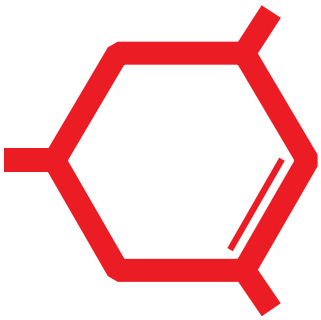


45. Österreichische Chemieolympiade

Bundeswettbewerb

Praktischer Teil

31. Mai 2019

Name _____ Platz Nr. _____

		bp / rp / rp_{max}
8	Weinanalysen	/ / 21
9	Eine kleine Photometrie	/ / 4
10	Synthese: Derivatisierung von Carbonylverbindungen als Semicarbazone	/ / 15
	Gesamtpunkte:	/ 40

Hinweise

- Sie haben für das Lösen der Aufgaben 5 Stunden Zeit und dürfen dabei folgende Hilfsmittel verwenden:
  - einen nicht programmierbaren Taschenrechner
  - Konzeptpapier
  - Schreibzeug
    (Bleistift, Schreiber blau oder schwarz, Lineal oder Geodreieck, Radiergummi)

- Sie dürfen dieses Aufgabenheft nicht auseinander nehmen.
- Wo **Berechnungen** verlangt sind („Berechnen Sie…"), sind diese ***in nachvollziehbarer Weise*** in die Kästchen zu schreiben, ansonsten kommt es zu **Punkteabzügen**.
- Wenn Endergebnisse Einheiten verlangen, sind diese anzugeben, ansonsten kommt es zu **Punkteabzügen.**
- Nur die **Antworten in den Kästchen** werden bewertet.
- Sollten Sie keinen Platz mehr in einem Antwortkästchen haben, schreiben Sie die Antwort auf Konzeptpapier, das Sie mit Ihrem **Namen** versehen. Kennzeichnen Sie die Antwort unmissverständlich mit der Aufgabennummer x.xx.

Verwenden Sie folgende Molmassen und Formeln:

H: 1,01; C: 12,01; N: 14,01; O: 16,00, S: 32,07 (in g/mol)

$c = \frac{n}{V}$ $n = \frac{m}{M}$

Planen Sie Ihre Arbeiten umsichtig!

Materialliste

		vorgesehen für Aufgabe
2	25 mL Erlenmeyerkolben	8: WW3
2	250 mL Erlenmeyerkolben	8: RW2, WW2
1	Reagenzglasgestell	
3	RG leer	8: RW2
1	RG leer mit Schraubverschluss	8: WW1
1	Eppi mit ca. 0,25 g Aktivkohle	8: RW2
1	Eppi mit Siedesteinchen*	8: RW2, WW2
1	2 x 1 mL Spritzen	8: WW3
1	10,00 mL Vollpipette	8: RW2, WW1
1	2,00 mL Vollpipette	8: RW2
1	100 mL Abfallbecherglas für Titration	8
1	Peleusball	8
1	Trichter mittelgroß	8: RW2, WW2
1	Rundfilter ∅ 11 cm	8: RW2
1	100 mL Maßkolben (leer, trocken)	8: WW2
1	2 Küvetten Kunststoff	8: RW 1
1	Trichter klein	9
2	Rundfilter ∅ 7 cm	9
1	Rührkern klein	10
1	Becherglas 250mL niedrige Form mit Karton für Wasserbad	10
1	Thermometer	10
2	Uhrgläser, eines davon mit Platznummer und tariert	10
1	Plastikschale für Eis-Wasser-Bad	10
1	leeres Eppi	10
1	Glasfritte	10
3	Kapillaren in einem Eppi	10
1	DC-Kammer (Olivenglas)	10
1	DC-Platte	10
1	Messzylinder 10mL	
1	Glasstab	
1	Spatel	
1	Pinzette	
1	Bleistift	
1	Geodreieck	
1	Rührstabentferner (magnetisches Fischen)	
1	Magnetrührer heizbar	
1	Stativ	
1	Bürette mit Klammer	
1	Abfallbecherglas für div. Lösungsabfälle	
1	Spritzflasche mit Deionat*	
6	PPP	
1	Küchenrolle*	
1	Folienstift zum Beschriften	

* Diese Gegenstände können ohne Punkteabzug nachgefüllt/erneut bezogen werden.

