** als Al^{3+}-Nachweis.

Al^{3+} gilt erst als nachgewiesen, wenn man zu der gelben Lösung 1-2Tr. Salzsäure hinzufügt und die jetzt farblos gewordene Lösung unter der UV-Lampe **bei 254 nm bläulichgrün fluoresziert.**

In manchen Anleitungen wird für diesen Nachweis die Verwendung von KOH empfohlen. Dies ist jedoch nach unserer Überprüfung nicht notwendig.

Das Ergebnis dieses Nachweises ist unabhängig davon, ob bei (6) mit NaOH oder KOH gearbeitet wurde . Deshalb ist es aus Kostengründen besser NaOH zu benutzen.

SCHULZENTRUM UTBREMEN	*Anorganisch- qualitative Analyse*	*Name:* *Klasse:*

$(NH_4)_2S$-Gruppe: Co^{2+}, Ni^{2+}, Mn^{2+}, Zn^{2+}

(1) Zentrifugat (Lösung) der NH_3-Fällung (Co^{2+}, Ni^{2+}, Mn^{2+}, Zn^{2+}, $(NH_4)_2CO_3$- Gruppe und lösliche Gruppe), ca. 2 mL
+ $(NH_4)_2S$ –Lösung hinzutropfen
5 min im Wasserbad erhitzen (ABZUG!), 10 min. abkühlen
zentrifugieren und Nd. zweimal mit Wasser waschen

Lösung: $(NH_4)_2CO_3$ und lösliche Gruppe

(2) Niederschlag
MnS ZnS CoS NiS

Niederschlag teilen

(3) Nachweis Co^{2+}:
mit Nd. Boraxperle herstellen
➢ **Intensiv blaue Perle**, $Co(BO_2)_2$, zeigt Co^{2+} an

Nd. viermal mit 1 mL CH_3COOH, 2 mol/L, extrahieren

(4) Extrakt Mn^{2+}

(4.1) Nachweis Mn^{2+}:
2 Tr. Probelösung in Porzellanschale eindampfen; abkühlen lassen
+ 2 Tr. Schwefelsäure, $w(H_2SO_4)$=98%
+ 2 Tr. $AgNO_3$-Lösung
+ 1 Ssp. $(NH_4)_2S_2O_8$
➢ **Violettfärbung** (MnO_4^-) zeigt Mn^{2+} an
E: Behälter Silberabfälle

(5) Niederschlag
CoS, NiS, ZnS

Zweimal mit 1,5 mL HCl, 2 mol/L, extrahieren

(6) Extrakt Zn^{2+}

(6.1) Nachweis Zn^{2+}:
0,5 mL Probelösung
+ 1 Ssp. NH_4Cl
+ NH_3*H_2O, 2 mol/L, pH>7
+ 5 Tr. TAA-Lösung
aufkochen
➢ **weißer Nd.** (ZnS) zeigt Zn^{2+} an
E: Behälter Schwermetallhaltige Lösungen SM

(7) Niederschlag
CoS (Perlprobe) , NiS

+ 1 mL CH_3COOH, 2 mol/L
+ 3 Tr. 30 %iges H_2O_2
10 min kochen

(8) Nachweis Ni^{2+} :
2 Tr. Probelösung
+ 2 Tr. NH_3*H_2O, 2 mol/L, pH>7
+ 1 Tr. Diacetyldioxim
➢ **roter Nd.** zeigt Ni^{2+} an
E: Behälter Schwermetallhaltige Lösungen SM

Hinweise zur $(NH_4)_2S$-Gruppe

Zu (7) Alternative zum Co^{2+}-Nachweis mit der Boraxperle

Kobalt-Ionen: Nachweis als blaues Tetrathiocyanatokobalt-Ion

Durchführung: Auf einer weißen Tüpfelplatte :

- Zu 2 Tr. essigsaurer Probelösung einige NH_4SCN-Kristalle hinzugeben. Nicht Schütteln! Über den Kristallen bildet sich blaues Tetrathiocyanatocobaltat(II), $[Co(SCN)_4]^{2-}$.
- In Wasser bzw. bei Verdünnung mit Wasser dissoziieren die Komplexionen zu rosafarbenen $[Co(H_2O)_6]^{2+}$-Ionen
- Eine Zugabe von Aceton verstärkt die Bildung der blauen Tetrathiocyanatocobaltat(II)-Ionen.

Reaktionsgleichung:

$$Co^{2+} + 4\ SCN^- \rightarrow [Co(SCN)_4]^{2-}$$

$$[Co(SCN)_4]^{2-} + 6\ H_2O \rightarrow [Co(H_2O)_6]^{2+} + 4\ SCN^-$$

Entsorgung: Schwermetallhaltige Lösungen

Zu (8) Nickel-Nachweis mit DiAc

Lösung muss H_2O_2 frei sein (geg. Aufkochen)

Ist H_2O_2 nicht ausreichend verkocht worden, wird eine kristalline Fällung verhindert; es entsteht lediglich eine rotorange Färbung der Lösung.

Optimale Reaktion in alkalischer Lösung

- **Störungen**:

Größere Mengen **Kobalt-Ionen** stören, da sie mit DiAc eine rotbraune Lösung ergeben. Auch **Eisen(II)-Ionen** ergeben eine rotgefärbte Lösung.

- **Entsorgung**: Schwermetallhaltige Lösungen

Reaktionen verschiedener Ionen der Ammoniumsulfid-Gruppe

Versetzen Sie jeweils 0,5 mL einer 0,1 molaren Metallsalzlösung tropfenweise mit einem der angegebenen Fällungsreagenzien und notieren Sie die Art und Farbe der entstehenden Niederschläge.

Eisen(II)-sulfat-Lösung oxidiert sehr leicht durch Luftsauerstoff und muss daher für den Versuch frisch angesetzt werden.

„Ü:“ bedeutet, dass sich der zunächst entstehende Niederschlag in einem Überschuss des Fällungsmittels als Komplex-Ion löst.

Ion	Fällungsreagenz + $(NH_4)_2S$	Fällungsreagenz + NaOH	Fällungsreagenz + $NH_3{*}H_2O$
Al^{3+}	$Al(OH)_3$	$Al(OH)_3$ Ü: $[Al(OH)_4]^-$	$Al(OH)_3$ Ü: unlöslich
Cr^{3+}	$Cr(OH)_3$	$Cr(OH)_3$ Ü: $[Cr(OH)_4]^-$	$Cr(OH)_3$
Fe^{2+}	$Fe(OH)_2$ FeS	$Fe(OH)_2$	$Fe(OH)_2$
Fe^{3+}	$Fe(OH)_3$ Fe_2S_3	$Fe(OH)_3$	$Fe(OH)_3$
Co^{2+}	CoS	$Co(OH)_2$	$Co(OH)_2$ Ü: $[Co(NH_3)_6]^{3+}$
Ni^{2+}	NiS	$Ni(OH)_2$	$Ni(OH)_2$ Ü: $[Ni(NH_3)_6]^{2+}$
Zn^{2+}	ZnS	$Zn(OH)_2$ Ü: $[Zn(OH)_4]^{2-}$	$Zn(OH)_2$ Ü: $[Zn(NH_3)_6]^{2+}$
Mn^{2+}	MnS	$Mn(OH)_2$	$Mn(OH)_2$

SCHULZENTRUM UTBREMEN	*Anorganisch- qualitative Analyse*	*Name:* *Klasse:*

Nachweisreaktionen der H_2S-Gruppenelemente

(1)	Sn^{2+}-Nachweis

Leuchtprobe mit der Ursubstanz **Im Abzug durchführen**!
Eine kleine Spatelspitze der Analysensubstanz wird in einem kleinen Becherglas oder Porzellantiegel mit 2 mL Salzsäure, c(HCl) = 5 mol/L, versetzt und eine Zinkgranalie hinzugegeben.
Ein zur Hälfte mit kaltem Wasser gefülltes Reagenzglas in die Lösung eintauchen und die benetzte Fläche in der nichtleuchtenden Brennerflamme stark erhitzen. Eine blaue Fluoreszenz an der benetzten Fläche zeigt Zinn(II)-Ionen an.
Vorsicht! Das Wasser im Reagenzglas darf nicht zum Sieden kommen. Wenn es zu heiß wird, sollte das Wasser durch kaltes ersetzt werden.

---

(2)	Pb^{2+}-Nachweis

Etwas Bleisulfat-Niederschlag in 1 mL gesättigter, warmer Ammoniumacetatlösung lösen
1Tr. der Lösung auf eine Tüpfelplatte oder Objektträger geben
+ 1 Tr. Essigsäure, 2 mol/L
+ 1 Tr. 5%ige K_2CrO_4-Lösung
→ ein gelber Niederschlag von Bleichromat zeigt Pb^{2+} an.

---

(3)	Bi^{3+}-Nachweis

A. Wird der weiße $Bi(OH)_3$-Niederschlag in Lösung schwach erwärmt, so verfärbt er sich unter Abgabe von Wasser gelb. Oft färbt sich das frisch ausfallende $Bi(OH)_3$ durch die Neutralisationswärme schon gelb.

$$Bi(OH)_3 \rightarrow BiO(OH) + H_2O$$

B. Etwas Bi(OH)3-Niederschlag auf der Tüpfelplatte mit frischer Natriumstannat(II)-Lösung versetzen. Eine allmählich auftretende Schwarzfärbung von fein verteiltem metallischem Bismut gilt als positiver Nachweis.

---

(4)	Cu^{2+}-Nachweis

$[Cu(NH_3)_4]^{2+}$ ist an der blauvioletten Farbe der Lösung zu erkennen. Sehr empfindliche Reaktion.

SCHULZENTRUM UTBREMEN	*Anorganisch- qualitative Analyse*	*Name:* *Klasse:*

H_2S-Gruppe: Pb^{2+}, Bi^{3+}, Cu^{2+}, $Sb^{3+/5+}$, $Sn^{2+/4+}$

Salzsaure Lösung mit TAA-Lösung versetzen
- 20 min im Wasserbad erhitzen
- mit H_2O auf das doppelte Volumen verdünnen
- erneut 4 min erhitzen und zentrifugieren

Überstehende Lösung: Alle folgenden Gruppen

Niederschlag:
PbS, Bi_2S_3, CuS, Sb_2S_3, Sb_2S_5, SnS und SnS_2

Niederschlag mit heißem H_2O waschen

Niederschlag mit ca. 5 mL Lithiumhydroxid/Kaliumnitrat-Lösung im Wasserbad heiß digerieren und zentrifugieren.

Lösung: SbS_4^{3-}, SnS_3^{3-}

Niederschlag mit H_2O waschen

Niederschlag:
PbS Bi_2S_3 CuS

+ 2 Tr. 30%iges H_2O_2
+ 1 mL 98%ige H_2SO_4
im Wasserbad erwämen bis die Sulfide gelöst sind, dann mit 2 mL H_2SO_4, 1mol/L, verdünnen

$PbSO_4$ weiß siehe (2)

Lösung Bi^{3+} Cu^{2+}

Mit 25 %iger NH_3-Lösung alkalisch machen

$Bi(OH)_3$ weiß siehe (3)

$[Cu(NH_3)_4]^{2+}$ blauviolett siehe (4)

Mit H_2SO_4, 2 moL/L , ansäuern, 5 min erhitzen, zentrifugieren, die überstehende Lösung verwerfen.

Niederschlag mit 5 Tr. konz. HCl lösen und H_2S verkochen

Lösung teilen

+ Eisennagel → **Sb Schwarze Flocken**

Sn^{2+} → Leuchtprobe

SCHULZENTRUM UTBREMEN	*Anorganisch- qualitative Analyse*	*Name:* *Klasse:*

H_2S-Gruppe: Pb^{2+}, Cu^{2+}, $Sb^{3+/5+}$, $Sn^{2+/4+}$

Lösung mit TAA-Lösung versetzen
- 20 min im Wasserbad erhitzen
- mit H_2O auf das doppelte Volumen verdünnen
- erneut 4 min erhitzen und zentrifugieren

→ **Überstehende Lösung: Alle folgenden Gruppen**

Niederschlag:
PbS, CuS, Sb_2S_3, Sb_2S_5, SnS und SnS_2

Niederschlag mit heißem H_2O waschen

Niederschlag mit ca. 5 mL Lithiumhydroxid/Kaliumnitrat-Lösung im Wasserbad heiß digerieren und zentrifugieren.

→ **Lösung:** SbS_4^{3-}, SnS_3^{3-}

Niederschlag mit H_2O waschen

Niederschlag:
PbS, CuS

Niederschlag mit 5 mL HNO_3 (1:1 verdünnt) im Wasserbad lösen

+ konz. NH_3*H_2O bis pH 5-6
in 2 Proben teilen

+ 5 %ige $(NH_4)_2SO_4$-Lsg. → **Niederschlag: $PbSO_4$**

+ 5 NH_3*H_2O, 2 mol/L, bis pH>7 → **$[Cu(NH_3)_4]^{2+}$** dunkelblaue Lösung, und/oder weißer Nd. von **$Pb(OH)_2$**

Mit H_2SO_4, 2 moL/L , ansäuern, 5 min erhitzen, zentrifugieren,
die überstehende Lösung verwerfen.

Niederschlag mit 5 Tr. konz. HCl lösen und H_2S verkochen

Lösung teilen

+ Eisennagel → **Sb**
Schwarze Flocken

Sn^{2+} → Leuchtprobe

Entsorgung und Recycling

Zum chemischen Experimentieren gehört auch die sachgerechte Entsorgung von Versuchsresten. Am besten ist die Wiederverwendung von Abfällen als Edukte bei neuen Versuchen. Für die in diesem Praktikum produzierten Abfälle ist dies zwar prinzipiell möglich, eine erneute Verwendung der recyclierten Produkte in der analytischen Chemie ist aber – wegen mangelnder Reinheit – nicht sinnvoll (Ausnahme: Silberabfälle und eventuell Iod).

Im Rahmen eines präparativen Praktikums können die Abfalllösungen unter Umständen eingesetzt werden (z.B. für Demonstrationsexperimente, bei denen keine große Reinheit erforderlich ist).

Die gesammelten Abfälle müssen – wenn sie nicht wiederverwertet werden – so aufbereitet werden, dass sie entweder als umweltneutrale, ungiftige Feststoffe im Hausmüll, als nichtwassergefährdende Salzlösungen im Ausguss oder als wasserunlösliche, giftige Substanzen auf einer Sondermülldeponie entsorgt werden können. Die Schwermetalle sind dabei in unlösliche, endlagerfähige Stoffe (in der Regel Sulfide) zu überführen. Da die Fällungsbedingungen bei sortenreinen Lösungen wesentlich leichter zu kontrollieren sind, als bei Mischungen, empfiehlt es sich die Abfalllösungen, auch wenn sie nicht wiederverwertet werden, getrennt voneinander zu sammeln.

Abfallbehälter „Schwermetallhaltige Lösungen SM“

Die Schwermetalle werden als Sulfide ausgefällt.

- Zur Abfalllösung kleine Portionen Natriumhydroxid NaOH zugeben und gründlich Rühren bis ein pH von 9-10 erreicht ist
- Schwermetall-Ionen mit Natriumsulfid-Lösung, Na_2S, quantitativ fällen.
- Die ausgefallenen Sulfide über ein Faltenfilter abfiltrieren (die Filtration benötigt einige Zeit).
- Braune Filtrate werden aufgekocht um die Fällung zu vervollständigen und danach erneut filtriert.
- Überschüssiges Sulfid in dem Filtrat wird mit 30 %igem Wasserstoffperoxid, H_2O_2, zu Sulfat oxidiert (Lösung entweder über Nacht stehen lassen oder zur Beschleunigung der Reaktion erwärmen). Wenn genügend Wasserstoffperoxid zugegeben wurde, darf sich eine blaue Polyiodid-Stärkelösung[1], die in die behandelte Lösung eingetropft wird, nicht mehr entfärben.
- Wenn in der Lösung kein überschüssiges Sulfid mehr vorhanden ist, kann sie im Ausguss entsorgt werden.
- Den Filterrückstand mit dem Filter im eingeschalteten Abzug (in der Vorbereitung) trocknen lassen. Der trockene Filter mit dem Rückstand wird zu den festen schwermetallhaltigen Rückständen gegeben.

Alternativ kann man die Abfalllösung im Abzug auch verdunsten lassen und den trockenen Rückstand zu den festen schwermetallhaltigen Rückständen SM geben.

---

[1] *Herstellung der Polyiodid-Stärkelösung*: 1 mL Stärkelösung mit 10 Tr. Kaliumiodid-Lösung versetzen; bei Zugabe von 3 Tr. 3 %igem H_2O_2 färbt sich die Lösung blau.

Schwermetallverbindungen gefährden das Wasser und Lebewesen in besonderer Weise

Die Gruppe der Schwermetalle umfasst **alle Metalle mit einer Dichte größer als 5 g/cm^3**. Metalle mit einer kleineren Dichte nennt man Leichtmetalle.

Obwohl Schwermetalle in der Erdkruste in beachtlichen Mengen vorkommen, ist nur ein kleiner Teil davon in natürlichen Stoffkreisläufen vorhanden, da die meisten Schwermetalle in Form schwerlöslicher Verbindungen in den Gesteinen festliegen und fast nur durch Verwitterungsprozesse und Vulkanismus in die belebte Welt gelangen können. In der stammesgeschichtlichen Entwicklung haben sich Lebewesen an die Verfügbarkeit der Elemente angepasst. **Spuren bestimmter Schwermetallionen** sind für Organismen lebensnotwendig (essentiell). Das Fehlen von Eisen, Cobalt, Kupfer, Mangan, Molybdän, oder Zink, z.B. führt bei Lebewesen zu Mangelerscheinungen des Stoffwechsels.

Viele der Schwermetalle sind für Organismen bereits in geringen Konzentrationen **giftig (toxisch).** Dabei kann der Grad der Giftigkeit stark variieren, je nach dem in welcher Verbindung sie vorliegen.

Durch die industrielle Nutzung von Metallen sind vermehrt Schwermetalle über die Erdoberfläche verteilt worden. Als besonders häufige Schadstoffe sind Blei, Cadmium und Quecksilber und ihre Verbindungen zu nennen. Ihre Konzentrationen in Lebewesen sind durch die industrielle Nutzung stark gestiegen mit manchmal katastrophalen Folgen (1952 Minamata: 52 Menschen starben an einer Methylquecksilbervergiftung durch den Verzehr von belasteten Fischen; durch den Verzehr von Brot, das irrtümlich aus mit Methylquecksilber gebeiztem Saatgut hergestellt worden war, wurden im Irak 1971/72 über 6000 Menschen mit Vergiftungserscheinungen in Kliniken behandelt; 459 starben an der Vergiftung. Die ungereinigten Abgase einer japanischen Zinkhütte führten in den 60iger Jahren bei Reisbauern und Fischer der Umgebung zu einer chronischen Cadmiumvergiftung, der sog. „Itai-Itai"-Krankheit).

Bei der Emission von Schwermetallen sind deshalb gesetzlich festgelegte **Grenzwerte** einzuhalten. Schwermetalle können biologisch (und auch chemisch) nicht abgebaut werden. Da einmal aufgenommene Schwermetalle von Organismen nur sehr langsam wieder ausgeschieden werden, dürfen die Grenzwerte nicht darüber hinweg täuschen, dass sich Schwermetalle in der **Nahrungskette** von Stufe zu Stufe anreichern und dadurch auch bei Einhaltung der Emissionsgrenzwerte toxische Konzentrationen erreichen können. Bei den Endglieder einer Nahrungskette werden die höchsten Konzentrationen erreicht.

Die **toxische Wirkung von Schwermetallionen** beruht auf ihrer Bindung an Eiweißstoffe (Proteine), wodurch deren räumliche Struktur so verändert wird, dass sie ihre Funktion (z.B. Katalyse von Stoffwechselreaktionen durch Enzyme) im Organismus nicht mehr erfüllen können.

Weitere ausführliche Informationen findet man in

R. Demuth, Chemie und Umweltbelastung, Verlag M.Dieseterweg, Frankfurt, 1993 , Seite 64-69

Bariumhaltige Reste Ba

- Entsorgen der bariumhaltigen Lösung mit Bariumsulfatniederschlägen

Da Bariumionen giftig sind, muß sichergestellt werden, daß sie vollständig ausgefällt werden.

Dazu werden die bariumhaltigen Lösungsreste mit technischer Soda neutralisiert und dadurch gleichzeitig gelöste Bariumionen in schwerlösliches Bariumcarbonat umgewandelt.

Die ausgefallenen Niederschläge werden abfiltriert und zu dem Sammelgefäß E (giftige anorganische Rückstände, sowie Schwermetallsalze) gegeben.

Das schwermetallfreie Filtrat kann weggeschüttet werden.

Silberhaltige Reste Ag

Am Ende des Praktikums muß durch pH-Messung und eventuellem Ansäuern mit Salzsäure HCl sichergestellt werden, daß der pH der Abfalllösung kleiner als 7 ist.

Beschriftung der Silber- und Bariumabfallflaschen

SCHULZENTRUM UTBREMEN	*Anorganisch- qualitative Analyse*	*Name:* *Klasse:*

Salzsäure-Gruppe: Ag^+, Pb^{2+}

(1) 1-2 Mikrospatel Analysensubstanz in Salzsäure, c(HCl) = 2 mol/L, lösen (pH 1-2),
5 min im Wasserbad erhitzen und abkühlen.
Bei Anwesenheit von Ag^+, Pb^{2+} verbleibt ein weißer Niederschlag, der zentrifugiert wird.

→ *H_2S-Gruppe und restliche Gruppen*

Niederschlag zweimal mit 2 mL heißem Wasser 2 min erhitzen, $PbCl_2$ löst sich, heiß abtrennen

Niederschlag AgCl

- waschen
- mit NH_3*H_2O, $c(NH_3)$ = 2mol/L lösen
- nach Ansäuern mit HNO_3 erneute Niederschlagsbildung

→ **AgCl**
Weiß
E.: Silberabfälle

Lösung Pb^{2+}

- In 2 Proben teilen
- Heiße Lösungen abkühlen

→ **(2) $PbCl_2$**
Farblose Nadeln
E.: Schwermetallhaltige Lösungen

+ 5 Tr. 5 %ige $(NH_4)_2SO_4$ -Lösung

→ **$PbSO_4$**
Weiß
E.: Schwermetallhaltige Lösungen

Hinweise zur Salzsäuregruppe (Ag^+, Pb^{2+})

Zu (1) : Nicht mehr Salzsäure, 2 mol/L, zugeben, als für eine vollständige Fällung nötig ist. Wenn nach Zugabe von 2 Tropfen Salzsäure keine Fällung zu beobachten ist, keine weitere Salzsäure zutropfen.
Die Silber- und Bleiionen werden als Chloride gefällt und so von den restlichen Gruppen abgetrennt.

Zu (2) : Die Fällung von Bleichlorid ist unvollständig, bei geringen Bleikonzentrationen kann sie ganz ausbleiben. Blei(II) erscheint deshalb in der H_2S-Gruppe nochmals. Die Löslichkeit von Blei(II)chlorid in Wasser nimmt mit steigender Temperatur stark zu. Beim Erwärmen der Suspension der Chloridniederschläge löst sich Blei(II)chlorid im Gegensatz zu Silberchlorid auf.

Vorgehen bei Gesamtanalyse:

1-2 Mikrospatel AS

1-2 Mikrospatel in 3-5 mL entmineralisiertem Wasser oder einer geeigneten Säure lösen

Rückstand verwerfen oder Aufschluss durchführen

Lösung: (Ag^+, Pb^{2+}, Cu^{2+}, Bi^{3+}, Sb^{3+}, Sn^{2+}, Co^{2+}, Ni^{2+}, Mn^{2+}, Zn^{2+}, $Fe^{2+/3+}$, Al^{3+}, Cr^{3+}, Ca^{2+}, Sr^{2+}, Ba^{2+}, Mg^{2+}, Na^+, K^+)

Analytik der Salzsäuregruppe

Entwurf

Untersuchung der Boden- und Wasserqualität auf dem Ohlenhofgelände

Das zentrale Anliegen des Ohlenhofprojekts ist es, Natur in vielfältiger Form in die Stadt zurückzuholen, sie als Medium zu nutzen, um Lernprozesse, Kreativität, Aneignungs- und Entwicklungsmöglichkeiten sowie Verantwortungsbewußtsein auszulösen.

H.Oelsner und G.Schmiedt haben sich bereit erklärt, sich an dem Projekt zu beteiligen. Im Rahmen der Praktika „Qualitative und Quantitative Analyse" wollen sie mit der Klasse CTA-U Untersuchungen zur Boden- und Wasserqualität des Ohlenhofgeländes durchführen.

Wir betrachten das Ohlenhofprojekt als eine attraktive Möglichkeit den Schülern eine praxisnahe Ausbildung zu vermitteln.
Die Untersuchungen sind nicht Selbstzweck, sondern die Ergebnisse werden von anderen benötigt, beachtet, sie müssen daher qualitativ gut und zuverlässig sein.

Beschreibung der geplanten Aufgabenstellungen:

- Ermittlung der aktuellen Boden- und Wasserqualität auf dem Gelände
- Begleitung des Farmbetriebs durch ein längerfristiges Messprogramm um eventuelle Veränderungen und Beeinflussungen der Boden- und Wasserqualität bestimmen zu können.
- Die Schüler der Klasse können auf Wunsch anderen Schülern und Interessierten als Experten ihre Ergebnisse vorstellen, sie in die Untersuchungsmethoden einführen, mit ihnen Messergebnisse austauschen und diskutieren.
- Zusammenarbeit mit anderen Gruppen des Ohlenhofprojektes
  z.B. Zusammenarbeit mit der Berufsschulklasse für Pferdewirte beim Thema „Weidemanagement"
  Zusammenarbeit mit Klassen, die die Schulgärten nutzen,
- Kontakte herstellen zum Niedersächsischen Landesamt für Bodenuntersuchung

Lernziele

Einführung in Probenahmetechniken

Durchführung folgender Untersuchungen:

Iodometrische Chromatbestimmung

20 mL der Probelösung werden in einen Erlenmeyerkolben pipettiert und mit destilliertem Wasser auf 150-200 mL aufgefüllt. Dann werden 4 g $NaHCO_3$ und tropfenweise 10 mL 50 %ige Schwefelsäure hinzugegeben. Nach Beendigung der CO_2-Entwicklung (Schutzgas) werden 1,6 g KI, gelöst in wenig dest. Wasser und weitere 10 mL 50 %ige Schwefelsäure zugegeben. Die tiefrote Reaktionslösung wird mit 0,1 molarer $Na_2S_2O_3$-Maßlösung titriert bis sie nur noch hellgelb ist. Dann werden 10 Tropfen einer 3 %igen Stärkelösung zugesetzt und die tiefblaue Lösung bis zum Farbumschlag nach Blaß-Blaugrün titriert.

Aufbereitung iodidhaltiger Lösungen (z.B. aus iodometrischen Bestimmungen)

Die Lösung wird in einem großen Becherglas unter Rühren tropfenweise mit 30 %igem H_2O_2 versetzt (Vorsicht: Schäumen!) um das Iodid vollständig zu Iod zu oxidieren. Man läßt über Nacht (nicht länger, da sonst das Iod wieder in Lösung geht) mit einem Urglas bedeckt im Abzug stehen, saugt das ausgefallene Iod ab und prüft im Filtrat durch Zugabe von einigen Tropfen H_2O_2 auf Vollständigkeit der Iodid-Oxidation.
Das Iod wird mehrmals mit Wasser gewaschen und in einem nicht gefetteten Exsikkator über wasserfreiem $CaCl_2$ getrocknet. Zur weiteren Reinigung kann es sublimiert werden.
Das Filtrat, das noch etwas gelöstes Iod enthält (gelbe Färbung), wird mit 1g pulverförmiger Aktivkohle versetzt und gerührt. Beim anschließenden Filtrieren muß ein farbloses Filtrat entstehen, das in den Abfluß gegeben wird. Ist das Filtrat noch gelblich, muß die Behandlung mit Aktivkohle wiederholt werden.

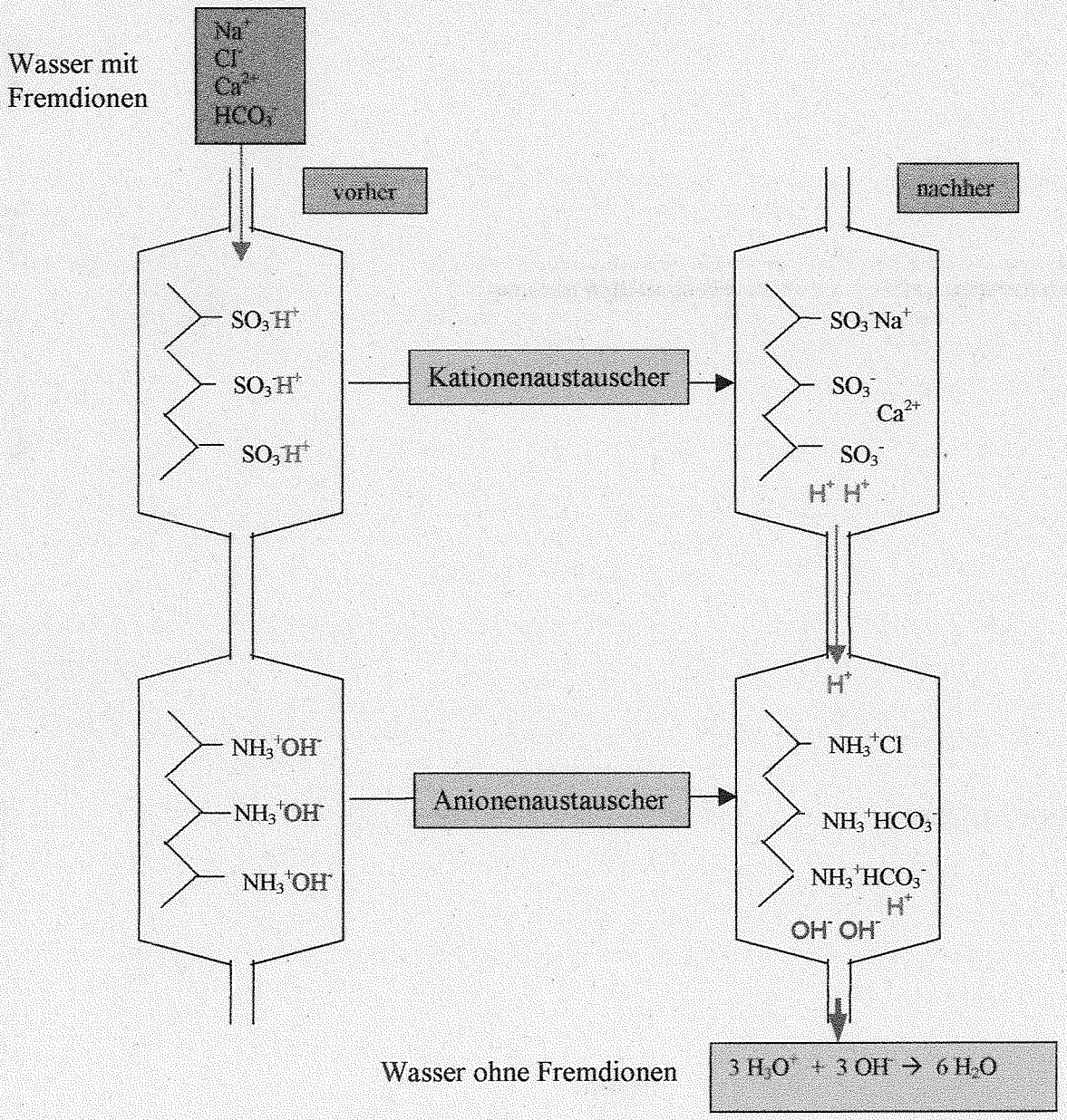
Entgiftung von Chromatabfällen

Die Lösung wird mit Schwefelsäure ungefähr auf pH 2 gebracht und mit überschüssiger $FeSO_4$-Lösung versetzt, um das sechswertige Chrom zum dreiwertigen zu reduzieren.
Dann wird mit Natronlauge ein pH-Wert von 8-9 eingestellt, 30 Minuten gerührt und anschließend über Kieselgur filtriert. Das klare Filtrat wird auf Vollständigkeit der Fällung geprüft und kann dann in den Ausguß gegeben werden.
Der Filterkuchen wird zu den Feststoffabfällen gegeben.

Die austitrierten Lösungen der iodometrischen Bestimmungen werden ebenfalls mit Natronlauge auf pH 8-9 gebracht, mit einem Teelöffel pulverförmiger Aktivkohle versetzt und kurz aufgekocht. Dann wird über Kieselgur filtriert.
Filterkuchen zu den Feststoffabfällen
Filtrat: Aufarbeitung zu Iod (Siehe "Aufbereitung iodidhaltiger Lösungen")

Ionenaustauscher

Ionenaustauscher sind besondere, wasserunlösliche Kunstharze, die an die Molekülketten angelagerte Ionen enthalten. Sie können diese Ionen gegen andere gleichgeladene Ionen einer Lösung, mit der sie in Kontakt kommen, austauschen.
Kationenaustauscher nehmen positiv geladene Metallionen auf und geben dafür H_3O^+-Ionen in die Lösung ab.
Anionenaustauscher nehmen Säurerest-Ionen auf und geben dafür Hydroxid-Ionen, OH^- ,ab.
Mit Ionenaustauschern lassen sich alle unerwünschten Ionen im Wasser entfernen. Deshalb hat das Ionenaustauschverfahren ein weites Anwendungsfeld gefunden. Mit ihm kann man Wasser enthärten, teure Metalle wiedergewinnen oder besonders problematische Abwässer endreinigen.
Die Ionenaustauscherharze werden in Form von wasserunlöslichen Kunstharzkügelchen mit einem Durchmesser von 0,3 bis 1,5 mm hergestellt. Sie haben eine Gelstruktur. Im Wasser quellen sie auf und sind erst dann voll funktionsfähig. Ihre Aufnahmekapazität (=Austauschkapazität) für Ionen ist begrenzt. Sind alle austauschbaren Ionen ersetzt, muß man den Ionenaustauscher regenerieren. Kationenaustauscher werden meist mit einer Säure (z.B. Salzsäure) regeneriert, während man für Anionenaustauscher meist Natronlauge verwendet. Die Ionenaustauscher von Geschirrspülern werden aus Sicherheitsgründen mit konzentrierter Natriumchloridlösung regeneriert.



Bestimmung der Ca-Aufnahmekapazität eines Ionenaustauschers

Prinzip:
In dem Versuch wird bestimmt, wieviele Calciumionen ein Gramm eines Ionenaustauschers aufnehmen kann. Dazu versetzt man eine Calciumlösung bekannter Konzentration mit einer genau eingewogenen Menge Ionenaustauscher und titriert den ungebundenen Rest des Calciums mit EDTA-Maßlösung.

Chemikalien: Zeolith A oder Ionenaustauscherharze in der Natriumform (z.B. Amberlite IRC 718 oder Duolite ES 466), Calciumchlorid-Lösung, 0,01 molare EDTA-Maßlösung, Indikatorpuffertabletten, Ammoniaklösung $w(NH_3)$ = 25%.

Vorversuch:
Bestimmung des Calciumgehalts der Lösung

- 20,0 mL der Calciumlösung werden in einen 300-mL-Erlenmeyerkolben pipettiert, mit dest. Wasser auf ca. 100 mL aufgefüllt und mit einer Indikator-Puffertablette versetzt. Nach dem Auflösen der Tablette gibt man 1 mL Ammoniaklösung, $w(NH_3)$ = 25%, hinzu und titriert mit der 0,01 molaren EDTA-Maßlösung bis zum Farbumschlag von rot nach grün.
  Calciumgehalt der Probelösung: mmol/20 ml und mg/20 ml

Hauptversuch: Bestimmung der Aufnahmekapazität

- 20,0 mL der Calciumlösung werden in einen 300-mL-Erlenmeyerkolben pipettiert, mit dest. Wasser auf ca. 100 mL aufgefüllt und mit etwa 250 mg genau eingewogenem Ionenaustauscher versetzt. Die Suspension wird 10 min. mit Siedestab gekocht, (damit der trockene Ionenaustauscher quillt und funktionsfähig wird) und nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur filtriert. Eventuelle Calciumreste im Filterrückstand und Filter werden mehrmals mit wenig dest.Wasser in das Filtrat gespült.
- Das Filtrat mit dem Waschwasser wird mit einer Indikator-Puffertablette versetzt. Nach dem Auflösen der Tablette gibt man 1 mL Ammoniaklösung, $w(NH_3)$ = 25%, hinzu und titriert mit der 0,01 molaren EDTA-Maßlösung bis zum Farbumschlag von rot nach grün.

Auswertung:
- Berechnen Sie die Austauschkapazität des Ionenaustauschers in mmol Ca^{2+}/ g Ionenaustauscher und in mg Ca^{2+}/g.

Entsorgung
Die Versuchsreste sind ökologisch unbedenklich und können in den Abfluß geschüttet werden.

Aufgabe:
Die Aufnahmekapazität eines Ionenaustauschers beträgt 27 mg Ca2+ /g.
Berechnen Sie, wieviele Liter Wasser der Gesamthärte 1,28 mmol/L von
a) 1 g Ionenaustauscher
b) 1 kg Ionenaustauscher enthärtet werden können.

SCHULZENTRUM UTBREMEN	*Anorganisch- quantitative Analyse*	*Name:* *Klasse:*

Iodometrische Bestimmung von Chrom-VI-Ionen

Reaktion: Chrom-VI-Ionen (CrO_4^{2-}, $Cr_2O_7^{2-}$) werden nach der Reaktionsgleichung

$$Cr_2O_7^{2-} + 6I^- + 14\,H^+ \longrightarrow 2\,Cr^{3+} + 3I_2 + 7H_2O$$

mit Kaliumiodid zu Chrom-III-Ionen reduziert. Das entstandene Iod wird dann mit Natriumthiosulfat-Maßlösung titriert.

$$I_2 + 2S_2O_3^{2-} \longrightarrow 2I^- + S_4O_6^{2-}$$

Geräte:

20-mL-Vollpipette, 50mL-Bürette, 300-mL-Erlenmeyerkolben

Chemikalien:
Natriumthiosulfat-Maßlösung $c(Na_2S_2O_3)$ = 0,1 mol/L, Kaliumiodid KI, Natriumhydrogencarbonat $NaHCO_3$, Schwefelsäure $c(H_2SO_4)$ = 2,5 mol/L, Stärkelösung 1%

Durchführung:

- 20 mL der Probelösung werden in einen Erlenmeyerkolben pipettiert und mit destilliertem Wasser auf 150 mL aufgefüllt.
- Dann werden 2 g $NaHCO_3$ und ca. 25 mL 2,5 mol/L Schwefelsäure hinzugegeben. Nach Beendigung der CO_2-Entwicklung (Schutzgas) werden 2 g KI, gelöst in wenig dest. Wasser, zugesetzt.
- Nach 5-10 Minuten Wartezeit wird die tiefrote Reaktionslösung mit 0,1 molarer $Na_2S_2O_3$-Maßlösung titriert bis sie nur noch hellgelb ist.
- Dann werden 10 Tropfen einer 1 %igen Stärkelösung zugesetzt und die tiefblaue Lösung bis zum Farbumschlag nach Blaß-Blaugrün titriert.

Auswertung:

1. Informieren Sie sich über die Stoffdaten von Chrom-VI-Verbindungen : R- und S-Sätze, Wassergefährdungsklasse, Entsorgung
2. Weshalb ist die austitrierte Lösung leicht blaugrün? Wie wird sie entsorgt? Wie wird die nicht benötigte Probelösung entsorgt?
3. Begründen Sie, weshalb man vor der Titration Natriumhydrogencarbonat zu der Probelösung hinzugibt.
4. Weshalb setzt man die Stärkelösung erst gegen Ende der Titration zu?
5. Berechnen Sie von der Probelösung die Stoffmengenkonzentration $c(Cr_2O_7^{2-})$ in mol/L und die Massenkonzentration $ß(Cr_2O_7^{2-})$ in mg/L.