Zur gemeinsamen Verwendung im Saal

Behälter mit Waschaceton
Saugflaschen an Wasserstrahlpumpen
Kanister mit entionisiertem Wasser – Deionat
Eisvorrat
UV-Lampe
Trockenschrank

Zur gemeinsamen Verwendung am Gang

Photometer
2 Glasküvetten pro Photometer
Fön
Aceton zur Küvettenreinigung + Abfallglas, Küchenrolle
Waagen für Aufgabe 8
Kofler-Heizbank

Im Wägeraum

Waage für das organische Präparat (Aufgabe 10)

Chemikalien

Sicherheitshinweise: Beachten Sie die Gefahrensymbole sowie die H- und P-Sätze auf den Chemikaliengebinden.

Aufgabe 8	**Weinanalysen**	
1	verschraubte Epr mit 20mL Rotweinprobe und Platznummer	RW 1&2
1	Originalgebinde Weißwein als Probe mit Platznummer	WW 1-3
70 mL	Fehling I – verdünnte $CuSO_4$-Lösung mit Platznr.	RW2
35 mL	Fehling II – KNaTartrat in NaOH Lösung	RW2
70 mL	H_2SO_4 2M	RW2
80 mL	15 %ige Kaliumiodidlösung	RW2, WW1
70 mL	1%ige Stärkelösung	RW2, WW1
100 mL	$Na_2S_2O_3$-Lösung mit genauer Konzentrationsangabe	RW2
100mL	KIO_3-Lösung schwefelsauer mit Platznr. und genauer Konzentrationsangabe	WW1
10 mL	Propanallösung, wässrig 2%	WW1
10mL	Blaulauge (= NaOH mit *c* = 0,100 mol/L & Indikator Bromthymolblau)	WW3
Aufgabe 9	**Eine kleine Photometrie**	
1	Eppi mit etwas DNPH-Reagenz „DNPH“	
1	Schnappdeckelglas mit sehr wenig der unbek. Carbonylverbindung „E-Q“	
1	Fläschchen mit 20 mL Aceton	
Aufgabe 10	**Synthese: Derivatisierung von Carbonylverb. als Semicarbazone**	
1g	Natriumacetat „NaAc“ in Eprouvette (10mL)	
0,5g	Semicarbazid-Hydrochlorid in 50mL Erlenmeyerkolben	
0,2g	unbekannte Carbonylverbindung in Schnappdeckelglas „E-Sy“	
1	Eppi mit 1 Tropfen der unbek. Carbonylverb. für DC „DC“	
1	Tropfflasche mit 25mL Ethanol	
1	Tropfflasche mit Ethylacetat (als Lauf- und Lösungsmittel für DC)	

Aufgabe 8 **21 Punkte**

Weinanalysen

Rund um Baden sind Weinbau und alles was danach kommt ein Thema für Produzenten wie für Konsumenten. In dieser Aufgabe werden Sie eine Rotwein- und eine Weißweinprobe untersuchen. Die Rotweinprobe befindet sich in einer verschraubbaren Eprouvette mit ihrer Platznummer, die Weißweinprobe ist ein Originalgebinde aus dem Handel.

Rotweinanalyse 1 (RW1): Bestimmung der Rotweinfarbe

Die Farbe der Rotweine wird durch phenolische Inhaltsstoffe, sog. Anthocyane, verursacht. Diese liegen meist ausschließlich in den Beerenhülsen vor und gelangen daher nur bei der sog. Maischegärung oder bei einer Maischeerhitzung in den Wein. Weißwein und Roséweine enthalten dementsprechend keine nennenswerten Mengen davon. Photometrisch werden die Extinktionen (Absorbanzen) bei 420 nm, 520 nm und 620 nm gemessen.