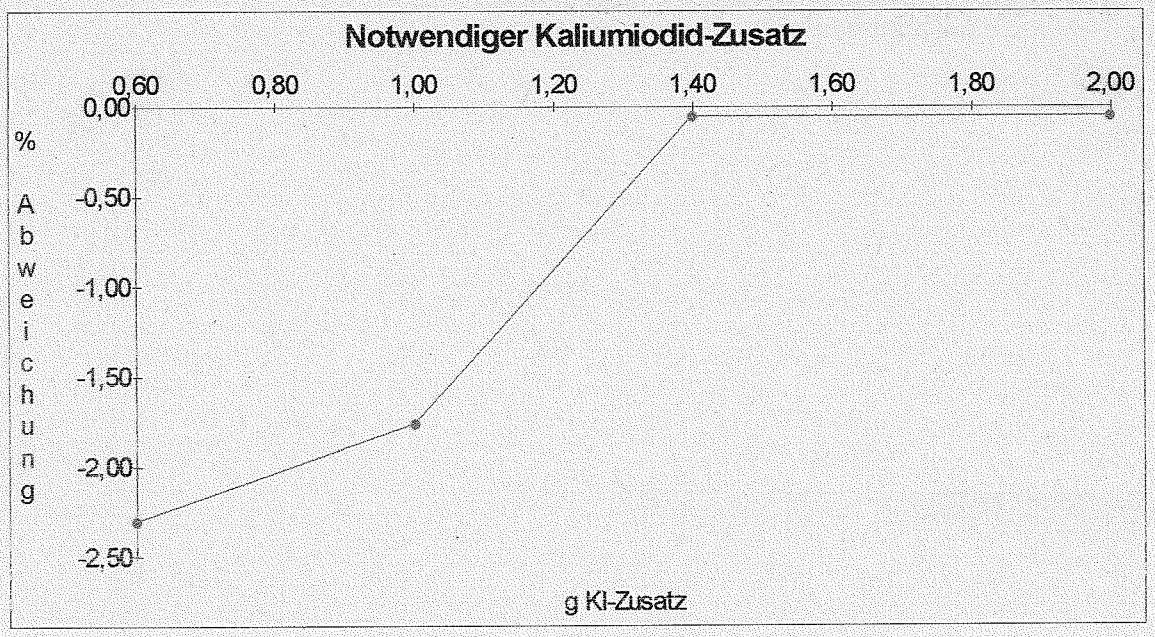
Thema: Reduzierung des Kaliumiodid-Verbrauchs bei iodometrischen Titrationen

Wieviel Kaliumiodid-Zusatz ist bei der iodometrischen Bestimmung von KIO_3 notwendig?

Durchführung:
Die Schüler des Praktikums titrierten alle 25 mL einer gegebenen Kaliumiodat-Lösung, wobei sie zur Bestimmung jeweils unterschiedliche Mengen an Kaliumiodid hinzufügten. (Siehe Arbeitsanleitung)
Gegebene Lösung:
3,7807 g/L Kaliumiodat-Lösung : Sollwert der Bestimmung 94,5 mg KIO_3 pro 25 mL Probe

g KI-Zugabe	0,6 & 0,75	1	1,4	2
KIO3-Einwaage	94,5	94,5	94,5	94,5
KIO3 gefunden	92,31	92,84	94,45	94,45
Abweichung in %	-2,3	-1,76	-0,05	-0,05

Ergebnisse:



I

In der Literatur wird meistens ein Zusatz von 2 g Kaliumiodid angegeben.
Aus dem Diagramm ist ersichtlich, daß für eine genaues Titrationsergebnis nur zwischen 1,4 und 1,0 g KI notwendig sind.
Der KI-Verbrauch kann also um gut 25% reduziert werden.

Bestimmung des Boden-pH-Wertes

Der Boden-pH-Wert kann nicht so einfach definiert werden wie der einer wässrigen Lösung, da es sich um den pH-Wert eines Gleichgewichtes zwischen fester Phase und Wasser handelt. Trotzdem ist der pH-Wert die am häufigsten gemessene Größe in der Bodenanalyse.
Der eigentliche **Zweck der Bestimmung des Boden-pH-Wertes** liegt nicht in der Feststellung, ob der Boden sauer oder alkalisch ist, sondern darin, daß man Informationen über die Verfügbarkeit der verschiedenen Elemente erhält. Dazu gehört der Basenzustand, das sind die austauschbaren Anteile von Ca^{2+}, Mg^{2+}, K^{+} und Na^{+} relativ zur austauschbaren Acidität.

Wie beeinflusst der Boden-pH-Wert den Boden und bodenabhängige Lebewesen?
Nahezu alle Böden weisen pH-Werte zwischen 5 und 8 auf. Elemente wie Zink, Kupfer, Mangan und Eisen sind in sauren Böden mobiler, wobei bei sehr niedrigen pH-Werten bereits toxische Konzentrationen bestimmter Elemente (z.B. Aluminium) auftreten können. Aluminium-Überschuss beeinträchtigt und deformiert die Wurzeln und behindert das Wachstum der ganzen Pflanze. Ein zu hoher pH-Wert kann andererseits zu Spurenelement-Mangel führen. Die mikrobielle Aktivität ist ebenfalls sehr stark vom pH-Wert abhängig.

Die **pH-Messung des Bodens** kann nur in gut feuchtem Boden erfolgen. Normalerweise erhöht sich der pH-Wert durch die Zugabe von Wasser. Es entsteht eine Salzlösung, deren Konzentration sich bei weiterer Zugabe von Wasser verringert. Ebenso verringert sich die Konzentration der Kohlensäure, die sich aus dem von Lebewesen ausgeschiedenen Kohlendioxid und Wasser bildet.
Ein weiterer sehr wesentlicher Faktor, der die Messung eines Boden-pH-Wertes kompliziert, ergibt sich durch die Ausbildung einer elektrischen Doppelschicht, die die suspendierten negativ geladenen Bodenpartikel umgibt. Die negativ geladenen Bodenpartikel zieht eine Schicht von positiv geladenen Ionen an, die sich ihrerseits mit einer weiteren Schicht von negativ geladenen Ionen umgibt. Die Konzentration freier Ionen ist daher in Lösung geringer, als man eigentlich erwarten sollte. Diese adsorbierten Ionen lassen sich jedoch freisetzen, wenn man die Bodenprobe mit einer relativ konzentrierten Kalium- oder Calciumchlorid-Lösung anrührt. Die Bodenpartikel verhalten sich also wie ein Ionenaustauscher.
Durch die Festlegung des Verhältnisses Boden zu Salzlösung und die Dauer der Einwirkung lassen sich reproduzierbare und vergleichbare Resultate erhalten. Bei der Angabe eines Boden-pH-Wertes sind diese Daten jeweils mitanzugeben.

Bei einer gebräuchlichen Standardmethode (nach LUFA) werden 10 g luftgetrockneter Boden mit 25 mL 0,01 M Calciumchloridlösung versetzt und geschüttelt. Nach frühestens 30 min. erfolgt dann die Messung des pH-Werts.

- **Versuch: Bestimmung des Boden-pH-Wertes**

Überprüfen Sie die genannte Standardmethode, indem Sie 10 g einer Bodenprobe mit 25 mL 0,01 M $CaCl_2$-Lösung versetzen, auf einem Schüttelgerät schütteln und in Abständen von 10 Minuten (60 min. insgesamt) den pH messen.
In einem Parallelversuch versetzen Sie 10 g des gleichen Bodens mit 25 mL destilliertem Wasser anstelle von $CaCl_2$-Lösung und verfolgen ebenfalls in Abständen von 10 Minuten den pH-Wert.
Interpretieren Sie die Messwerte.

Fragen:

1. Manchmal wird Waldboden mit Magnesiumsulfat und/oder Kaliumchlorid gedüngt. Welche Nebenwirkungen hat diese Maßnahme? Hinweis: Denken Sie an den Versuch zur Messung des Boden-pH.
2. Kann man die Säurefreisetzung in Böden durch Zusatz von Kalk (Calciumcarbonat $CaCO_3$) abfangen? Beachten Sie die Löslichkeiten der Düngesalze und von Calciumcarbonat.

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Versuchsbeginn:	*Versuchsende:*	*Protokollabgabe:*

Thema: Erzeugung, Messung und Regelung von Temperaturen

Geräte: 100 mL-Zweihalskolben, Kugelkühler, Wasserbad, Pilzheizhaube, verschiedene Thermometer: Quecksilberthermometer, elektr. Temperaturmessfühler, Stockthermometer

Durchführung:

1. Bauen Sie eine Rückflußanlage auf.
2. Es werden verschiedene organische Flüssigkeiten
   a) im Wasserbad
   b) mit der Pilzheizhaube erhitzt.

a) Im Wasserbad

Es werden 50 mL einer organischen Flüssigkeit in einen 100 mL-Rundkolben gegeben und bis zum gleichmäßigen Sieden erhitzt.

Aufgaben:

Notieren Sie jede zweite Minute die Temperatur des Heizbades und der Flüssigkeit im Kolben.
Beachten Sie, daß der Temperaturunterschied zwischen Bad und Flüssigkeit im Kolben möglichst gering bleibt.
Tragen Sie die Werte in ein Diagramm auf Millimeterpapier.
Bestimmen sie durch Auslitern den Kühlwasserbedarf.

b) Mit der Pilzheizhaube

Erhitzen Sie mit der Pilzheizhaube eine org. Flüssigkeit mit einem Siedepunkt unter 100°C bei Schaltstufe 2
1. bei Reglerstufe 3 bis keine weitere Temperatursteigerung feststellbar ist und
2. bei Reglerstufe 7 bis zum konst. Sieden.

Aufgaben:

Notieren Sie jede zweite Minute die Temperatur der Flüssigkeit im Kolben.
Tragen Sie die Werte in ein Diagramm auf Millimeterpapier.
Bestimmen sie durch Auslitern den Kühlwasserbedarf.

Auswahl der geeigneten Flüssigkeit

Welche der folgende org. Flüssigkeiten sind unter toxischen Gesichtspunkten für die Versuche am besten geeignet:

Benzol, Tetrachlorkohlenstoff, 2-Propanol, Diethylether, Ethanol

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Betriebsanweisung	**Thema:** Erzeugung,Messung und Regelung von Temperaturen	

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Stoffname	Gefahrenbezeichng. Sym.		R.-u. S-Sätze	MAK	VbF
Benzen	F,T	Entzündlich, giftig	R45-11-48 23/24-25 S 53-45	Cancer.	A1
Tetrachlorkohlenstoff	T,N	Giftig, umweltgefährlich	R23/24/25-40-48/23-59 S 23-36/37-45	65	
2-Propanol	F	Entzündlich	R 11 S7-16	980	B
Ethanol	F	leichtentzündlich	R11 S7-16		B
Diethylether	F	leichtentzündlich	R12-19 S9-16-29-33	1200	A1

2. Sicherheitsmaßnahmen

Stoffname	Brände löschen mit	Erste Hilfemaßnahmen bei Kontakt mit	
		Haut	Auge
Benzen	CO_2-Löscher	Wasser	Wasser
Tetrachlorkohlenstoff		Wasser	Wasser
2-Propanol	Wasser	Wasser	Wasser
Ethanol	Wasser	Wasser	Wasser
Diethylether	CO_2-Löscher	Wasser	Wasser

3. Stoffkonstanten

Stoffname	**Physikalische Stoffkonstanten**				
	(g/mol)	**Fp (°C)**	**Kp (°C)**	**n_D**	**Dichte(g/mL)**
Benzen	78,11		79-81	1,5000	0,88
Tetrachlorkohlenstoff	153,82		76-77		1,59
2-Propanol	60,10		81-83		0,78
Ethanol	46,1		78		0,79
Diethylether	74,12		34-35		0,71

4. Entsorgung/ Aufbereitung

Produkt / Abfall		**Sammelgefäß**

Hinweise für den Lehrer:

Den S. stehen verschiedene organische Flüssigkeiten für diesen Versuch zur Auswahl. Für diese Flüssigkeiten wurden bereits in der vorherigen Unterrichtseinheit Betriebsanweisungen erstellt. Daraus sollen die S. die Stoffdaten dieser Flüssigkeiten entnehmen. Anhand der Stoffdaten können die S. dann die für diesen Versuch geeigneten Flüssigkeiten vorschlagen. Es sind Ethanol und 2-Propanol.

Die S. bauen erstmalig eine Rückflussanlage auf. Für den Aufbau sind folgende Erklärungen notwendig:
- richtige Stellung des Stativs
- richtiges Anbringen der Klemmen und Muffen
- Klammern der Anlage
- Erklärung der Normschliffe
- Fetten der Anlage
- Verwendung der Siedesteine
- Anschluß der Kühlschläuche
- Kugelkühler, Dimrothkühler und Schlangenkühler erklären und von den S. zeichnen lassen

Zu Versuch a:
Das Heizen in Versuch 1 erfolgt mit dem Wasserbad. Zur Temperaturmessung werden hier der Temperaturmessfühler (im Zweihalskolben) und ein Thermometer (Wasserbad) verwendet. Die Schüler sollen die Kühlwassermenge durch Auslitern bestimmen.
An einem Labortisch werden die Kühler hintereinander geschaltet. An dem anderen Labortisch werden die Anlagen einzeln gekühlt. Die Kühlwassereingangs- und die Kühlwasserausgangstemperatur ist jeweils zu bestimmen. Die jeweiligen Kühlwassertemperaturen und Kühlwassermengen werden miteinander verglichen.
Für diesen Versuch wird Ethanol verwendet.
Der Alkohol wird bis zum Sieden erhitzt. Die Temperaturveränderungen werden alle 2 Minuten notiert. Die Meßwerte werden im Protokoll als T-t Diagramm wiedergegeben.(T als Y-Achse).

Zu Versuch b:
Das Heizen in Versuch 2 erfolgt mit der Pilzheizhaube. Die Funktionsweise und die Heizkreise der von uns eingesetzten Heizhauben ist zu erklären. Dafür ist das Informationsblatt des Herstellers geeignet (siehe Unterlagen).
Die Bedeutung des Netzreglers ist zu erklären.
Die Rückflussanlage ist wie in Versuch 1 aufzubauen. Für die Temperaturmessung im Zweihalskolben wird ein Stockthermometer eingesetzt.
Für den Heizversuch wird 2-Propanol verwendet. Die Flüssigkeit wird bei Heizstufe 2 und Heizstufe 7 bis zum Sieden erhitzt.
Die Meßwerte werden wie in Versuch 1 graphisch ausgewertet.

Die Protokollführung ist hier ausführlich zu besprechen.

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Versuchsbeginn:	Versuchsende:	Protokollabgabe:

Thema: Destillation

Aufgabe: Trennung eines Ethanol/n-Butanol-Gemisches über eine Normaldestillation

Chemikalien: Ethanol, n-Butanol

Geräte: Destillationsanlage, Meßzylinder 25 ml u. 50 ml, 3 Spitzkolben, Refraktometer

Durchführung:

Arbeitssicherheit: Erstellen Sie ein Betriebsanweisung

In eine 100 ml Destillationsapparatur werden 50 ml des zu trennenden Gemisches gegeben. Das Gemisch erhitzt man so, daß die Destillationsgschwindigkeit etwa 2 Tropfen pro Sekunde beträgt.
Bei 82°C wird die Vorlage gewechselt und das Volumen des Destillates bestimmt (1. Fraktion).
Dann wird bis 110 ° C weiter destilliert. Hier wird die Vorlage wieder gewechselt und die Destillatmenge bestimmt
(2. Fraktion).
Die letzte Fraktion ist das zwischen 110°C und 118°C übergehende Destillat (3. Fraktion).
Die im Kolben verbleibende Menge ist der Destillationsrückstand. Auch dieses Volumen ist zu bestimmen.

Reinheitsüberprüfung:

Es sind folgende Brechungsindices zu bestimmen:
a) von der Ausgangsmischung,
b) von allen Fraktionen,
c) den Reinsubstanzen.

Auswertung:

1. Bestimmen Sie das Volumen der verschiedenen Fraktionen
2. Nehmen Sie dieTemperatur in Abhängigkeit von der Zeit auf
3. Zur Beurteilung der Reinheit der Fraktionen werden die ermittelten Brechungsindices mit denen der Reinsubstanzen verglichen.
4. Wie groß ist der Destillationsverlust?

Entsorgung:

Alle Fraktionen und der Destillationsrückstand: Vorratsflasche (Ethanol / n-Butanol)

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Versuchsbeginn:	Versuchsende:	Protokollabgabe:

Thema: Rektifikation

Aufgabe: Trennung eines Ethanol/n-Butanol-Gemisches über eine Gegenstromdestillation (Rektifikation)

Chemikalien: Ethanol, n-Butanol

Geräte: Destillationsanlage, Vigreuxkolonne

Durchführung:

In die für die Normaldestillation verwendete Apparatur wird eine Vigreuxkolonne eingebaut. Dann werden wie im Versuch Destillation 3 Fraktionen entnommen.

Bei 82°C wird die Vorlage gewechselt und das Volumen des Destillates bestimmt (1. Fraktion).
Dann wird bis 110 ° C weiter destilliert. Hier wird die Vorlage wieder gewechselt und die Destillatmenge bestimmt
(2. Fraktion).
Die letzte Fraktion ist das zwischen 110°C und 118°C übergehende Destillat (3. Fraktion).
Die im Kolben verbleibende Menge ist der Destillationsrückstand. Auch dieses Volumen ist zu bestimmen.

Reinheitsüberprüfung:

Die Reinheit der Fraktionen werden über die Brechungsindices bestimmt.

Auswertung:

1. Das Ergebnis wird wie in dem vorherigen Versuch (Destillation) beschrieben graphisch dargestellt.
2. Vergleichen Sie die Ergebnisse der Normaldestillation und der Rektifikation hinsichtlich der Trennwirkung miteinander.
3. Wie groß ist der Destillationsverlust?

Entsorgung:

Alle Fraktionen und der Destillationsrückstand: Vorratsflasche (Ethanol / n-Butanol)

Hinweise für den Lehrer:
Für die Herstellung des Ethanol / 1-Butanol-Gemisches (n(EtOH): n(BuOH) = 1:1) werden für 100 mL Gemisch 38,4 mL Ethanol und 61,6 mL Butanol gemischt.

Folgende Grundlagen werden mit den Schülern besprochen.
1. Destillation als ein Verfahren zur Trennung von zwei oder mehr flüssigen Komponenten
2. Der Dampfdruck einer Flüssigkeit
3. Die Siedetemperatur einer Flüssigkeit
4. Dampfdruckkurven eines idealen Flüssigkeitsgemisches
5. Der Brechungsindex als Stoffkonstante zur Reinheitsbestimmung und Identifizierung
6. Aufbau einer Destillationsapparatur
7. Funktionsweise eines Refraktometers

Im Anschluss an die Rektifikation werden die Ergebnisse der Normaldestillation und der Rektifikation hinsichtlich der Trennwirkung miteinander verglichen.

Aufbau der Apparatur:

Bestandteile der Destillationsanlage erklären: 100 ml Rundkolben, Dest.-Aufsatz, Liebigkühler, Vaccumvorstoß, Spitzkolben (25 ml u, 50 ml), Schliffthermometer bis 150°C,

Befestigung:
Auf richtiges Anbringen der Klemmen ,Muffen und Klammern achten

Kühlwasserverbindungen der Anlagen

Während des Praktikums Reglerstellung prüfen (unterschiedliche Heizleistungen der Hauben).
Umgang mit dem Refraktrometer erklären. Übungsmessungen mit Wasser, unter Anleitung des Lehrers.

Entsorgung:
Die Fraktionen in die Ursprungsflasche zurückgeben

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Versuchsbeginn:	Versuchsende:	Protokollabgabe:

Thema: Wasserdampfdestillation

Aufgabe: Wasserdampfdestillation von Drogen

Chemikalien: Benzin

Geräte: Kupferkanne, Heizplatte, Sicherheitssteigrohr, 1000 mL- Zweihalskolben, Pilzheizhaube, Reitmayeraufsatz, Liebigkühler, Vorstoß, Vorlage

Drogen: Anis, Kamille, Pfefferminz, Piment, Lavendel, Zimt, Kümmel, Muskat.

Durchführung:

Bauen Sie eine Apparatur zur Wasserdampfdestillation auf.

In dem 1000 mL- Zweihalskolben werden 20 -40 g Drogen eingewogen, mit 350 mL Wasser versetzt und der Destillationskolben erhitzt. Aus dem Dampfentwickler wird ein kräftiger Dampfstrom in den Kolben geleitet. Die Wasserdampfdestillation ist beendet, wenn das Destillat klar, farblos und homogen ist.

Aufarbeitung:
Nach der Destillation wird das Destillat mit 2 * 25 mL Benzin (60-90°C) extrahiert, getrennt und über Na_2SO_4 oder $CaCl_2$ getrocknet.

Das Extraktionsmittel wird durch Destillation entfernt und in einer Flasche zur Wiederverwendung gesammelt.

Auswertung:

Bestimmen Sie die Masse an ätherischem Öl durch Differenzwägung des Kolbens.

Hinweise für den Lehrer

1. Wasserdampfdestillation

Bedingungen für die Wasserdampfdestillation klären :

Nichtmischbarkeit der Substanz mit Wasser
Hoher Siedepunkt und Zersetzung der Substanzen

Theoretische Voraussetzungen :

Unterschiede mit Hilfe der Dampfdruckkurven einer Normal- und einer Wasserdampfdestillation erklären.

Durchführung:

Die Dampfkanne zur Hälfte mit Wasser füllen und aufheizen
Wasserstand im Destillationskolben kennzeichnen
Vorheizen des Destillationskolbens ; Heizung dann ausstellen

2. Extraktion des Destillates

Theoretische Voraussetzungen

Diskontinuierliche Extraktion
Häufiges Aussschütteln mit kleinen Mengen im Scheidetrichter bewirkt ein effektiveres Herauslösen als ein einmaliges Ausschütteln mit der Gesamtlösemittelmenge.

Das Trocknen der organischen Phase erfolgt durch Übergießen von Calciumchlorid im Faltenfilter.

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	*Name:* *Klasse:*
Versuchsbeginn:	*Versuchsende:*	*Protokollabgabe:*

Thema: Extraktion

Aufgabe: Extraktion von Fetten, fetten Ölen und Farbstoffe im Soxhletapparat

Geräte: 250 mL- Einhalskolben, Soxhlet mit Kühler, Extraktionshülse, Rotationsverdampfer

Chemikalien: Petrolether, Ethanol, 96%, Ammoniak,25% Seesand

Extraktionsmaterial:	Lösemittel:
ca.15 –20 g Haselnüsse, Kakao, Nelken oder Leinsamen	Petroleumbenzin
ca. 5 g Schildläuse	Ethanol/Ammoniak(90/10)
ca.10 g Krappwurzel	Ethanol/Ammoniak(90/10)

Durchführung:

Bauen Sie eine Soxhletapparatur auf.

Zerkleinern Sie das zu extrahierende Material mit Sand in der Reibschale und füllen damit zu zwei Dritteln eine gewogene Extraktionshülse, die nach der Füllung wieder gewogen wird.

Die Extraktionshülse wird in den Mittelteil der Apparatur gestellt; sie muß so lang sein, dass ihre Öffnung höher liegt als das Knie des seitlichen Heberrohres.

Wiegen Sie den leeren und trockenen 250 mL-Einhalskolben.

Der Kolben wird mit 150 mL Lösemittel gefüllt und zum Sieden erhitzt. Es wird nun eine Stunde extrahiert oder läßt das Lösemittel 15 mal im Soxhlet abhebern.

Aufarbeitung:

Die Hauptmenge des Lösemittels wird nach der Extraktion im Rotationsverdampfer abdestilliert. Der mit Öl gefüllte Kolben wird gewogen.

Auswertung:

Bestimmen Sie den Massenanteil(w).

Hinweise für den Lehrer: Extraktion

Zu vermittelnde theoretische Grundlagen:

1. Unterschiede zwischen diskontinuierlicher und kontinuierlicher Extraktion aufzeigen
2. Besprechung der Soxhletapparatur
   Hinweis: Die Schliffe der Apparatur müssen entfettet sein
3. Anwendung und Bedienung des Rotationsverdampfer zur Wiedergewinnung der eingesetzten Lösemittel.

Durchführung:

Alle Substanzen sind vorher zu mörsern.
Für die zu extrahierenden Substanzen werden folgende Lösungsmittel verwendet:
Haselnüsse, Petrolether
Leinsamen, Petrolether
Krappwurzel, Petrolether
Kakao, Petrolether
Schildläuse, Ethanol/ Ammoniak (3:1)

Folgende Werte sind zu erreichen:
Haselnüsse 35 %
Leinsamen 35 %
Krappwurzel 26%
Kakao 30%
Schildläuse

Zur Beurteilung der eigenen Ergebnisse sollen die Schüler Literaturwerte verwenden.

Die Lösungsmittel über den Rotationsverdampfer zu entfernen.

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Versuchsbeginn:	Versuchsende:	Protokollabgabe:

Thema: Vakuumdestillation

Aufgabe: Destillation von Benzoesäureethylester unter Vakuum

Geräte: 100 ml 1-Halsrundkolben NS29, Destillationsanlage mit Claisenaufsatz NS29 und Vakuumvorstoß, Spitzkolben, Thermometer, Siedekapillare, Manometer

Chemikalien: Benzoesäureethylester

Arbeitssicherheit

Erstellen Sie eine Betriebsanweisung

Durchführung:

Bauen Sie eine Vakuumdestillationanlage standfest und spannungsfrei auf.
Die für die Destillation notwendige Siedekapillare ist herzustellen und vor dem Einbau in die Anlage auf Eignung zu überprüfen.
Es werden 50 mL Benzoesäureethylester in den Kolben gegeben, das Vakuum angelegt und die Wärmequelle eingeschaltet. Destillieren Sie ca. 25- 30 mL Ester mit einer Tropfgeschwindigkeit von 1-3 Tropfen /Sekunde.
Entfernen Sie die Wärmequelle und belüften Sie die Anlage langsam nach ca. 3 min.

Reinheitsüberprüfung

Von dem Ester ist vor und nach der Destillation der Brechungsindex zu bestimmen.

Entsorung

Der destillierte Ester wird in die Vorratsflasche zur Wiederverwendung zurückgegeben.

Hinweise für den Lehrer:

Vakuumdestillation

Die theoretischen Grundlagen für die Vakuumdestillation sind vorher im Theorieunterricht zu behandeln.

Durchführung:
Die Siedekapillaren zuerst von den Schülern anfertigen lassen und vor dem Einsetzen auf ihre Verwendbarkeit überprüfen. Für SchülerInnen, denen das Ziehen der Kapillare nicht gelingt, sollten aus Zeitgründen vorgefertigte Kapillaren bereitgehalten werden.

Mit den in der Schule üblichen Wasserstrahlpumpen ist ein Druck von etwa 30 hPa zu erreichen.
Für den verwendeten Ester liegt der Siedepunkt dann bei 90°C.

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Versuchsbeginn:	*Versuchsende:*	*Protokollabgabe:*

Thema: Umkristallisation I

1.Aufgabe: Bestimmung der Lösungsmittelmenge

Geräte: Bunsenbrenner, 250 mL Becherglas, Pateurpipette, großes Reagenzglas

Chemikalien: Acetylsalicylsäure(ASS), Adipinsäure, Sulfanilsäure, Benzoesäure

Arbeitssicherheit:
Erstellen Sie eine Betriebsanweisung

Durchführung:

Von zwei der oben aufgeführten Chemikalien ist die optimale Lösungsmittelmenge zu bestimmen.
Gruppe I: ASS Lösungsmittel Wasser und Wasser/Ethanol(2:1); Adipinsäure Lösungsmittel Wasser
Gruppe II: Sulfanilsäure Lösungsmittel Wasser; Benzoesäure Lösungsmittel Wasser

In einem Becherglas kochendes Wasser bereit halten.
1 g der Substanz wird in ein Reagenzglas gegeben.
Diese Reagenzglas wird in das kochende Wasser gehalten. Mit Hilfe der Pipette wird dann in 1 mL Schritten das heiße Wasser zugefügt, bis die Substanz vollständig gelöst ist.
Aus der Lösungsmittelmenge für 1 g kann dann die Menge für die Gesamtsubstanz errechnet werden.
Für die Umkristallisation werden dann der ermittelten Menge 10 % aufgeschlagen.

Entsorgung:
Die Substanzen werden getrennt in Bechergläsern gesammelt und anschließend bis zur Trockne eingeengt: **Sammelgefäß C**

2.Aufgabe: Erstellung eines Löslichkeitsdiagramms

Durchführung:

In der Anlage finden Sie Löslichkeitstabellen.
Mit den Werten der beiliegenden Löslichkeitstabellen erstellen Sie die Löslichkeitsdiagramme von
a. Phtalsäure/ Oxalsäure und
b. Benzoesäur/Sulfanilsäure.
Die Temperatur ist auf der X-Achse einzutragen.

Welche Aussagen sind bezüglich einer Umkristallisation aus den Diagrammen abzuleiten?

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Versuchsbeginn:	*Versuchsende:*	*Protokollabgabe:*

Thema: Umkristallisation II

1.Aufgabe: Umkristallisation von verunreinigter Adipinsäure

Geräte: Magnetrührer, Pilzheizhaube, Rückflußkühler, Rundkolben, Nutsche, Büchnertrichter

Chemikalien: Verunreinigte Adipinsäure , Aktivkohle

Durchführung:

10 g verunreinigte Adipinsäure sollen unter Verwendung von Aktivkohle umkristallisiert werden.
In einem 100 mL Rundkolben wird die zur Umkristallisation notwendige Wassermenge vorgelegt.
Nach dem Eintragen der Adipinsäure wird auf 100 ° C erhitzt.
Die siedende Lösung wird auf etwa 90°C abgekühlt, ca 1 g Aktivkohle hinzugefügt und 5 Min. nachgerührt. Die Lösung wird nochmals kurz aufgekocht und anschließend durch einen vorgewärmten Trichter mit Faltenfilter filtriert.
Das Filtrat der Umkristallisation wird unter Rühren auf 20 °C abgekühlt und die ausgefallene Adipinsäure abgesaugt.
Die Adipinsäure wird dann bis zur Massenkonstanz getrocknet (ca. 3 Stunden).

Als Ergebnis wird die Ausbeute an gereinigter Adipinsäure in Gramm und Prozent bezogen auf den Einsatz an verunreinigter Adipinsäure angegeben.

Entsorgung:

Die Mutterlaugen werden in einem Becherglas gesammelt und bis zur Trockene eingeengt
Sammelgefäß C
Die Aktivkohle wird über den Hausmüll entsorgt.
Die gereinigte Adipinsäure wird in die Vorratsflasche zurückgegeben.

Hinweise für den Lehrer: Umkristallisation I und II

1. Theoretische Grundlage

Folgende Punkte werden angesprochen:
Die Begriffe polares und unpolares Lösemittel werden im Theorieunterricht erklärt.

Keine chemische Reaktion mit der zu reinigenden Substanz.
Die Löslichkeitskurve soll steil verlaufen.
Die Verunreinigung soll entweder nicht löslich sein oder beim Abkühlen und Auskristallisieren der reinen Substanz in Lösung bleiben.
Siedepunkt des Lösemittels soll 10 bis 15° C unterhalb des Schmelzpunktes der Substanz liegen (Verhinderung, dass die Substanz als Öl abgeschieden wird).
Von Bedeutung ist die Regel : „Ähnliches löst sich in Ähnlichem"
Für die Umkristallisation von organischen Stoffen kommen die Lösungsmittel Ethanol und Wasser in Betracht.

2. Durchführung

2.1. Von zwei der folgenden Substanzen sollen die Schüler die günstigste Wassermenge zur Umkristallisation ermitteln (s. Arbeitsanweisung).
Verbrauch in mL für 1 g der Substanz
Acetylsalicylsäure (5 mL Wasser/Ethanol 2:1)
Sulfanilsäure (16 mL Wasser)
Adipinsäure (3,5 mL Wasser)
Benzoesäure (16 mL Wasser)

2.1.1. Auswertung
Durch die Verwendung von Wasser und dem Wasser/Ethanol Gemisch für die Lösung von ASS wird die Auswirkung der unterschiedlichen Polarität deutlich gemacht.
Die experimentellen Ergebnisse sammeln und im Praktikum besprechen. Bei schlechten Ergebnissen die Löseversuche wiederholen lassen , auf mögliche Fehlerquellen bei der Durchführung hinweisen

2.2. Bedeutung der Löslichkeit von Stoffen über einen Temperaturbereich für die Umkristallisation
Die Schüler erhalten Löslichkeitstabellen (Literatur: Chemikerkalender).
Mit Hilfe dieser Löslichkeitstabellen erstellen die Schüler zwei Löslichkeitsdiagramme von
a. Phthalsäure/ Oxalsäure und
b. Benzoesäure/Sulfanilsäure.

2.3. Umkristallisation einer verunreinigten Adipinsäure (s. Arbeitsanweisung)
Mögliche Fehlerquellen:
Hemmung der Kristallisation durch Schlifffette, Lösemittel niemals über gefettete Schliffe gießen
Kurz aufkochen, Gefahr der Oxidation durch gelösten Sauerstoff
Adsorbentien dürfen nicht in siedende oder überhitzte Lösungen gegeben werden (Siedeverzug)
Filtration des Kristallbreis:
Filter mit Lösemittel anfeuchten und andrücken
Unterdruck verringern und Kristallbrei von der Mitte auf den Filter bringen
Nach Aufbringen des Breis entstehende Risse mit Glasstopfen zudrücken
Waschen:
Vorsichtig den Unterdruck vermindern und Vakuumschlauch lösen
(Filter darf nicht von der Nutsche abgelöst werden)
Anteigen des Kristallbreis mit dem Waschmittel, dann scharf absaugen.
Filterkuchen auf Tonplatte oder Uhrglas geben und Filterpapier entfernen.

Mutterlauge und Waschflüssigkeiten am Rotationsverdampfer einengen.
Umkristallisation wiederholen mit reduzierter Solvensmenge.

Filtration der Verunreinigungen (A-Kohle)
Glastrichter (erwärmen) oder Plastiktrichter mit kurzem Auslaufstutzen (Pulvertrichter) verwenden.
Mit Faltenfilter durchführen.
Die Lösung heiß filtrieren, sonst erfolgt die frühzeitige Kristallisation.
Die gekörnte Aktivkohle (1,5 mm Körnung) vor der Verwendung mörsern.

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Versuchsbeginn:	*Versuchsende:*	*Protokollabgabe:*

Thema: Bestimmung der Schmelztemperatur

Aufgabe: Bestimmung der Schmelztemperatur einer reinen Substanz

Geräte: Schmelzpunktsbestimmungsapparat (Gallenkamp), Glaskapillare, Glasrohr(Fallrohr), Mörser und Pistill, Uhrglas

Chemikalien: Benzoesäure, Adipinsäure

Durchführung:

Arbeitssicherheit:
Erstellen Sie eine Betriebsanweisung

Jede Arbeitsgruppe bestimmt die Schmelztemperatur der Benzoesäure und der Adipinsäure.
Dazu wird die zu prüfende trockene Substanz in einem Mörser pulverisiert und in eine an einem Ende zugeschmolzene Glaskapillare gefüllt. Das Füllen geschieht durch Klopfen des Röhrchens oder durch Fallenlassen im Glasrohr. Die Füllhöhe beträgt ca. 6 mm.

Erster Durchgang:
Im ersten Durchgang bestimmen Sie die Schmelztemperatur nur grob.
Dazu heizen Sie die beiden Substanzen mit dem Gallenkampgerät (Schalter "Rapid Heat" eingeschaltet) auf 90°C , schalten diesen Schalter aus und heizen mit Hilfe des Drehschalters weiter bis die Substanz vollständig geschmolzen ist. (s.Bedienungsanleitung des Gerätes)
Das Gerät zum Abkühlen ausschalten.

Auswertung des ersten Durchganges:
Schreiben Sie ihre Ergebnisse an die Tafel und übernehme die Ergebnisse ihrer MitschülerInnen.
Diskutieren Sie die Ergebnisse und Beobachtungen mit SchülerInnen und LehrerIn.

Zweiter Durchgang:
Im zweiten Durchgang bestimmen Sie die Schmelztemperatur exakt.
Heizen Sie dazu die neu gefüllten Glaskapillaren bis ca. 20°C unterhalb der zu erwartenen Schmelztemperatur auf und weiter mit 1-2°C pro Minute bis die Substanz vollständig geschmolzen ist. (s. Aufheizkurven des Gerätes).
Das Gerät zum Abkühlen ausschalten.
Notieren Sie die Temperatur bei der die ersten Kristalle schmelzen und den Endpunkt, wenn alles geschmolzen ist.

Auswertung des zweiten Durchganges:

Schreiben Sie ihre Ergebnisse an die Tafel und übernehme die Ergebnisse ihrer MitschülerInnen.

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Versuchsbeginn:	*Versuchsende:*	*Protokollabgabe:*

Thema: Identifizierung einer Substanz mit Hilfe des Mischschmelzpunktes

Geräte: Schmelzpunktsbestimmungsapparat (Gallenkamp), Glaskapillare, Glasrohr(Fallrohr), Mörser und Pistill, Uhrglas

1.Aufgabe: Bestimmung der Schmelztemperatur eines Substanzgemisches

Chemikalien: Benzoesäure, Adipinsäure

Durchführung:

Mischen Sie in einem Mörser eine kleine Menge Adipinsäure und Benzoesäure zu gleichen Teilen.
Bestimmen Sie die Schmelztemperatur.
Notieren Sie die Temperatur bei der die ersten Kristalle schmelzen und den Endpunkt, wenn alles geschmolzen ist.

Auswertung:
Schreiben Sie ihre Ergebnisse an die Tafel und übernehme die Ergebnisse ihrer MitschülerInnen.
Diskutieren Sie die Ergebnisse und Beobachtungen mit SchülerInnen und LehrerIn.

2. Aufgabe: Identifizierung einer Substanz mit Hilfe des Mischschmelzpunktes

Chemikalien: Analysensubstanz, 3 Vergleichssubstanzen

Durchführung:

1. Bestimmen Sie die Schmelztemperatur der Analysensubstanz.

2. Von jeder der 3 Vergleichssubstanzen mischen Sie etwa die gleiche Menge mit der Analysensubstanz in einem Mörser und bestimmen jeweils den Mischschmelzpunkt.

Auswertung:

Diskutieren Sie die Ergebnisse und Beobachtungen mit SchülerInnen und LehrerIn.

Hinweise für den Lehrer:

TheoretischeGrundlagen:

1. Definition der Schmelztemperatur
2. Dampfdruckerniedrigung durch Zugabe eines Stoffes
3. Dampfdruck- / Temperaturdiagramm
4. Entstehung eines Schmelzintervalls

Bestimmung der Schmelztemperatur:

Die Schüler ermitteln zunächst Grobwerte, die an der Tafel zusammengefasst werden.
Aus den Werten erkennen die SchülerInnen:

- es liegen Schmelzintervalle vor
- der Schmelzpunkt innerhalb dieses Intervalles muß genau definiert werden

Die exakte Definition der Schmelzintervalle und des Schmelzpunktes wird jetzt für die Schüler festgelegt.

Zur weiteren Übung sind den Schülern unbekannte weitere Substanzen auszugeben.
Bestimmung des Mischschmelzpunktes:

Als Substanzen für den Mischschmelzpunkt sind zu verwenden:

Substanz	**Schmelztemperatur °C**
Phenacetin	135
Sebazinsäure	134
Harnstoff	135
Zimtsäure	135
Malonsäure	135-6
Anthranilsäure	145
Phenylharnstoff	148
Benzilsäure	150
Adipinsäure	151
4-Acetaminotoluol	151-2

SCHULZENTRUM UTBREMEN	*Organisch-chemisches Praktikum*	*Name:* *Klasse:*
Versuchsbeginn:	*Versuchsende:*	*Protokollabgabe:*

Thema: Elementaranalyse

1. Aufgabe: Nachweis von Kohlenstoff, Wasserstoff und Halogenen

Geräte: Cu-Draht, Überleitungsrohr

Chemikalien: CuO, Barytwasser

Duchführung:

Element		Hinweise/Entsorgung
Kohlenstoff	a. Die einfachste Nachweismethode auf C und H besteht darin, die Analysensubstanz auf einen Spatel in der Brennerflamme zu erhitzen. Verbrennt oder verkohlt die Substanz dabei, so kann auf die Anwesenheit von C geschlossen werden. b, Etwas Analysensubstanz wird in einem trockenen Reagenzglas mit der 5 bis 10 fachen Menge feinem, ausgeglühtem CuO vermischt und zum Glühen erhitzt. Mit Hilfe eines Überleitungsrohres wird dann der Nachweis mit Barytwasser geführt.	CuO Reste sammeln u. in Gefäß S entsorgen
Wasserstoff	Nach der Durchführung von Versuch b (s.o.) , kondensieren an der Glaswandung Wassertröpfchen, die auf Wasserstoff in der Verbindung hinweisen.	
Halogene	Beilsteinprobe: Mit einem Cu-Draht wird etwas Substanz aufgenommen. Im Saum der nichtleuchtenden Flamme zeigt sich durch die Anwesenheit von Halogenen eine grün bis grün-blaue Flamme.	Unterm Abzug durchführen

2. Aufgabe: Nachweis von Stickstoff, Schwefel und Halogenen

Geräte: 100 mL Becherglas, kleinen Trichter, Filterpapier,

Chemikalien: Analysensatz für org. qualitat. Analysen, Natrium, Eisen(II)-sulfat,1% ig, (frisch ansetzen), Natriumnitroprussiatlösung , Bleiacetatpapier, Silbernitratlösung, CaO, Salpetersäure (1:1),Salzsäure (1:1)

Durchführung:

Lassaigne – Aufschluss:
Eine Spatelspitze Substanz oder 3-5 Tropfen der zu untersuchenden Flüssigkeit gibt man in ein Reagenzglas, legt ein linsengroßes Stück blankes Natriummetall darüber und erhitzt das schräg gehaltene Reagenzglas so, dass das Natrium schmilzt. Dann kurz zum Glühen bringen und das noch heiße Reagenzglas in 5 mL Wasser geben (50 mL-Becherglas).
Das Aufschlussgemisch kurz aufkochen und filtrieren.
Das Filtrat für die Nachweise verwenden.