Aus den Werten werden zwei Parameter bestimmt

(1) die Farbintensität $FI = A_{420} + A_{520} + A_{620}$
(2) der Farbton $FT = A_{420}/A_{520}$

Gut gefärbte Weine haben $FI > 5$, sehr gute $FI > 10$;
Jungwein hat $FT \approx 0{,}5$, gut gereifter Wein hat $FT > 1{,}5$

Arbeitsvorschrift

Der Wein wird unverdünnt in eine Kunststoffküvette gefüllt. Die Extinktionen bei den drei genannten Wellenlängen werden gemessen. Eine Küvette mit entionisiertem Wasser dient bei jeder Wellenlänge als Leerwert ($A = 0{,}000$)

8.1 Geben Sie Ihre Ergebnisse an.		
A_{420} =	A_{520} =	A_{620} =
FI =	*FT* =	

8.2 Geben Sie durch Ankreuzen Ihre Interpretationen wieder.

Die Färbung des Weins ist	☐ schwach	☐ gut	☐ sehr gut
Der Wein wirkt	☐ jung	☐ gereift	☐ sehr gereift

Rotweinanalyse 2 (RW2): Bestimmung der reduzierenden Zucker

Die reduzierenden Zucker (Glucose, Fructose) werden mit Hilfe einer quantitativen Fehlingschen Probe bestimmt. Bei dieser werden die reduzierenden Zucker von Cu^{2+}-Ionen in basischer Lösung oxidiert. Man verwendet eine bekannte Menge $CuSO_4$ und bestimmt in einer iodometrischen Rücktitration die Menge der vom Zucker nicht verbrauchten Kupferionen. Die Stöchiometrie ist kompliziert, deshalb wird zuerst ein Blindwert bestimmt und dann der Zuckergehalt mit folgender Formel errechnet:

$$\text{Zuckergehalt (in g/L)} = (V_{bl} - V_Z) \cdot c_{\text{Thiosulfat}} \cdot 18 \text{ kg mol}^{-1} \text{ L}^{-1}$$

Dabei sind

V_{bl} … Titrationsvolumen für den Blindwert (mL)

V_Z … Titrationsvolumen mit der Weinprobe (mL)

$c_{\text{Thiosulfat}}$ … die Konzentration der $Na_2S_2O_3$-Lösung (mol/L) (auf der Flasche angegeben)

Rotweine enthalten außerdem eine nicht mehr zu vernachlässigende Menge an Gerbstoffen (Phenolen...). Da diese bisweilen ebenfalls reduzierend wirken, müssen sie vor der Analyse entfernt werden.

<u>Arbeitsvorschrift</u>

a) Probenvorbereitung

Nach Abzweigen einer Menge für die Farbbestimmung (siehe RW1) werden in der verschraubbaren Eprouvette 15mL Rotwein mit ca. 0,3g Aktivkohlepulver (im Eppi) versetzt, kurz und kräftig geschüttelt und dann direkt in eine andere Eprouvette filtriert. Die ersten 5mL Filtrat werden verworfen, aus dem restlichen Filtrat kann die Zuckerbestimmung durchgeführt werden.

b) Bestimmung des Blindwertes und der reduzierenden Zucker

Beide Bestimmungen folgen derselben Vorschrift, für den Blindwert wird lediglich der Wein weggelassen. **Beide Titrationen können bis zu dreimal durchgeführt werden.**
10,00 mL der $CuSO_4$-Lösung (Fehling 1) werden in einen 250mL Erlenmeyerkolben pipettiert und dort mit 5 mL (markiertes RG) basischer Seignettesalzlösung (Fehling 2) versetzt. Man pipettiert nun exakt 2,00mL Wein hinzu. Es werden 2 Siedesteinchen zugegeben, der Kolben wird auf die vorgeheizte Heizplatte (höchste Stufe) gestellt. Wenn das Sieden beginnt, wartet man 30 Sekunden und nimmt dann den Kolben von der Heizplatte. Man lässt etwas abkühlen (ca. 3 Minuten) und setzt mit Hilfe des markierten RG nacheinander zu:

(1) 10 mL 15% KI-Lösung (2) 10 mL 2M H_2SO_4 (3) 10mL 1% Stärkelösung.
Nach jeder Zugabe leicht schwenken, nichts in die Vorratsflaschen zurück schütten!