Achtung!
Wird in der Substanz Stickstoff nachgewiesen, entstehen durch den Aufschluss Cyanide. Beim Ansäuern entsteht dann Blausäure (**giftiges Gas**).
In diesem Fall muss für den Nachweis von Halogenen ein oxidativer Aufschluss der Substanz erfolgen (Natronkalk-Aufschluß).

Element	Nachweis
Stickstoff	Filtrat mit 0,5 mL frischer Eisen(II)-sulfatlösung versetzen und kurz aufkochen. Abkühlen und anschließend mit Salzsäure (1:1) ansäuern. Berliner Blau weist Stickstoff nach.
Schwefel	1. Filtrat mit Salzsäure (1:1) ansäuern. In der Gasphase ein angefeuchtetes Bleiacetatpapier halten. Braunfärbung weist Schwefel nach. 2. Filtrat mit 0,5 ml Natriumnitroprussiatlösung versetzen. Eine rot-violette –Färbung zeigt Schwefel an.
Halogen	Filtrat mit Salpetersäure (1:1) ansäuern. Weißer Niederschlag mit Silbernitrat weist Chlor nach.

Natronkalk-Aufschluß:
Eine kleine Substanzmenge wird mit Natronkalk vermengt. Das Gemenge wird zum Glühen erhitzt, anschließend in 5 mL Wasser (Becherglas) gegeben und filtriert.
Mit dem Filtrat des Aufschlusses kann der Halogennachweis durchgeführt werden.

Chemikalien

Elementaranalyse:

Salzsäure, 10%	Reagenziensatz
Salpetersäure, 10%	Reagenziensatz
Silbernitratlösung, 1%	Reagenziensatz
Kupferdraht	
Kupfer(II)-oxid	
Natrium	Giftschrank
Eisen(II)-sulfat	Frisch ansetzen
Natronkalk	
Ethanol, 96%	
Bleiacetatpapier	

Funktionelle Gruppen

Alkanale:

2,4-Dinitrophenylhydrazin-Reagenz	Frisch ansetzen
Isopropanol	Reagenziensatz
Schiff'sches Reagenz	Giftschrank

Phenol:

Ethanol,96%	
Eisen(III)-chloridlösung, 4%	Frisch ansetzen

Alkohole:

Cerlösung	Frisch ansetzen
Dioxan	Giftschrank

Carbonsäuren:

Sodalösung, 10%	Reagenziensatz

Alkene

Aceton (frei von Methanol u. Isoprop.)	
Kaliumpermanganatlösung, 1%	Reagenziensatz
Sodalösung,10%	Reagenziensatz
Dichlormethan	Giftschrank
Brom	Giftschrank

Qualitative organische Analyse

Reagenziensatz:

Salzsäure, 10%

Salpetersäure, 10%

Silbernitratlösung, 1%

Sodalösung,10%

Kaliumpermanganatlösung, 1%

Isopropanol

Nachweisreagenzien (Frisch ansetzen)

<u>Reagenz-Lösung für Alkanale/Alkanone</u> (Tropfflasche)

1 g 2,4-Dinitrophenylhydrazin werden in 12 mL Phosphorsäure, $w(H_3PO_4) = 85\%$, im Wasserbad unter Erwärmen gelöst. Diese Lösung wird mit 8 mL unvergälltem Ethanol, $w(C_2H_5OH) = 96\%$, verdünnt und, wenn nötig, durch eine Glasfritte (G3) filtriert.

<u>Reagenz-Lösung für Alkanole</u> (Tropfflasche)

2 g Ammoniumcer(IV)-nitrat werden in 5 mL $(HNO_3) = 10\%$, gelöst.

<u>Reagenz-Lösung für Phenole</u> (Tropfflasche)

Eisen(III)-chloridlösung, 4%:

0,8 g $FeCl_3$ werden 20 mL demin. Wasser gelöst.

SCHULZENTRUM UTBREMEN	*Organisch-chemisches Praktikum*	*Name:* *Klasse:*

Thema: Qualitative organische Analyse

Aufgabe: Nachweis funktioneller Gruppen

Alkanale, Alkanone

	Entsorgung
a) Eine Ssp. der Substanz in 1 mLIsopropanol lösen; 0,5 mL der Lsg. werden mit 2 bis 3 Tropfen 2,4-Dinitrophenylhydrazin- Reagenz versetzt. -----> gelber - oranger Nd.	Gefäß: O
b) 2 Tropfen oder 50 mg der Substanz werden mit 2 mL Schiffsches Reagenz (fuchsinschweflige Säure) versetzt. -----> rosa bis violette Färbung **Störung:** Keine Reaktion mit Ketone, Zucker u. aromat. Hydroxyaldehyde	Gefäß: O

Phenole

Ca. 100 mg der zu untersuchenden Substanz in 1 mL Ethanol,96% lösen und anschließend 1 bis 3 Tropfen 1 %ige Eisen (III)-chloridlösung dazugeben. -----> blaue bis violette Färbung	Gefäß: H

Alkohole

a) Wasserlösliche Substanzen 4-5 Tropfen der Substanz oder ihrer konzentrierten wässrigen Lösung verdünnt man mit 1 bis 2 mL dest.Wasser und gibt unter Schütteln 0,5 mL Cernitrat-reagenzlsg. zu. -----> rote Färbung	Gefäß: A
b) Wasserunlösliche Substanzen 0,5 mL Cernitrat-Reagenz werden mit 1 bis 3 mL Dioxan gemischt und bei trüber Lösung solange tropfenweise mit Wasser verdünnt, bis eine klare Lösung vorliegt. Nun werden 4-5 Tropfen der flüssigen Analysenprobe oder 4-5 Tropfen ihrer gesättigten Dioxanlösung zugegeben.-----> rote bis braune Färbung	Gefäß:A

Carbonsäuren

a) 0,1 g oder 4 Tropfen Substanz in 2 mL Wasser oder wässrigem Alkohol lösen. Die Lösung reagiert gegen Lackmus sauer auch bei Zugabe von **einem** Tropfen 10 %iger Sodalösung.	Gefäß: O
b) Carbonsäuren setzen aus verdünnter Sodalösung CO_2 frei bzw. lösen sich in wäßriger Alkalihydroxidlösung	Gefäß: A

Ungesättigte Kohlenwasserstoffverbindungen

a) Bromaddition Ca. 100 mg Substanz in 2 mL Dichlormethan lösen und tropfenweise 0,5%ige Bromlösung zugeben. -----> Entfärbung ohne Gasentwicklung	Gefäß: H
b) Permanganatreaktion (Baeyer-Probe) Ca. 100 mg Substanz in 1 bis 2 mL Aceton lösen, mit 1-2 Tropfen 10%iger Sodalösung versetzen und unter gutem Schütteln 1 %ige $KMnO_4$-Lsg. zutropfen. ----> Entfärbung von mind. 3 Tropfen $KMnO_4$	Gefäß: A

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Versuchsbeginn:	Versuchsende:	Protokollabgabe:

Thema: IR - Spektroskopie

Aufgaben: Nehmen Sie von folgenden Substanzen jeweils ein IR- Spektrum auf:

1. Benzophenon
2. Cyclohexan
3. Benzophenon gelöst in Cyclohexan ; c(Benzophenon)= 0,3 mol/L
   a) Messung gegen Luft als Referenz
   b) Messung gegen Cyclohexan als Referenz
4. tert. Butanol
5. Benzaldehyd

Durchführung:

1. Für feste Substanzen:

1-3 mg der Substanz mit ca. 250 mg KBr (Uvasol) im Mörser verreiben. Das Pulver in die Pressform geben und entsprechend der Bedienungsanleitung der Presse ein Pressling von ca. 1mm Dicke herstellen.

2. Für hochsiedende Flüssigkeiten:

Zwischen zwei KBr-Preßlingen wird ein Tropfen der hochsiedende Flüssigkeit gebracht (Preßling nicht mit den Fingern berühren) und in die Probenhalterung des IR-Spektrometers gesetzt.

3. Für niedrigsiedende Flüssigkeiten und Lösungen :

Messung in Spezialküvetten mit NaCl-Fenstern.
Mit Hilfe einer Pasteurpipette wird ein Tropfen der Flüssigkeit eingefüllt.
Bei Lösungen wird eine zweite Küvette mit dem Lösemittel gefüllt und in den Referenzgang des IR-Spektrometers gebracht.

Hinweis:
Bei niedrig siedende Flüssigkeiten ist auf **Luftblasen** zu achten.
Die Schrauben der Küvette sind festzuziehen.
Die Schichtdicke läßt sich durch Aufdrehen der Schrauben verändern (vergrößern).

Reinigung der Fenster:

Vorsichtig die Probe mit einem fusselfreien Tuch (Kleenex) von dem Fenster wischen.
Bei Endreinigung oder Substanzwechsel mit wenig Aceton abwischen.
Bei Küvetten mit Einfüllstutzen wird die Probenlösung mit der Wasserstrahlpumpe abgesaugt und anschließend mit Aceton gespült.

Hinweis:
Wegen der Feuchtigkeitsempfindlichkeit der Presslinge und der Fenster ist mit Handschuhen zu arbeiten.

Auswertung:

Interpretieren Sie die IR -Spektren mit Hilfe der Zuordnungstafeln

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	*Name:* *Klasse:*
Versuchsbeginn:	*Versuchsende:*	*Protokollabgabe:*

Thema: Trocknen von Flüssigkeiten

Aufgabe: Herstellung von absolutem Ethanol

Chemikalien: Ethanol w(Ethanol) = 95%, gebrannten Kalk (CaO), Natrium, Phtalsäurediethylester,

Geräte: 500 mL Zweihalskolben, Rückflußkühler, Trockenrohr (Calciumchlorid), Magnetrührer, Destillationsaufsatz, Liebigkühler, Vorstoß, Vigreuxkolonne

Durchführung:

Arbeitssicherheit:

Erstellen Sie
a) ein Fließbild über die Arbeitsabläufe
b) eine Betriebsanweisung

1. Vortrocknung:

In einem 500 mL Zweihalskolben werden 250 mL Ethanol mit 63 g CaO 8 Stunden am Rückfluß gekocht. Der Kühler ist mit einem Trockenrohr zu verbinden. Anschließend wird der Alkohol abdestilliert (Kühler wieder mit einem Trockenrohr verbinden). Die ersten 10 mL Destillat werden verworfen.

2. Absolutierung

Der nach 1.) erhaltene Alkohol wird in einem 500 mL Einhalskolben vorgelegt und pro 100 mL vorgetrockneter Alkohol stückchenweise mit 1,1 g Natrium versetzt (Schliffstopfen zur Entlüftung nur kurz öffnen). Hat sich alles Na gelöst, setzt man 2,5 g Phtalsäurediethylester pro 100mL Alkohol zu und kocht zwei Stunden am Rückfluss.
Anschließend wird über eine Vigreuxkolonne abdestilliert. Auf die Verwendung des Trockenrohres ist zu achten.

Reinheitsprüfung:

1. Prüfen Sie mit Kupfersulfat oder Cobaltpapier auf Abwesenheit von Wasser.

2. Bestimmen Sie den Brechungsindex.

3. Nehmen Sie ein IR-Spektrum auf.

Hinweise für den Lehrer:

Die Herstellung des absoluten Alkohols wird über drei Praktikumstage durchgeführt.

1.Tag: Vortrocknen von handelsüblichen Ethanol, 95% durch Kochen am Rückfluß mit CaO.

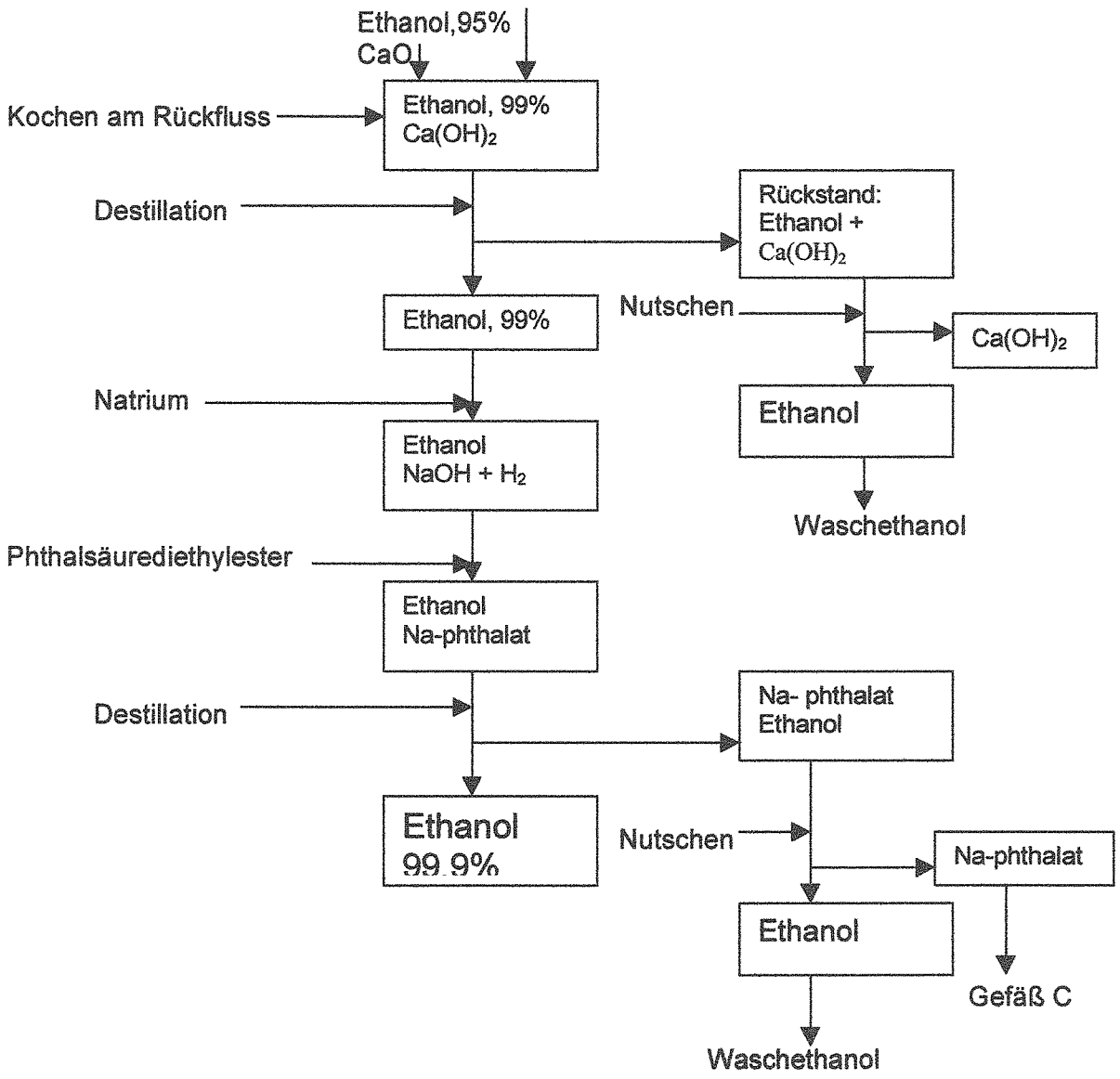
Die Schüler müssen zum ersten Mal ein Fließbild über die Arbeitsabläufe anfertigen. Es ist sinnvoll, an diesem Tag gemeinsam mit den Schülern das Fließbild zu erarbeiten und sie über die Bedeutung eines Fließbildes zu informieren.

2. Tag: Destillieren des vorgetrockneten Ethanols, Zugabe des Natriums und Phthalsäurediethylesters und anschließendes Kochen am Rückfluss.

3.Tag: Rektifikation des Alkohols und Reinheitsüberprüfung.

Im Protokoll sollen folgenden Fragen beantwortet werden:
a) Wie werden neben Flüssigkeiten auch Gase und Flüssigkeiten getrocknet?
b) Was versteht man unter a) Trocknungskapazität,
b) Trocknungsintensität?
c) Formulierung der entsprechenden Reaktionsgleichungen für die verschiedenen Trocknungsschritte.
d) Was ist ein azeotropes Gemisch?

Fließbild


Ethanol,95%
CaO
Kochen am Rückfluss
Ethanol, 99%
Ca(OH)2
Destillation
Rückstand:
Ethanol +
Ca(OH)2
Nutschen
Ca(OH)2
Ethanol, 99%
Natrium
Ethanol
Ethanol
NaOH + H2
Waschethanol
Phthalsäurediethylester
Ethanol
Na-phthalat
Destillation
Na- phthalat
Ethanol
Ethanol
99,9%
Nutschen
Na-phthalat
Ethanol
Gefäß C
Waschethanol

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Versuchsbeginn:	Versuchsende:	Protokollabgabe:

Thema: Carbonsäurederivate

Aufgabe: Darstellung von Propionsäure-n-hexylester

Geräte: 100 mL Rundkolben, Kugelkühler, 250 mL Becherglas, 500 mL Erlenmeyer
Destillationsanlage, Wasserbad

Chemikalien: n-Hexanol, Propionsäureanhydrid, Schwefelsäure (konz.), Diethylether,
Natriumcarbonatlösung(w=0,10), Natriumsulfat

Durchführung:

Arbeitssicherheit:
Erstellen Sie eine Betriebsanweisung

Synthese:
22,1 g Propionsäureanhydrid und 15,3 g n-Hexanol werden unter Rühren mit ca. 5 Tropfen konz. Schwefelsäure versetzt und 1 h unter Rühren bei 100 ° C (Heizbadtemp.) gehalten.
Nach dem Abkühlen wird das Reaktionsgemisch in 75 mL Eiswasser gegossen und 30 min. intensiv gerührt. Danach wird die organische Phase abgetrennt und die wäßrige Phase noch zweimal mit 50 mL Ether extrahiert.
Die vereinigten org. Phasen werden in einem großen Erlenmeyerkolben langsam mit ca. 150 mL Natriumcarbonatlösung, w= 0,10, versetzt, bis keine Gasentwicklung mehr zu beobachten ist.
Die Etherphase wird abgetrennt, zweimal mit der Natriumcarbonatlösung und mit Wasser gewaschen sowie über Natriumsulfat getrocknet.
Das Solvens wird unter Vakuum abdestilliert.

Entsorgung:
Das Produkt, Vorlauf und Rückstand der Destillation in dem für halogenfreie Lösemittel bestimmten Gefäß entsorgen.
Der Ether wird destilliert und zur Wiederverwendung in einer Flasche gesammelt.
Waschwasser über Hauskanal entsorgen.

Fragen zur Arbeitssicherheit:
Welche besonderen Sicherheitsvorkehrungen sind beim Umgang mit Ether zu beachten?
Welche Sicherheitsvorkehrungen sind bei der Durchführung einer Vakuumdest. zu beachten?

Hinweise für den Lehrer:

Stoffkreislauf der Benzoesäure

1.Stufe: Veresterung von **Benzoesäure** mit Ethanol
2.Stufe: Herstellung von Benzoesäure aus dem Benzoesäureethylester
3.Stufe: Herstellung von Benzoylchlorid aus Benzoesäure
4.Stufe: Herstellung von Benzamid aus Benzoylchlorid
5.Stufe: Hydrolyse von Benzamid zu **Benzoesäure**

Die Extraktion des Benzoesäureethylesters (1. Stufe) wird mit MBTE durchgeführt. Extrationsversuche mit Petrolether und Dichlormethan haben deutlich schlechtere Ergebnisse gezeigt.

Die Herstellung des Benzoylchlorids ist in allen Arbeitsschritten unter dem Abzug durchzuführen. Das betrifft auch die Vakuumdestillation und die Bestimmung des Brechungsindexes.
Bei der Herstellung des Benzamids (Stufe 4), ist die Ausbeute relativ gering. Zur Durchführung der 5. Stufe wird den Schülern dann die für die Durchführung fehlende Menge an Benzamid aus dem Chemikalienbestand ergänzt.