Man titriert nun mit der $Na_2S_2O_3$-Lösung bis zum Verschwinden der Blaufärbung auf einen cremefarbenen Ton.

Entsorgung: Alle Cu-haltigen Lösungen in das Abfallgefäß geben – nicht in den Ausguss.

8.3 Geben Sie Ihre Ergebnisse an.		
V_{bl} =	V_Z =	Zuckergehalt _____ g /L

Weißweinanalyse 1 (WW1): Bestimmung der freien Schwefeligen Säure

Diese Analyse sollte aus der frisch geöffneten Weinflasche gemacht werden.

Fast alle Weine werden durch Zusatz von Schwefeliger Säure bzw. Schwefeldioxid stabilisiert und haltbar gemacht, da diese antimikrobiell wirksam sind. Man unterscheidet freies SO_2 (in wässriger Lösung je nach pH-Wert als H_2SO_3, HSO_3^- und SO_3^{2-}) und gebundenes SO_2 (hauptsächlich Bisulfitaddukte an Carbonylverbindungen). In diesem Versuch wird das freie SO_2 durch iodometrische Titration bestimmt. In saurer Lösung reduziert SO_2 Iod zu Iodid:

$2\ H_2O + SO_2 + I_2 \rightarrow 2\ I^- + 4\ H^+ + SO_4^{2-}$

Iod wird dabei in situ aus Iodat und Iodid erzeugt und als Iod-Stärke-Komplex nachgewiesen:

$IO_3^- + 5I^- + 6H^+ \rightarrow 3\ I_2 + 3\ H_2O$

Solange SO_2 im Wein vorhanden ist, kann sich die blaue Iod/Stärke-Färbung nicht halten. Erst wenn das SO_2 verbraucht ist, bleibt die Blaufärbung für einige Sekunden bestehen. Da auch andere Reduktionsmittel (Reduktone genannt, hpts. Phenole, Ascorbinsäure) I_2 reduzieren, werden sie mit erfasst. Man bestimmt ihren Gehalt, indem man in einer zweiten, ansonsten identen Titration durch Zusatz von Propanal im Überschuss das freie SO_2 bindet. Danach werden nur noch die Reduktone nachgewiesen. Das ihnen entsprechende Titrationsvolumen kann dann vom ersten Titrationsvolumen abgezogen werden.

<u>Arbeitsvorschrift</u>

a) **Vorbereitung einer KI/Stärkelösung für diesen Versuch**:

   0,75 mL KI-Lösung (15%ig) und 2,5mL Stärkelösung (1%ig) werden in ein RG pipettiert (geeignete PPP verwenden), mit 7mL Deionat verdünnt und homogenisiert.

b) Die Bürette wird mit schwefelsaurer KIO_3-Lösung gefüllt – vorher konditionieren!

c) **Bestimmung SO_2 + Reduktone**: 10,0mL Wein werden in den 250mL Erlenmeyerkolben pipettiert und mit 2mL KI/Stärke-Lösung versetzt. Man titriert mit der schwefelsauren KIO_3-Lösung (Konzentration steht auf der Flasche) bis die Blaufärbung für 3 Sekunden beständig bleibt. Der Wert dieser Titration ist V_1.

d) **Bestimmung Reduktone**: Zur Bestimmung der Reduktone werden erneut 10,0mL Wein in einen Erlenmeyer pipettiert und dort mit 2mL 2%iger Propanallösung versetzt. Man schwenkt um und lässt 10min stehen, gibt 2mL KI/Stärke-Lösung zu und titriert wie oben. Der Verbrauch dieser Titration ist V_2.

8.4 Geben Sie Ihre Titrationsvolumina und den SO_2-Gehalt des Weins in mg/L an.		
V_1 =	V_2 =	*freies SO_2:*

Weißweinanalyse 2 (WW2): Bestimmung des Extraktgehalts

Unter Extrakt versteht man alle nicht-flüchtigen Bestandteile im Wein (z.B. reduzierende Zucker, Weinsäure, Farbstoffe etc.). Der Extraktgehalt kann über die Dichte bestimmt werden, allerdings müssen zuvor der Alkohol und andere flüchtige Komponenten durch Kochen ausgetrieben werden.

Man berechnet aus den Messwerten die Dichte der Weinprobe (in $g \cdot cm^{-3}$) sowie die relative Dichte $\rho_{rel} = \rho_{Probe}/\rho_{Wasser}$ Mit dem Wert für ρ_{rel} liest man aus einer Tabelle (liegt im Saal auf) den Extraktgehalt ab.

Arbeitsvorschrift

Zunächst wird die Masse des leeren, trockenen, verschlossenen 100mL-Messkolbens (beschriftet mit Ihrer Platznummer) bestimmt (m_{Tara}). Dann werden genau 100,0mL der Weißweinprobe in den Messkolben gefüllt (evtl. PPP und Trichter zu Hilfe nehmen). Diese werden sodann mit Hilfe von Deionat quantitativ in einen 250mL Erlenmeyerkolben transferiert. Nach Zusatz von zwei Siedesteinchen wird so lange gekocht, bis nur mehr ca. 80 mL vorhanden sind. **Tipp**: Beginnen Sie mit der höchsten Temperatur des Magnetrührers.

Während dieser Zeit wird der Messkolben mit 100,0 mL Deionat gefüllt und so $m_{mitWasser}$ und daraus die Dichte des Wassers ρ_{Wasser} bestimmt.

Der auf Raumtemperatur abgekühlte Rückstand wird nun mit Hilfe eines Trichters und mit Deionat wieder quantitativ in den Messkolben transferiert und dort mit Deionat auf 100,0 mL aufgefüllt. Der gefüllte und außen getrocknete Messkolben wird gewogen ($m_{mit\ Probe}$).

m_{Tara} = _____ $m_{mit\ Wasser}$ = _____ $m_{mit\ Probe}$ = _____

m_{Wasser} = _____ m_{Probe} = _____

8.5 Geben Sie Ihre Ergebnisse an.	
ρ_{Wasser} =	ρ_{Probe} =
ρ_{rel} =	Extrakt =

Weißweinanalyse 3 (WW3): Bestimmung der titrierbaren Säuren

Der Gehalt der sogenannten titrierbaren Säuren (Weinsäure, Apfelsäure, Zitronensäure etc.) wird durch Titration mit NaOH auf pH = 7 ermittelt und als Gehalt an Weinsäure (Dihydroxybutandisäure, $C_4H_6O_6$, M = 150,09 gmoL^{-1}) berechnet. Titriert wird mit ca. 0,1 M Lösung von NaOH (genaue Konzentration dem Fläschchen entnehmen), welcher der Indikator (Bromthymolblau) bereits beigemischt ist (sog. Blaulauge). Kohlensäure wird zuvor durch Erhitzen entfernt.

Arbeitsvorschrift:

In diesem Beispiel wird die Titration als Mikrotitration ausgeführt. Ihnen stehen zwei Spritzen (1mL) zur Verfügung.

Hinweis zur Handhabung der Spritzen: Beim ersten Aufsaugen von Flüssigkeit verbleibt meist eine kleine Luftblase in der Spritze. Diese kann durch wiederholtes, kurzes aber herzhaftes Ausstoßen der Flüssigkeit im Vorratsgefäß entfernt werden.