SCHULZENTRUM UTBREMEN	*Organisch-chemisches Praktikum*	*Name:* *Klasse:*
Versuchsbeginn:	*Versuchsende:*	*Protokollabgabe:*

Stoff-und Energiebilanz

Stoffeinsatz:

	Variante A	Variante B
Benzoesäure:	24,4 g	24,4 g
Ethanol,99%:	58,0 mL	58,0 mL
Schwefelsäure,konz.:	2,1 mL	2,1 mL
Tert.-Butylmethylether:	120,0 mL	120,0 mL
Natriumhydrogencarbonat:		
Calziumchlorid:		
Dest. Wasser (mL):		
Kühlwasser (L):		

Ausbeute:

Benzoesäureethylester:		

Abfall:

Benzoesäure (nicht rein):		
Tert.-Butylmethylether:		

Energieeinsatz:

Heizen und Rühren mit dem Magnetrührer (min):		
Rühren mit dem Magnetrührer (min):		
Heizen mit der Pilzheizhaube (min):		

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Versuchsbeginn:	Versuchsende:	Protokollabgabe:

Thema: Verseifung

Aufgabe: Darstellung von Benzoesäure durch Verseifung von Benzoesäureethylester. (im Halbmikromaßstab)

Geräte: Rückflußanlage, Tropftrichter, Nutsche

Chemikalien: Benzoesäureethylester, Natronlauge, 8%, Salzsäure, 10%

Durchführung

Arbeitssicherheit:

Erstellen Sie
a) eine Betriebsanweisung
b) ein Fließdiagramm über die Arbeitsabläufe.

Synthese:

In den 100-mL Rundkolben werden 30 mL 8 %ige Natronlauge und 7,5 g Benzoesäureethylester vorgelegt. Diese Mischung wird mittels Heizpilz zum Sieden erhitzt und 80 min. am Rückfluß gekocht.
Die klare Lösung wird dann in ein 400 mL Becherglas gegossen, mit 25 mL Wasser verdünnt und mittels Eisbad auf 20°C abgekühlt. Bei 20°C wird unter Rühren aus dem Tropftrichter 10 %ige Salzsäure zugetropft, bis die entstandene Suspension pH 2-3 hat (ca. 27,5 mL 10 %ige Salzsäure).

Aufarbeitung:

Die Ausfällung wird abgesaugt, scharf abgepresst und 3 mal mit 5 mL Wasser auf der Nutsche gewaschen.
Der Rückstand wird dann im Trockenschrank bei 80°C bis zur Massenkonstanz getrocknet (Trockenzeit ca. 3Std.)

Reinheitsüberprüfung:

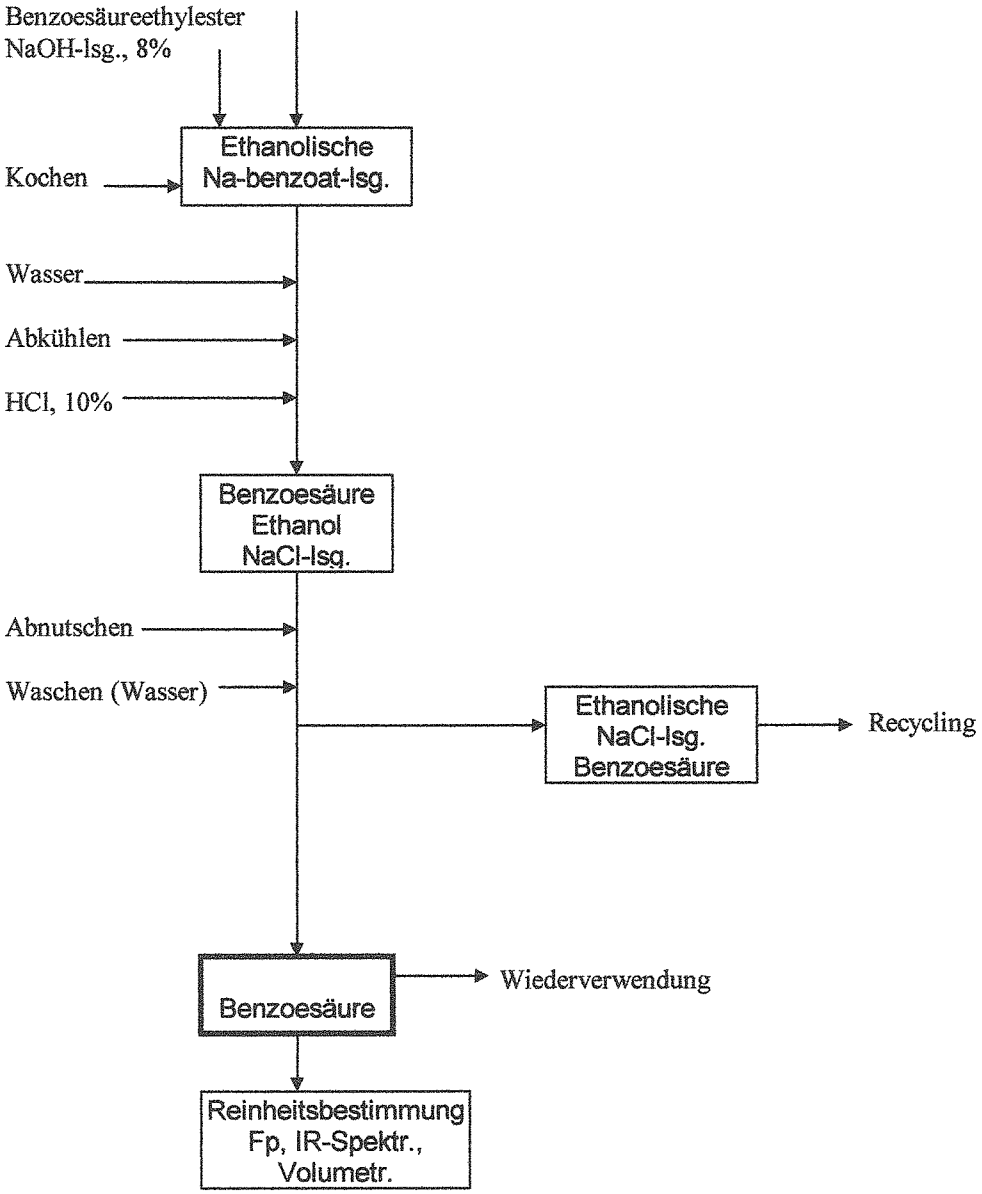
1. Die Schmelztemperatur ist zu bestimmen.
2. Ein IR-Spektrum ist aufzunehmen.

Auswertung:

Die Ausbeute an Benzoesäure ist in g und % der Theorie anzugeben.

Fließbild

Verseifung des Benzoesäureethylesters



SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	*Name:* *Klasse:*
Versuchsbeginn:	*Versuchsende:*	*Protokollabgabe:*

Thema: Carbonsäurederivate

1.Aufgabe: Chlorierung von Benzoesäure zu Benzoylchlorid

Geräte: Rückflußanlage, Destillatiosanlage
Chemikalien: Benzoesäure, Thionylchlorid

Durchführung:

Arbeitssicherheit:
Erstellen Sie
a) eine Betriebsanweisung
b) ein Fließdiagramm über die Arbeitsabläufe.
Hinweis: Die Umsetzung ist in einem Abzug durchzuführen.

Synthese:

In einem 250 mL Rundkolben ,der einen Rückflußkühler mit einem Gasableitungsschlauch trägt, werden 15 g Benzoesäure mit 50 mL Thionylchlorid übergossen und im Wasserbad auf 80 °C erwärmt.
Nach einer halben Stunde ist die kräftige Gasentwicklung beendet. Nach der Abkühlung des Reaktionsgemisches wird das überschüssige Thionylchlorid auf lebhaft siedenden Wasserbad so weit als möglich abdestilliert.
Der Rückstand wird in eine Vakuumdestille gegeben und im Wasserstrahlvakuum fraktionierend destilliert(Vorlage im Eisbad kühlen).

Reinheitsüberprüfung:
Messen Sie den Brechungsindex.
Auswertung:
Bestimmen Sie die Ausbeute in g und % der Theorie.

2. Aufgabe: Darstellung von Benzamid

Chemikalien: Benzoylchlorid, Ammoniaklösung, 10%

In einen Erlenmeyerkolben werden pro mL Benzoylchlorid 10 mL Ammoniaklsg., 10 %ig zugegeben und geschüttelt. Der Kristallbrei wird mit wenig kaltem Wasser ausgewaschen, die Waschflüssigkeit dekantiert und der Rückstand mit heißem Wasser umkristallisiert.

Reinheitsüberprüfung:
1. Messen Sie die Schmelztemperatur.
2. Ein IR-Spektrum ist aufzunehmen

Auswertung:
Bestimmen Sie die Ausbeute in g und % der Theorie.

SZ Sekll Utbremen
Organisch- chem. Praktikum

Name:
Klasse:
Präparat: Benzoylchlorid

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Stoffname	Symb.	Gefahrenbez.	R.-u. S-Sätze		MAK	VbF
Benzoesäure	X_n	gesundheitsschädlich	R22-36	S24		
Thionylchlorid	C	ätzend	R14-34-37	S26-45	500	
Benzoylchlorid	C	ätzend	R34	S26-45	1870	AIII
Schwefeldioxid	T	giftig	R23-36/37	S7/9-45	5	
Hydrogenchlorid	C,X_i		R34-37	S2-26	7	
Ammoniak,10%	T	giftig	R10-23	S7/9-16-38	50	
Benzamid	X_n	gesundheitsschädlich	R22			

2. Sicherheitsmaßnahmen

Stoffname	Schutzmaßnahmen		kleine Stör- u. Unfälle	Erste Hilfemassnahmen bei Kontakt mit			
	allgemein	Körper		Haut	Auge	Inhal.	Verschlu
Benzoesäure							
Thionylchlorid	A D L	B H K	W	KWA	WA	LA	
Benzoylchlorid	A D L	B H K	C	KWA	WA	LA	
Schwefeldioxid	A	B H K					
Hydrogenchlorid	A	B H K					
Ammoniak	A D L	B H K		W	WA	LA	

3. Stoffkonstanten

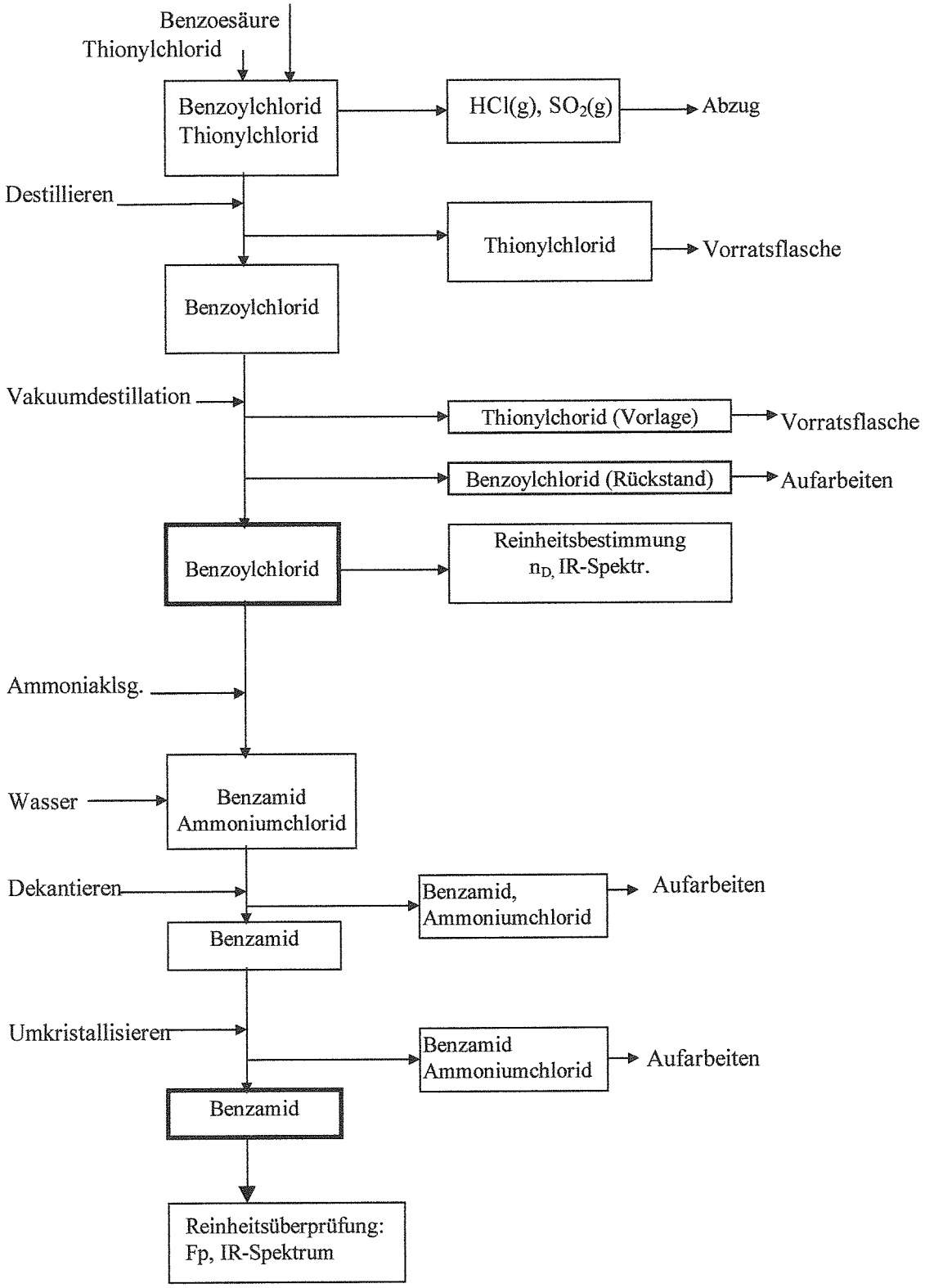
Stoffname	**Physikalische Stoffkonstanten**					
	M(g/mol)	**Fp (°C)**	**Kp (°C)**	**n_D**	**Dichte(g/mL)**	**Flp**
Benzoesäure	122,12	121-123				
Thionylchlorid	118,97		76	1,5170	1,64	
Benzoylchlorid	140,57		198	1,5537	1,2176 (15°)	
Schwefeldioxid	64,04		-10			
Hydrogenchlorid	36,46		-85			
Benzamid	121,14	128/115	AllotropeVerb.			

4. Entsorgung/ Aufbereitung

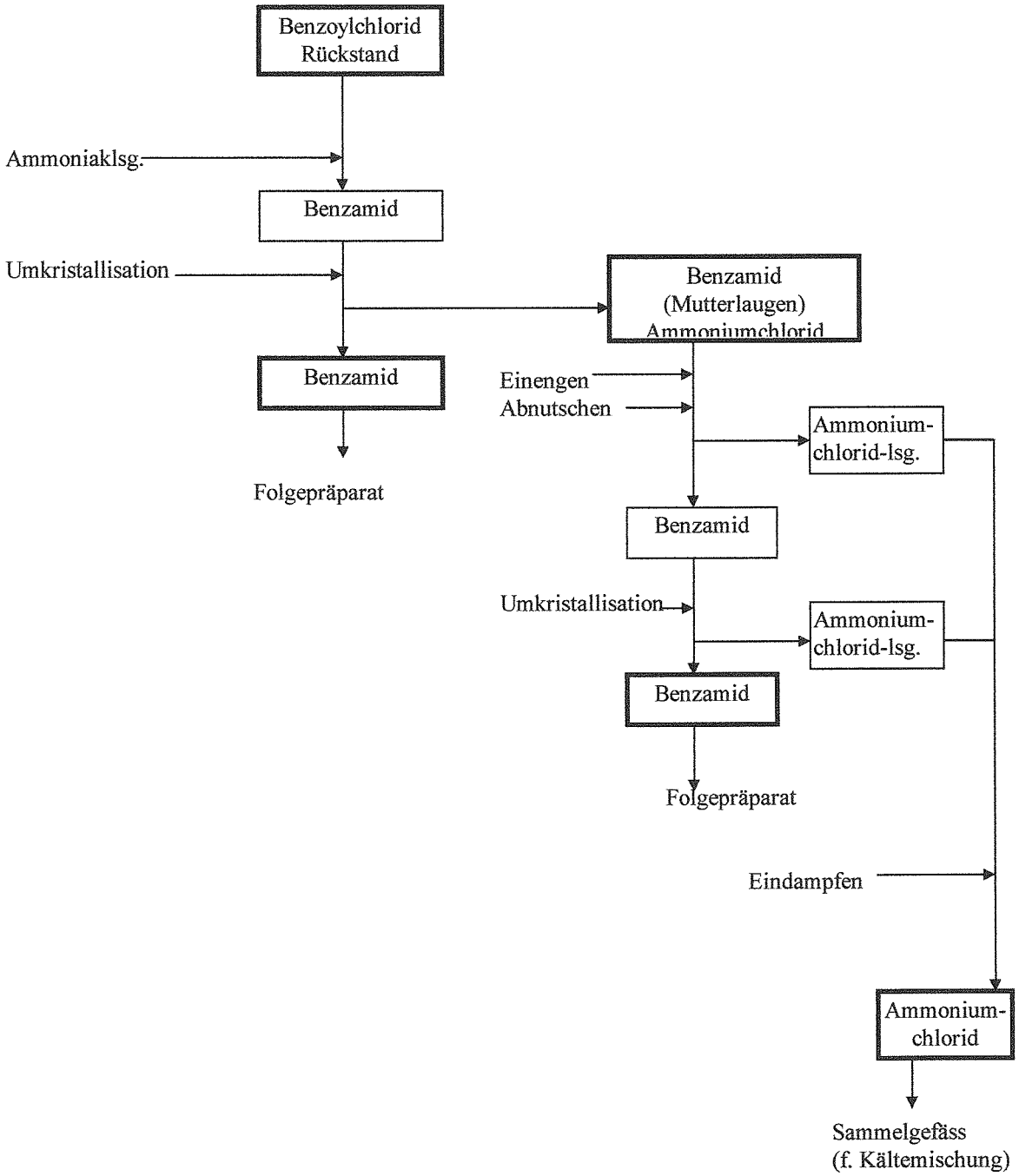
Produkt / Abfall		**Sammelgefäss**
Thionylchlorid	Wiederverwendung	Vorratsflasche
Benzoylchlorid	Wiederverwendung	Vorratsflasche
Schwefeldioxid	Abzug	
Hydrogenchlorid	Abzug	
Benzamid	Folgepräparat	

Fließbild

Chlorierung der Benzoesäure



Recycling der Abfallprodukte



SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Versuchsbeginn:	Versuchsende:	Protokollabgabe:

Thema: Hydrolyse von Carbonsäureamide

Aufgabe: Darstellung von Benzoesäure durch Hydrolyse von Benzamid

Geräte:
Rückflußanlage
Nutsche

Chemikalien:
Benzamid
Schwefelsäure $w(H_2SO_4) = 98\%$
Essigsäure
Natronlauge, w(NaOH)=0,25
Schwefelsäure $w(H_2SO_4) = 0,20$

Durchführung:

Arbeitssicherheit:
Erstellen Sie
a) ein Fließdiagramm über die Arbeitsabläufe
b) eine Betriebsanweisung

Synthese A: Saure Hydrolyse von Benzamid

In einem 50-mL-Rundkolben werden 6 mL dest. Wasser vorgelegt, in der angegebenen Reihenfolge (unbedingt einhalten) nacheinander 0,1 mol konz. Schwefelsäure 0,1 mol Eisessig und 0,05 mol Benzamid zugegeben und die Mischung 45 min unter Rückfluss zum Sieden erhitzt.
Man gießt das warme Reaktionsgemisch unter gutem Rühren in 15 mL kaltes Wasser.

Aufarbeitung:
Das ausgefallene Kristallisat wird abgesaugt, der Filterkuchen in ein 1oo mL - Becherglas gegeben und mit 15 mL dest. Wasser versetzt. Man erhitzt unter Rühren, bis das Kristallisat gelöst ist, läßt absitzen und dekantiert das überstehende Wasser vorsichtig ab. (Aufbewahren!) Dieser Reinigungsschritt wird zweimal mit jeweils 15 mL dest. Wassert wiederholt. Die Waschwässer werden vereinigt; das beim Abkühlen nachfallende Produkt wird der Hauptmenge zugeschlagen.
Die ausgefallene Carbonsäure wird abgenutscht. Der Rückstand wird dann im Trockenschrank bei 80°C bis zur Massenkonstanz getrocknet.