Pipettieren Sie mit einer Spritze 1,0 mL der Weißweinprobe in den 25mL Erlenmeyerkolben. Geben Sie ganz wenig Deionat dazu und stellen Sie den Kolben bis zum beginnenden Sieden auf die vorgeheizte Heizplatte. Nehmen Sie dann den Kolben von der Platte, lassen Sie ihn etwas abkühlen (evtl. nochmals Deionat dazugeben) und titrieren Sie dann aus der zweiten Spritze mit der Blaulauge auf den Farbton grün.

8.6 Geben Sie Ihr Titrationsvolumen und den Gehalt des Weines an Weinsäure in g/L an.	
V =	*Gehalt Weinsäure:*

8.7 *Bromthymolblau ist als Indikatorfarbstoff geeignet... (Kreuzen Sie richtige Aussagen an).*
□ weil der Umschlag besonders gut sichtbar ist (gelb – grün – blau)
□ weil er ungiftig ist und die Weinprobe dadurch nicht verdorben wird
□ weil der pK_a bei 7,1 liegt
□ weil der pK_a bei 9,3 liegt

Aufgabe 9 **4 Punkte**

Eine kleine Photometrie

In einem Schnappdeckelglas (beschriftet mit „E–Q“) liegt eine kleine Menge einer unbekannten Carbonylverbindung vor. Von dieser wird ein Derivat hergestellt und spektralphotometrisch untersucht.

a) Derivatisierung:

Geben Sie einen Teil des DNPH-Reagenzes in das Schnappdeckelglas („E–Q“). Filtrieren Sie das Produkt (kleiner Trichter) und waschen Sie den Niederschlag mit EtOH. Lassen Sie das Produkt 3 min trocknen, transferieren Sie es in ein kleines Schnappdeckelglas und lösen Sie es in Aceton. Bedenken Sie, dass die Lösung **stark verdünnt** und **nur leicht gefärbt** sein soll. Bei Bedarf kann die Lösung mit Aceton verdünnt werden.

Beim Photometerplatz: Geben Sie die Lösung in eine Glasküvette, transferieren Sie dabei nur den klaren Überstand.

b) Spektroskopische Untersuchungen:

Ermitteln Sie durch Messungen das Absorptionsmaximum im sichtbaren Bereich und zeichnen Sie ein Absorptionsspektrum von 380 bis 500 nm. Machen Sie zumindest 10 Messungen und tragen Sie diese in die Wertetabelle ein. Besonders genaue Werte im Bereich von λ_{max} erhalten Sie, wenn die Extinktion 1,5 nicht übersteigt. Sollten Sie länger als 15 min beim Photometer sein, kann die Laboraufsicht Sie vom Photometerplatz verweisen.

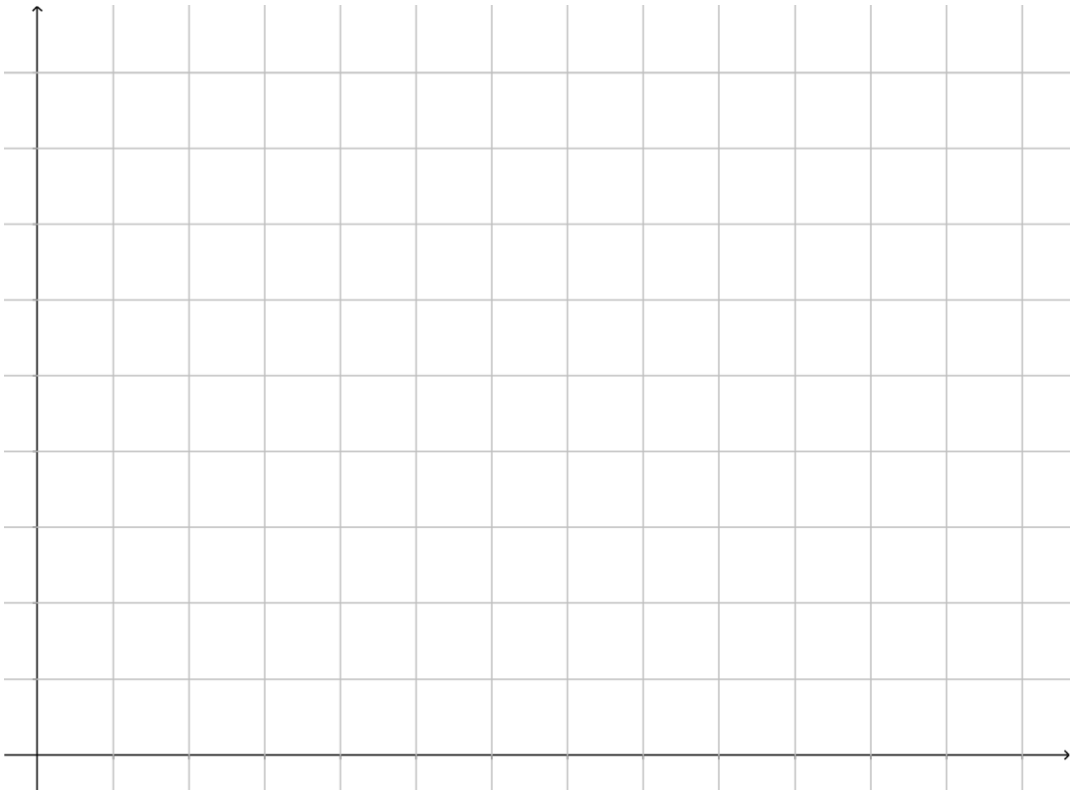
9.1 Geben Sie das Absorptionsmaximum λ_{max} und die korrespondierende Extinktion Ihres Hydrazons an und tragen Sie zumindest 10 Wertepaarte in die Wertetabelle ein.

Photometerplatz: _____ (A, B oder C)

λ_{max}:_____ (zugehörige Extinktion:_____)

A (auf 2 Kommastellen)	λ

9.2 Zeichnen Sie das Absorptionsspektrum und beschriften Sie Abszisse und Ordinate.

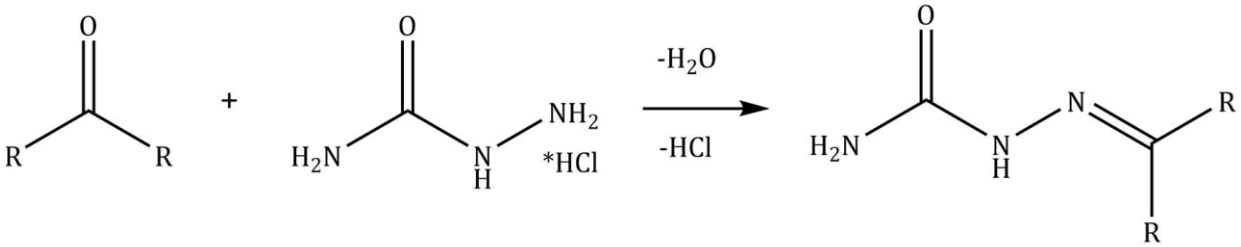


Aufgabe 10 **15 Punkte**

Synthese: Derivatisierung von Carbonylverbindungen als Semicarbazone

Hintergrund:

Vor dem Einsatz eleganter, instrumentalanalytisch-unterstützter Isolationsverfahren und hochmoderner spektroskopischer Methoden zur Strukturaufklärung spielten Derivatisierungsreaktionen für die Identifikation von Stoffen eine große Rolle. So hatten etwa Semicarbazone eine besondere Bedeutung bei der Isolierung und Charakterisierung von komplexen Aldehyden und Ketonen der Terpenreihe. Diese Derivate kristallisieren sehr gut und besitzen in der Regel scharfe Schmelzpunkte.