Synthese B: Alkalische Hydrolyse von Benzamid

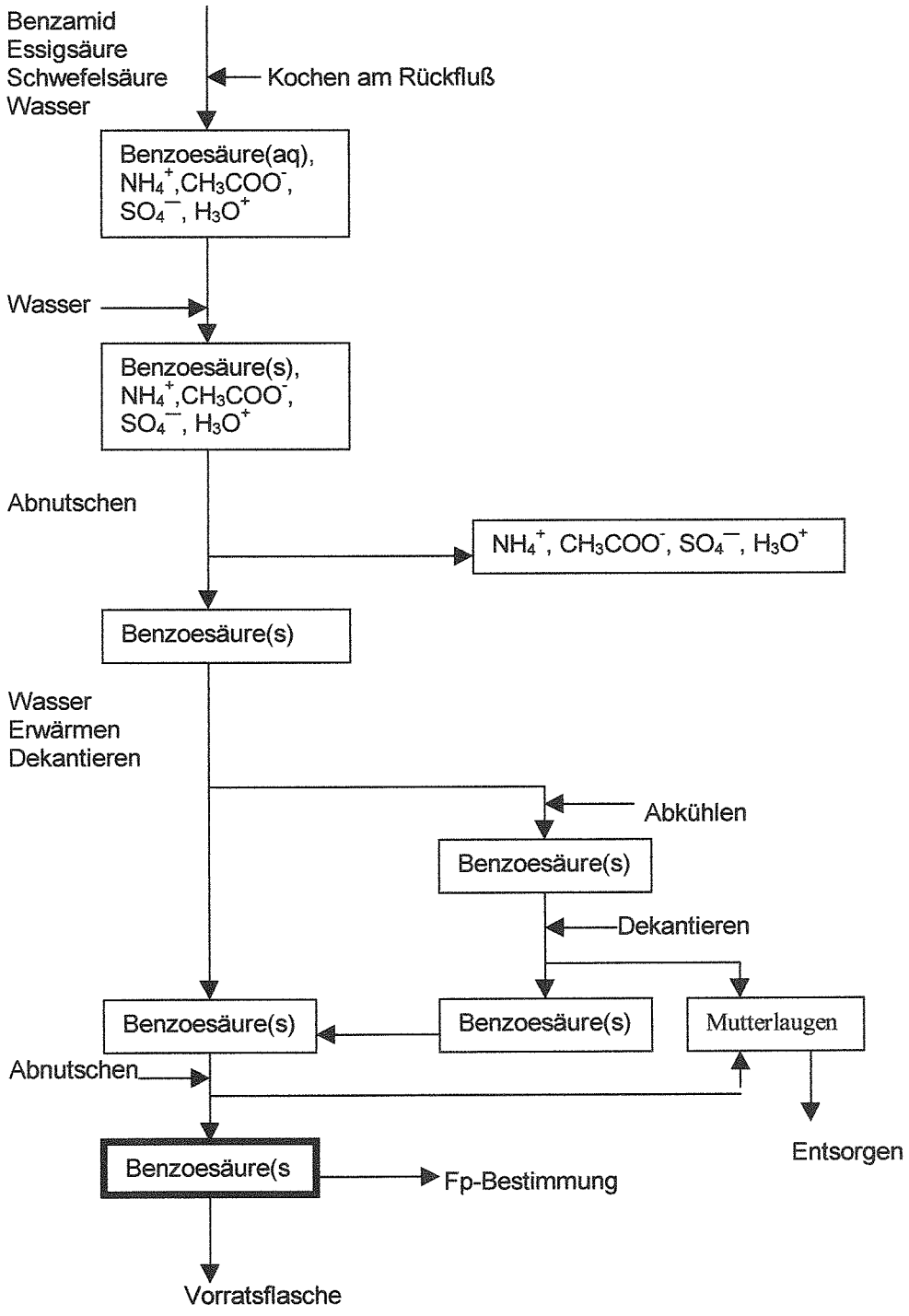
In einem 50-mL-Rundkolben werden 0,2 mol Natronlauge, w(NaOH)=0,25 vorgelegt , 0,05 mol Benzamid zugegeben und die Mischung 45 min unter Rückfluss zum Sieden erhitzt. Die Hydrolyse ist abgeschlossen sobald die Gasentwicklung an Ammoniak beendet ist (mit feuchtem Lackmuspapier prüfen).
Die wässrige Lösung wird unter Kühlen mit 20%iger Schwefelsäure angesäuert und die ausgefallene Carbonsäure abgenutscht, scharf abgesaugt und 2 mal mit wenig Wasser auf der Nutsche gewaschen.
Der Rückstand wird dann im Trockenschrank bei 80°C bis zur Massenkonstanz getrocknet.

Reinheitsüberprüfung:
Bestimmen Sie die Schmelztemperatur

Auswertung:
Die Ausbeute an Benzoesäure ist in g und Prozent der Theorie anzugeben.

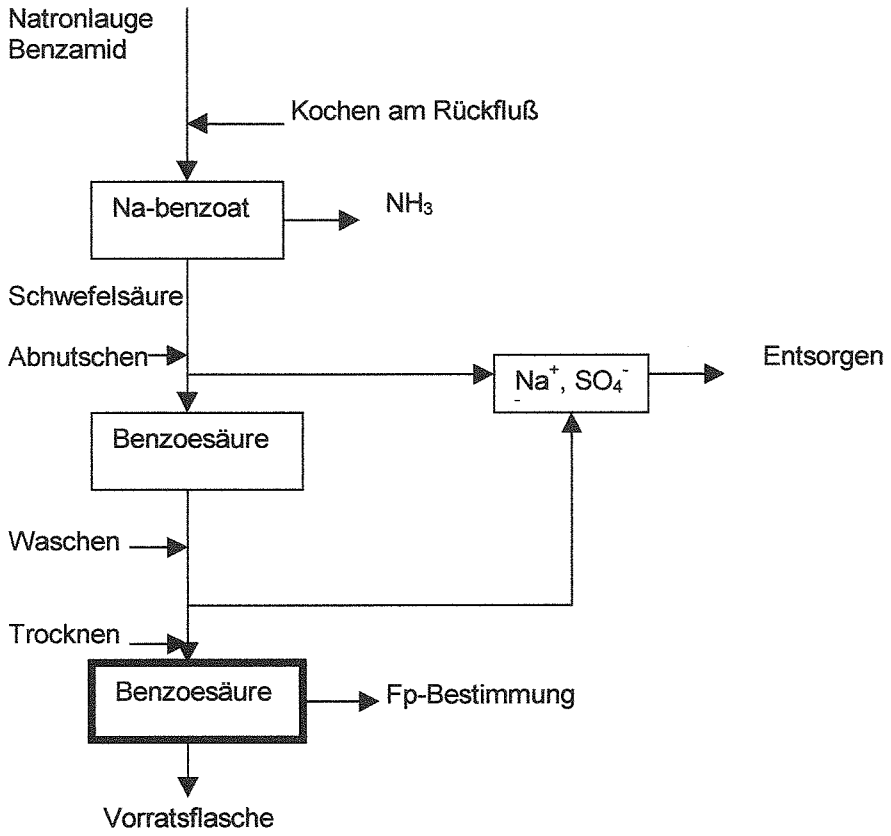
Fließbild

Saure Hydrolyse von Benzamid



Fließbild

Alkalische Hydrolyse von Benzamid



SCHULZENTRUM UTBREMEN	*Organisch-chemisches Praktikum*	*Name:* *Klasse:*
Versuchsbeginn:	*Versuchsende:*	*Protokollabgabe:*

Thema: Kohlenhydrate I

Aufgabe: Untersuchung von Eigenschaften und funktionellen Gruppen in Monosacchariden und organischen Naturstoffen.

Chemikalien:

Benzin, Ethanol, Ethanal, Sorbit, Glucose, Fructose,
$KMnO_4$-lsg., $CuSO_4$-lsg.,0,1 mol/L, NaOH,2 mol/L, H_2SO_4-lsg.,1 mol/L,
Fehlingsche Lösung I (1,75g $CuSO_4 * 5H_2O$ in 25 mL Wasser lösen)
Fehlingsche Lösung II (8,5g Kalium-Natrium-Tartrat u. 2,5g NaOH in 25 mL H_2O lösen)
Schiff's Reagenz, Glucoseteststreifen

Durchführung:

Vier Gruppen untersuchen folgende Stoffe:

Gruppe 1: Ethanol, Birne, Ethanal
Gruppe 2: Sorbit, Apfel
Gruppe 3: Glucose, Karotte
Gruppe 4: Fructose, Rosinen

Bis auf die im Auswertungsbogen durchgekreuzten Felder führen alle Gruppen die Versuche 1 - 7 durch.

Versuch 1: Prüfe die Löslichkeit der Stoffe in Wasser bzw. Benzin.

Vorbereitung für die weiteren Versuche:
a) Löse ca. 0,1g (Sorbit,Fructose,Glucose) in 10 mL Wasser.
b) Zerkleinere das Obst oder Gemüse im Mörser und erhitze mit etwa 10 mL Wasser zum Sieden. Mit den wäßrigen Auszügen werden die Versuche vorgenommen.

Versuch 2: Gib zu einer schwefelsauren verdünnten $KMnO_4$-lsg. einige mL der Untersuchungslsg..(evtl. Erwärmen) Vergleiche die Reaktionsdauer.
Versuch 3: Gib zu der Untersuchungslsg. wenige mL $CuSO_4$-lsg.,0,1 mol/L und setze 1-2 mL NaOH, 2mol/L, zu.

Versuch 4: Erwärme die tiefblaue Lsg. aus Versuch 3. (Vorsicht, Siedeverzug!)

Versuch 5: Mische gleiche Teile (je 2 mL) Fehlingsche Lösung I und II. Gib 2 mL der Untersuchungslsg. hinzu und erwärme. (Vorsicht, Siedeverzug!)

Versuch 6: Prüfe die Untersuchungslsg. mit Glucoseteststreifen.

Versuch 7: Gib zu 3 mL Schiffs Reagenz einige Tropfen Untersuchungslsg.(**Abzug**).

SCHULZENTRUM UTBREMEN	*Organisch-chemisches Praktikum*	*Name:* *Klasse:*
Versuchsbeginn:	*Versuchsende:*	*Protokollabgabe:*

Thema: Kohlenhydrate I

Aufgabe: Untersuchung von Eigenschaften und funktionellen Gruppen in Monosacchariden und organischen Naturstoffen.

Auswertung der Versuche:

	Löslichkeit Wasser	Benzin	angesäuerte $KMnO_4$	alkal. $CuSO_4$-lsg. kalt	warm	Fehling-lsg.	Glucose stäbchen	Schiff's Reagenz
Ethanol								
Sorbit								
Glucose								
Fructose								
Birne								
Apfel								
Karotte								
Rosine								
Ethanal								

Zusammenfassung der Ergebnisse:

Hinweise für den Lehrer:

Aufgabe: Untersuchung von Eigenschaften und funktionellen Gruppen in Monosacchariden und organischen Naturstoffen.

Auswertung der Versuche:

	Löslichkeit Wasser	Benzin	angesäuerte $KMnO_4$	alkal. $CuSO_4$-lsg. kalt	warm	Fehling-lsg.	Glucose stäbchen	Schiff's Reagenz
Ethanol	+	+	+	Geringe Blaufärbg.	Schwarze Ausfällung	–	–	
Sorbit	+	-	+	+	+	–	–	
Glucose	+	-	+	+	+	+	+	–
Fructose	+	-	+	+	+	+	–	–
Birne			+	+	+	+	+	–
Apfel			+	+	+	+	+	–
Karotte			+	+	+	+	+	–
Rosine			+	+	+	+	+	–
Ethanal								+

Zusammenfassung der Ergebnisse:

Gute Wasserlöslichkeit; unterschiedliche Reaktionszeit mit $KMnO_4$
Tiefblaue Komplexverb. v. $CuSO_4$: Anwesenheit hydrophiler Gr. ➔ 5 OH – Gr.
Reduktion zu Cu_2O: Anwesenheit reduzierender Gruppen: ➔ - CHO – Gr.
Unterschiedliche Reaktion mit dem Glucoseteststreifen bei Glucose und Fructose
Keine Reaktion der Monosaccaride mit Schiff's Reagenz
Obst und Gemüse zeigen gleiche Reaktionen wie Glucose

SZ Sekll Utbremen
Organisch- chem. Praktikum

Name
Klasse:
Thema: Kohlenhydrate I

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Stoffname	Gefahrenbezeichng. Sym.		R.-u. S-Sätze	MAK	VbF
Benzin	F^+,X_n	Hochentzündlich	R11-52/53-65 S9-16-23,2-24-33-62		AI
Ethanol	F	Leichtentzündlich	R11 S7-16	1900	B
Ethanal	F^+,X_n	Hochentzündlich	R12-36/37-40 S16-33-36/37		B
Schiff's Reagenz					
Natronlauge, 2 mol/L	C	Ätzend	R35 S26-37/39-45		
Schwefelsäure,15%	C	Ätzend	R35 S26-30-45	1	

2. Sicherheitsmaßnahmen

Stoffname	Schutzmaßnahmen		Kleine Stör- u. Unfälle	Erste Hilfemassnahmen bei Kontakt mit			
	Allgem	Körper		Haut	Auge	Inhal.	Verschlu
Benzin	AD	BHK	C	W	W		A
Ethanol	D	BK	W	W	W		A
Ethanal	ADK	BHK		W	W		A
Schiff's Reagenz							
Natronlauge,2 mol/L		BHK	W	W	W		WA
Schwefelsäure,15%		BHK	W	W	W		WA

3. Stoffkonstanten

Stoffname	**Physikalische Stoffkonstanten**					
	M(g/mol)	**Fp (°C)**	**Kp (°C)**	**n_D**	**Dichte(g/mL)**	**Flp**
Benzin			50-70		0,66	
Ethanol	46,07		78		0,80	12
Ethanal	44		21		0,78	

4. Entsorgung/ Aufbereitung

Produkt / Abfall		**Sammelgefäss**
Benzin-Abfall	Halogenfreie Lösemittel	O
$KMnO_4$-lsg	Anorg. Salzlsg. pH 6-8	A
$CuSO_4$-lsg.	Regenerierbare Salzrückstände	M
Schiff's Reagenz-lsg.	Giftige brennbare Lösemittel	F

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Versuchsbeginn:	Versuchsende:	Protokollabgabe:

Thema: Kohlenhydrate II

1.Aufgabe: Spaltung von Glucose mit Perjodat

Chemikalien:
KI, Schwefelsäure, 2 mol/L, Natriumthiosulfatlösung,0,4 mol/L,
Glucose, Fructose, Natriummetaperjodatlösung, 0,1 mol/L

Durchführung:

Zunächst werden ca. 0,1 mol Natriummetaperjodat im Meßkolben zu 1 L gelöst. Die Titerstellung erfolgt indem 20 mL Aliquote zu einer Lösung von 5 g KI in 80 mL Wasser gegeben werden und mit Schwefelsäure auf pH 2 bis 3 gebracht werden. Die entstandene Jodmenge wird mit 0,4 molarer Natriumthiosulfatlösung titriert.
Für die Spaltung der Glucose werden ca. 200 mg im Meßkolben zu 100 mL gelöst.
20 mL Aliquote werden mit 50 bis 60 mL Wasser verdünnt, mit 20 mL 0,1 molarer Natriummetaperjodatlöung versetzt und mit Schwefelsäure auf pH 2 bis 3 gebracht. Die Mischung wird unter Rühren auf 60 bis 70 °C erwärmt und 15 Minuten bei dieser Temperatur gehalten. Pro Äquivalent Glucose entstehen 5 Äquivalente Jodsäure. Nach dem raschen Abkühlen auf Raumtemperatur wird eine Lösung von 5g KI in 30 mL Wasser zugegeben. Der pH-Wert wird kontrolliert und ggf. auf 2 - 3 korrigiert. Die Gesamtmenge Iod wird mit 0,4 molarer Natriumthiosulfatlösung titriert.
Der Versuch wird anschließend noch einmal mit Fructose durchgeführt.

2. Aufgabe: Abbau von Glucose nach Ruff

Chemikalien:
Glucose, Fehling I und II, Brom, $CaCO_3$, 5%igen $FeCl_3$-Lösung, H_2O_2, 30%

Durchführung:

1 g Glucose wird mit 22 mL Wasser gelöst. Mit 2 mL der Lösung wird eine Fehlingprobe durchgeführt. Der Rest wird mit 0,3 mL Brom versetzt. Nach 2 Min. wird die Reaktionslösung unter dem Abzug etwa auf die Hälfte eingedampft, wobei gleichzeitig überschüssiges Brom ausgetrieben wird. Dann wird mit Wasser wieder auf ein Gesamtvolumen von 20 mL aufgefüllt. Mit 2 mL der Lösung wird eine Fehling-probe durchgeführt.. Zum Rest werden 2 g $CaCO_3$ gegeben. Nach 30 minütigem Rühren wird filtriet. Das Filtrat wird mit Salzsäure schwach angesäuert und mit 2 Tropfen einer 5 %igen $Fe\ Cl_3$-Lösung und danach mit 0,5 mL 30 %iger H_2O_2 versetzt. Die Reaktionslösung wird etwa auf die Hälfte eingedampft, wobei auch überschüssiges H_2O_2 verkocht wird. Es wird eine Fehlingprobe durchgeführt.

SZ Sekll Utbremen
Organisch- chem. Praktikum

Name:
Klasse:
Thema: Kohlenhydrate II

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Stoffname	Symb.	Gefahrenbez.	R.- u. S-Sätze		MAK	VbF
Brom	T^+ C	Giftig,ätzend	R 26-35	S 7/9-26	0,1	
Wasserstoffperoxid, 30%	C	Ätzend	R 34	S 28,1-39	1	
Schwefelsäure,2 mol/L	C,X_i	Ätzend	R36/38	S 2-26		
Fehling II	C	Ätzend	R 34	S 28		

2. Sicherheitsmaßnahmen

Stoffname	Schutzmaßnahmen		kleine Stör- u. Unfälle	Erste Hilfemassnahmen bei Kontakt mit			
	Allgem.	Körper		Haut	Auge	Inhal.	Verschlu
Brom	AD	BHK	F	$Na_2S_2O_3$-lsg.	W	L A	A
Wasserstoffperoxid, 30%	A	BHK	W	W	W	A	W A
Schwefelsäure,2 mol/L		BHK	W	W	W		W A
Fehling II		BHK	W	W	W		W A

3. Stoffkonstanten

Stoffname	**Physikalische Stoffkonstanten**					
	M(g/mol)	**Fp (°C)**	**Kp (°C)**	**n_D**	**Dichte(g/mL)**	**Flp**
Brom	159,8	-7	58		3,14	
Wasserstoffperoxid, 30%	34,01		106		1,12	
Natriumperiodat	213,89					
Natriumthiosulfat* $5H_2O$	248,11					
Glucose-Monohydrat	198,17					

4. Entsorgung/ Aufbereitung

Produkt / Abfall		**Sammelgefäss**
$CuSO_4$-lsg.	Regenerierbare Salzrückstände	M
Iodsalz-lsg.	Regenerierbare Salzrückstände	M

Auswertung:

Es wurden exakt 20 mL Perjodatlösung für die Titerstellung benutzt. Daraus wird deutlich, wieviel Jod aus 20 mL frei werden.
HJO_4 + HJ ====> 4 J_2 + 4 H_2 O

Beim Abbau des Zuckers entsteht aus HJO_4 ====> HJO_3.
Das HJO_3 setzt nur 3 J_2 frei
Von der vorgelegten $NaJO_4$-Stoffmenge entsprechenden vierfachen Stoffmenge J_2 wird die der verbrauchten Thiosulfatmenge entsprechende Stoffmenge J_2 abgezogen. Die Differenz entspricht der entstandenen Stoffmenge HJO_3. Diese geteilt durch die Stoffmenge an Glucose in dem aliquoten Teil ergibt die Anzahl der Glycolspaltungen. (hier 5)

Hinweise für den Lehrer:

1. Abbau von Glucose mit Perjodat

HIO_4 + 7HI → 4 I_2 + 4 H_2O

Aus HIO_4 wird durch Abbau HIO_3

HIO_3 + 5 HI → 3I_2 + 3 H_2O

Pro 1 mol Glucose werden 5 mol HIO_3 entstehen.

Beispiel:

Titerstellung 39,4 mL

Verbrauch 34,3 mL

5,1 mL

5,1 x 0,4 mmol = 2,04 mmol

2 $Na_2S_2O_3$ entsprechen 1 J_2

2,04 mmol entsprechen 1,02 mmol Jod

1 mol Gucose entsprechen 5 Spaltungen

1,02 mmol = 0,204 mmol Glucose

1mmol Glucose 1 H_2O = 198,17 mg

0,204 mmol Glucose = 40,39 mg

Es wurden 200 mg Glucose in 100 mL gelöst und 20 mL entnommen. Das entspricht einem Einsatz von
40 mg Glucose. Durch die Spaltung wurde diese Menge bestätigt.

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Versuchsbeginn:	Versuchsende:	Protokollabgabe:

Thema: Kohlenhydrate III

Aufgabe: Spaltung von Saccharose zu Glucose und Fructose

Chemikalien: Ethanol, 2-Propanol, 1-Butanol, Saccharose, Glucose, Fructose, konz. Salzsäure, Schwefelsäure,15%, Borsäure, 0,1mol/L, Natronlauge, 2mol/L, Fehling I u. II, DC-Kieselgelplatte

Durchführung:

Hydrolyse von Saccharose:
In eine auf 45 bis 50°C erwärmte Mischung von 75 mL Ethanol, 3 mL Wasser und 3 mL konz. Salzsäure werden unter Rühren 25g fein gepulverte Saccharose eingetragen. Sobald eine klare Lösung resultiert(evtl. Resttrübe abfiltrieren), wird eine 2-mL-Probe gezogen und mit Natronlauge neutralisiert.

Untersuchung der entstandenen Saccharide:

1. Mit Fehling-Lösung
   a) vor der Hydrolyse
   b) nach der Hydrolyse

2. Dünnschichtchromatische Unterscheidung
   Untersuchungssubstanzen: Glucose, Fructose, Saccharose, Probelsg.
   Sorptionsschicht: Kieselgel
   Fliessmittel: 5 Volumenteile Isopropanol
   3 Volumenteile 1-Butanol
   2 Volumenteile 0,1 molare Borsäurelsg.
   Laufstrecke: 10 cm
   Auftragsvolumen: 2 µL
   Detektion:
   Die getrocknete Platte wird mit 15%iger Schwefelsäurelösung besprüht (Vorsicht Aerosole! **Abzug**) und im Trockenschrank bei 110 °C getrocknet.

3. Fraktionierte Kristallisation

   Der Rest der Reaktionslösung wird auf Raumtemperatur abgekühlt (evtl. weiter abkühlen). Dabei scheidet sich die Glucose als zähes Öl ab, während die Fructose gelöst bleibt. In das Öl trägt man einen Glucose-Impfkristall ein.
   Man läßt (mehrere Tage) stehen, bis sich ein feinkristalliner weißer Feststoff gebildet hat. Dieser wird abgesaugt und in möglichst wenig heißem Wasser (ca.2-3 mL) gerade wieder gelöst. Zu der heißen Lösung wird Ethanol bis zur beginnenden Trübung gegeben(ca.10-15 mL). Dann läßt man unter Rühren und Animpfen erkalten. Nach längerem Stehen werden die Kristalle abgesaugt, mit Ethanol gewaschen und in einem Exsikkator im Vakuum über Blaugel getrocknet.

   Identifizierung:
   Bestimmen Sie die Schmelztemperatur und nehmen Sie ein IR-Spektrum auf.

SZ Sekll Utbremen
Organisch- chem. Praktikum

Name:
Klasse:
Thema: Kohlenhydrate III

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Stoffname	Gefahrenbezeichng. Sym.		R.-u. S-Sätze		MAK	VbF
Ethanol	F	Leichtentzündlich	R11	S7-16	1900	B
2-Propanol	F	Leichtentzündlich	R11	S7-16	980	B
1-Butanol	X_n	Gesundheitsschädlich	R10-20	S16	300	AII
Salzsäure,konz.	C	Ätzend	R34-37	S26-46	7	
Schwefelsäure,15%	C	Ätzend	R35	S26-30-45	1	
Natronlauge, 2 mol/L	C	Ätzend	R35	S26-37/39-45		

2. Sicherheitsmaßnahmen

Stoffname	Schutzmaßnahmen		Kleine Stör- u. Unfälle	Erste Hilfemassnahmen bei Kontakt mit			
	Allgem.	Körper		Haut	Auge	Inhal.	Verschlu
Ethanol		BK	W	W	W		A
2-Propanol		BK	W	W	W		A
1-Butanol	A	BK	C	W	W	L	
Salzsäure,konz.	A	BHK	W	W	W	L	WA
Schwefelsäure,15%		BHK	W	W	W		WA
Natronlauge,2 mol/L		BHK	W	W	W		WA

3. Stoffkonstanten

Stoffname	**Physikalische Stoffkonstanten**					
	M(g/mol)	**Fp (°C)**	**Kp (°C)**	**n_D**	**Dichte(g/mL)**	**Flp**
Ethanol	46,07		78		0,80	12
2-Propanol	60,10		82		0,78	12
1-Butanol	74,12		117	1,4000	0,81	29
Salzsäure,37%	36,46				1,19	
Schwefelsäure,25%	98,08				1,18	

4. Entsorgung/ Aufbereitung

Produkt / Abfall		**Sammelgefäss**
Ethanol	Halogenfreie Lösemittel	O
2-Propanol	Halogenfreie Lösemittel	O
1-Butanol	Halogenfreie Lösemittel	O
$CuSO_4$-lsg.	Regenerierbare Salzrückstände	M

Bewertungsbogen:

Kohlenhydrate III

Versuchsbeginn:
Versuchsende:

	Fp	IR	DC R_f					
			Glu	Fru	Sac	Prot.	Note	Bemerkungen

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Versuchsbeginn:	Versuchsende:	Protokollabgabe:

Thema: Kohlenhydrate IV

1. Aufgabe: Stärkeuntersuchung unter dem Mikroskop

Material:
Kartoffeln, weiße Bohnen, Weizenkörner, Haferkörner, Lugolsche Lösung
Pinzette, Objektträger, Mikroskop, Deckglas
Durchführung:
Das zu untersuchende Material wird mit einer Pinzette in einem Wassertropfen auf dem Objektträger bewegt. Dann betrachtet man die Aufschlämmung unter dem Mikroskop. Von dem mikroskopischen Bild ist eine Zeichnung anzufertigen. Anschließend wird ein Tropfen Lugolsche Lösung in das Präparat gesaugt.Beobachten Sie die Veränderung des Präparates.

2. Aufgabe: Stärkegewinnung

Material:
Reibeisen, Tuch, Kartoffeln
Durchführung:
Die Kartoffeln werden fein gerieben. Man verdünnt den entstehenden Brei mit Wasser und schüttelt das Ganze kräftig in einem Erlenmeyerkolben. Dann seiht man das Gemisch durch ein Tuch und preßt zuletzt den Rückstand kräftig ab. Das trübe Filtrat läßt man absetzen. Nach dem Dekantieren wäscht man den Rückstand mit reinem Wasser aus, läßt wieder absetzen, dekantiert und wiederholt diesen Prozeß, bis die Stärke rein ist. Dann läßt man sie in einer flachen Schale an der Luft trocknen.

3. Aufgabe: Stärkenachweis

Material:
Stärke, Lugolsche Lösung, Fehling I u. II, Kartoffeln, Getreidekörner, Brot, Mehl, Haferflocken, Nudeln,
Durchführung:
Zur Herstellung eines Stärkekleisters rühren Sie etwas Stärke in 60 bis 80 °C warmes Wasser.
Für den Stärkenachweis geben Sie zu einer Verdünnung des Kleisters einige Tropfen Lugoslche Lösung.
Führen Sie mit der Stärkelösung auch eine Reaktion nach Fehling durch.
Bereiten Sie einige Nahrungsmittel (s.o.) so auf, damit Sie anschließend einen Stärkenachweis führen können.

4. Aufgabe: Jodstärkereaktion zur Unterscheidung von Butter und Margarine

Material:
Butter, Margarine, Lugolsche Lösung
Durchführung:
Man füllt je ein Reagenzglas zur Hälfte mit Butter und Margarine, erwärmt es bis zum Schmelzen, und stellt beide Reagenzgläser in ein Wasserbad von 70°C. Nach einiger Zeit sind zwei Schichten erkenntlich. Die untere wäßrige Schicht wird abpipettiert und mit der gleichen Menge Wasser verdünnt. Die Verdünnung wird zum Sieden erhitzt. Nach dem Abkühlen wird etwas Lugolsche Lösung zugesetzt.

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Versuchsbeginn:	Versuchsende:	Protokollabgabe:

Thema: Kohlenhydrate V

1. Aufgabe: Hydrolyse von Amylose

Chemikalien:
2-Propanol, 1-Butanol, Glucose, Stärke, Schwefelsäure,15%, Schwefelsäure, 1 mol/L, Borsäure, 0,1mol/L, $CaCO_3$, Fehling I u. II, DC-Kieselgelplatte

Durchführung:
0,5 g lösliche Stärke werden in einem großen Reagenzglas in 20 mL Wasser unter Erwärmen gelöst und mit 5 mL Schwefelsäure,1 mol/L im siedenden Wasserbad hydrolysiert.
Entnehmen Sie nach 0, 1, 5, 10, 20, 30 Minuten jeweils 1 mL Lösung und neutralisieren Sie diese nach dem Abkühlen durch Zugabe von festem $CaCO_3$ und führen eine Untersuchung der entstandenen Produkte durch:

1. Mit Fehling-Lösung

2. Dünnschichtchromatische Unterscheidung

Untersuchungssubstanzen: Glucose, Stärke, Probelösungen.

Sorptionsschicht:	Kieselgel
Fliessmittel:	5 Volumenteile Isopropanol 3 Volumenteile 1-Butanol 2 Volumenteile 0,1 molare Borsäurelsg.
Laufstrecke:	10 cm
Auftragsvolumen:	2 µL

Detektion:
Die getrocknete Platte wird mit 15%iger Schwefelsäurelösung besprüht (Vorsicht Aerosole! **Abzug**) und im Trockenschrank bei 110 °C getrocknet.

2. Aufgabe: Synthese von Cellulosetriacetat

Chemikalien: konz. Essigsäure, Essigsäureanhydrid, konz. Schwefelsäure, KBr

Durchführung:
In einem Erlenmeyerkolben gibt man 3 g Filtrierpapierschnitzel, fügt dann 15 mL konz. Essigsäure, 15 mL Essigsäureanhydrid und zum Schluß vorsichtig unter Schütteln noch 10 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure hinzu. Bis zur Bildung einer klaren Lösung wird der Erlenmeyerkolben mit dem entstandenen Brei in ein Becherglas mit siedendem Wasser gestellt. Diese Lösung wird anschließend in ein zu drei Viertel mit Wasser gefülltes 1-L Becherglas gegossen , filtriert und getrocknet

Identifikation:
Von dem erhaltenen Produkt wird ein IR-Spektrum angefertigt.
(KBr-Preßling; ca. 1 mg Polymer auf 250 mg KBr).

Bewertungsbogen:

Kohlenhydrate V

Versuchsbeginn:
Versuchsende:

Namen	IR	DC R_f						
		1 min	5 min	10 min	20 min	30 min	Note	Bemerkungen

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Versuchsbeginn:	Versuchsende:	Protokollabgabe:

Thema: Kohlenhydrate VI

Aufgabe: Zuckerbestimmung nach Luff-Schoorl

Durchführung:

1. Inversion

- Ergänzen Sie die im 100 mL-Meßkolben befindliche Saccharose-lösung auf ca. 50 mL, geben 1,5 mL Salzsäure (D = 1,19g/mL) hinzu und stellen den Kolben in ein auf 70°C gebrachtes Wasserbad.
- ein in die Lösung gehaltenes Thermometer soll in 2-3 min auf 67°C steigen
- 5 min auf 67- 70 °C halten
- schnell abkühlen (Wasserhahn)
- 2 Tropfen Phenolphthaleinlösung zusetzen, dann mit Natronlauge, 1mol/L auf Farbumschlag neutralisieren
- mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

2. Bestimmung

- Im 300 mL Erlenmeyerkolben mit Schliff gibt man zu 25 mL Luffscher Lösung
- a) 20 mL Wasser zur Ermittlung des Blindwertes
- b) 20 mL Saccharose-lösung

- mit Wasser auf 50 mL Gesamtvolumen auffüllen

- genau 10 min. am Rückfluß kochen

- danach sofort abkühlen und titrieren.

3. Titration

- 50 mL Essigsäure,0,4 mol/L hinzufügen und umschütteln
- genau 50 mL Iodlösung, 0,1 mol/L einpipettieren und umschütteln
- 55 mL Salzsäure, 0,75 mol/L hinzufügen
- dann mit Natriumthiosulfatlösug,0,1 mol/L titrieren.

Hinweise für den Lehrer:
Folgende Reagenzien und Lösungen sind herzustellen:

Luff'sche Lösung:

-Teillösung A:	50g Citronensäure in 50 mL dest. Wasser (ca. 40°C) lösen
-Teillösung B:	143,7g Natriumcarbonat in 350 mL dest. Wasser lösen
-Teillösung C	25g Kupfersulfat in 100 mL dest. Wasser lösen

Unter vorsichtigem Schwenken wird langsam A in B gegossen. Nach dem Aufhören der Gasentwicklung wird C hinzugefügt und auf 1000 mL mit dest. Wasser aufgefüllt. Die filtrierte Lösung ist unbegrenzt haltbar.

Salzsäure, 0,75 mol/L	64 mL konz. Salzsäure auf 1 L Wasser
Essigsäure, 0,4 mol/L	48 mL Essigsäure, 100% auf 2 L Wasser
Iodlösung, 0,1 mol/L	
Natriumthiosulfatlösung, 0,1 mol/L	

Saccharosestammlösung für die Schüler:

Stammlösung: 4 g Saccharose im Messkolben auf 200 mL auffüllen.
Für die Schüler werden zwischen 10 und 15 mL der Stammlösung in einem 100 mL Messkolben abgefüllt.

Ermittlung des Zuckergehaltes:
a mL (Blindversuch) - b mL (Verbrauch) = c mL Thiosulfatlösung
Die Differenz c mL entspricht dem der folgenden Tabelle zu entnehmenden Invertzuckergehalt:

Thiosulfatlsg. mL 0,1 mol/L	Glucose/Fructose mg
1	2,4
2	4,8
3	7,2
4	9,7
5	12,2
6	14,7
7	17,2
8	19,8
9	22,4
10	25,0
11	27,6
12	30,3
13	33,0
14	35,7
15	38,5
16	41,3
17	44,2
18	47,1
19	50,0
20	53,0
21	56,0
22	59,1
23	62,2

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Versuchsbeginn:	*Versuchsende:*	*Protokollabgabe:*

Thema: Kohlenhydrate VII

1. Aufgabe: Refraktometrische Zuckerbestimmung

Chemikalien: Saccharose

Durchführung:

1. Stellen Sie Saccharoselösungen mit folgende Konzentrationen her:
   w (Saccharose)= 5, 10,15, 20, 25, 30, 40, 50%
2. Messen Sie den Brechungsindex der Saccharoselösungen bei 20°C.
3. Erstellen Sie aus den Werten eine Eichkurve .
4. Messen Sie den Brechungsindex eines Getränkes und bestimmen den Zuckergehalt.

2. Aufgabe: Polarimetrische Zuckerbestimmung

Chemikalien: Saccharose, Glucose, Fruktose, Salzsäure, (konz).

Durchführung:

1. Stellen Sie Zuckerlösungen mit folgende Massenkonzentrationen her:
   β (Saccharose, Glucose, Fruktose)= 0,2 g/mL

2. Bestimmen Sie die spezifische Drehung.

   Gruppe1: Saccharose
   Gruppe2: Glucose
   Gruppe3: Fructose
   Gruppe4: Saccharose, 50 mL der Saccharoselösung werden im 100 mL Meßkolben mit 3 mL konz. HCl versetzt und auf 100 mL aufgefüllt. Der Drehwinkel wird alle 10min. abgelesen.

3.1 Messen Sie den Drehundswinkel α bei verschiedenen Konzentrationen.
3.2 Stellen Sie den Drehungswinkel in Abhängigkeit von der Konzenzration grafisch dar.

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Versuchsbeginn:	*Versuchsende:*	*Protokollabgabe:*

Thema: Acetylierung

Aufgabe: Herstellung von Acetylsalicylsäure durch Acetylieren von Salicylsäure
(Halbmikromaßstab)

Geräte: Rückflussanlage, Nutsche, Tropftrichter

Chemikalien: Essigsäureanhydrid, Essigsäure, 100%, Salicylsäure, Ethanol, A-Kohle

Durchführung:

Arbeitssicherheit:

Erstellen Sie
a) eine Betriebsanweisung
b) ein Fließdiagramm über die Arbeitsabläufe.

Synthese:

In einer 100 mL-Mehrhalskolben-Rührapparatuer werden 5,8 mL Essigsäureanhydrid und 5 mL Essigsäure, 100% eingefüllt. Unter Rühren werden 6,9g Salicylsäure bei Raumtemperatur eingetragen. Dann wird das Gemisch erhitzt und die Acetylierung bei 90 – 95°C innerhalb von 2 Stunden durchgeführt.
Nach Ablauf der Reaktionszeit werden zum Reaktionsgemisch innerhalb von 10 min 25 mL Wasser getropft. Die Mischung wird auf 20°C abgekühlt und 30 min bei dieser Temperatur nachgerührt. Anschließend wird die Ausfällung abgesaugt, der Rückstand auf der Nutsche zweimal mit je 8 mL gewaschen, abgepreßt und die Feuchtausbeute ermittelt.

Aufarbeitung:

Das Rohprodukt wird unter Verwendung von A-Kohle aus einem Wasser-Ethanol-Gemisch (2 Volumenteile Wasser + 1Volumenteil Ethanol) umkristallisiert, auf 20°C abgekühlt, scharf abgesaugt und bei 80°C im Trockenschrank bis zur Massenkonstanz getrocknet.

Reinheitsüberprüfung:

Die Schmelztemperatur ist zu bestimmen.

Auswertung:

Die Ausbeute an Acetylsalicylsäure ist in g und % der Theorie anzugeben.

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Versuchsbeginn:	*Versuchsende:*	*Protokollabgabe:*

Thema: Reinheitskontrolle und Identifikation von Acetylsalicylsäure

Führen Sie folgende Aufgaben nach der ersten, zweiten und evtl. dritten Umkristallisation des Präparats durch.

1. Bestimmung der Schmelztemperatur

2. Volumetrische Bestimmung der Acetylsalicylsäure

Arbeitsanweisung:

Durch Mehrfachbestimmung wird der Massenanteil w der Acetylsalicylsäure ermittelt.
300 - 400 mg der Substanz werden in einen Erlenmeyerkolben genau eingewogen, in 35 mL Ethanol gelöst und mit Wasser auf ca. 100 mL Volumen verdünnt.
Nach Zusatz von Indikatorlösung wird mit Maßlösung, c(KOH)=0,1 mol/L, titriert.

3. Dünnschichtchromatische Prüfung

Stationäre Phase: Kieselgelbeschichtete Alufolie (5*10 cm) mit Fluoreszenzindikator.

Mobile Phase: Gemisch aus 10 mL Aceton und 10 mL Cyclohexan und 8 Tropfen Wasser
Achten Sie auf Kammersättigung.

Probelösung: Präparat in Aceton
[w(Acetylsalicylsäure) = 0,01],
V(Lösung) = 1 µL.

Vergleichslösungen: Acetylsalicylsäure (Referenzsubstanz) in Aceton
[w(Acetylsalicylsäure) = 0,01],
V(Lösung) = 1 µL.
Salicylsäure (Referenzsubstanz) in Aceton
[w(Acetylsalicylsäure) = 0,01],
V(Lösung) = 1 µL.

Visualisierung: Betrachten Sie das DC unter UV-Licht und umranden Sie die Flecken mit einem weichen Bleistift.
Ermitteln Sie die R_f- Werte.

SCHULZENTRUM UTBREMEN	Organisch-chemisches Praktikum	Name: Klasse:
Betriebsanweisung	**Thema:** *Acetylsalicylsäure*	

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Stoffname	Gefahrenbezeichng. Sym.		R.-u. S-Sätze		MAK	VbF
Essigsäureanhydrid	C	reizend	R10-34	S 26		
Essigsäure	C	reizend	R10-35	S 23-26-36		
Salicylsäure	X_n	gesundheitsschädlich	R22-36/38	S 22		
Ethanol	F	leichtentzündlich	R11	S7-16		B

2. Sicherheitsmaßnahmen

Stoffname	Brände löschen mit	Erste Hilfemaßnahmen bei Kontakt mit	
		Haut	Auge
Essigsäureanhydrid		Wasser	Wasser
Essigsäure		Wasser	Wasser
Salicylsäure		Wasser	Wasser
Ethanol	Wasser	Wasser	Wasser

3. Stoffkonstanten

Stoffname	**Physikalische Stoffkonstanten**				
	M(g/mol)	**Fp (°C)**	**Kp (°C)**	**n_D**	**Dichte(g/mL)**
Essigsäureanhydrid	102,09		139,4		1,082
Essigsäure	60,05		118,1		1,05
Salicylsäure	138,12	155			
Ethanol	46,1		78		0,79
Acetylsalicylsäure	180,16	136			

4. Entsorgung/ Aufbereitung

Produkt / Abfall		**Sammelgefäß**
Filtrat	Neutralisieren	Gefäß A
ASS		Gefäß C