		CH_5N_3O*HCl
M		111,53 g/mol
m	0,2 g	0,5 g
n		4,483 mmol

Synthese des Rohproduktes:

1g Natriumacetat („NaAc“) werden in 3 mL Wasser aufgelöst. In einem 50 mL Erlenmeyerkolben liegen 0,5 g Semicarbazid-Hydrochlorid vor. In diesen wird die Natriumacetat-Lösung gegeben und unter Rühren aufgelöst. 0,2 g der unbekannten Carbonylverbindung („E-Sy“) werden in 2-3 mL Ethanol gelöst und unter kräftigem Rühren tropfenweise der Semicarbazid-Lösung zugesetzt. Nach vollständiger Zugabe des Reagenzes wird die Reaktion 15-30 min im 70°C warmen Wasserbad (siehe Abbildung auf der vorhergehenden Seite) unter Rückflusskühlung weitergerührt.

Das Produkt wird für 10 min in ein Eis-Wasser-Bad gestellt. Abschließend wird das Produkt mit der gereinigten Glasfritte abgesaugt und mit ganz wenig ca. 20% (V/V) Ethanol (Herstellung mit Messzylinder) gewaschen und gut trocken gesaugt. Eine kleine Menge des Rohproduktes wird für die spätere DC-Analytik in ein leeres Eppi transferiert.

Geben Sie ihr Rohprodukt der Laboraufsicht, die es für Sie in den Trockenschrank (100°C) stellt. Verlangen Sei nach 10 min Ihr Rohprodukt zurück. Verwenden Sie dafür das tarierte Uhrglas (Masse angegeben).

10.1 Zeigen Sie das Rohprodukt und dessen Masse im Wägeraum der Laboraufsicht zur Bestätigung.	
Masse Tara: _____	Masse Tara + Rohprodukt: _____
Masse Rohprodukt: _____	

Aufarbeitung und Reinigung:

Das Rohprodukt wird aus Ethanol („EtOH“) umkristallisiert. Dafür wird der 50 mL Erlenmeyerkolben verwendet. Nach der Kristallisation wird das feste Produkt anschließend mit der gereinigten Glasfritte abgesaugt.

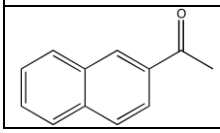
Geben Sie ihr Produkt der Laboraufsicht, die es für Sie in den Trockenschrank (100°C) stellt. Verlangen Sei nach 25 min Ihr Produkt zurück. Verwenden Sie dafür das tarierte Uhrglas (Masse angegeben).

10.2 Zeigen Sie das Endprodukt und dessen Masse im Wägeraum der Laboraufsicht zur Bestätigung.
Masse Tara:_____ Masse Tara + Produkt: _____ Masse Produkt: _____

Auswertung und Reinheitskontrolle:

Bestimmen Sie die Ausbeute und den Schmelzpunkt. Der ermittelte Schmelzpunkt soll Ihnen Aufschluss geben, welche unbekannte Carbonylverbindung als Edukt verwendet wurde.

Schmelzpunkte verschiedener Carbazone

Semicarbazon mit….	Schmelzpunkt Semicarbazonprodukt
Aceton (Propanon)	189-190°C
Nonan-5-on	90°C
Benzencarbaldehyd	231°C
Acetophenon (1-Phenylethanon)	208-210°C
	223°C

10.3 Berechnen Sie Ihre Ausbeute in g und % der Theorie.

10.4 Geben Sie den Schmelzpunkt Ihres Produkts an und wählen Sie Ihre unbekannte Carbonylverbindung aus. Zeigen Sie die Bestimmung des Schmelzpunktes direkt auf der Kofler-Heizbank der Laborsaufsicht.
Schmelzpunkt: _____ unbekannte Carbonylverbindung: _____

Analytik

Während der Trocknungszeit kann eine DC-Analyse durchgeführt werden. Das Edukt (im Eppi „DC"), das Rohprodukt und das gereinigte Produkt werden jeweils in den Eppendorf-Reaktionsgefäßen mit Ethylethanoat gelöst. Es wird in üblicher Weise eine DC-Platte bereitet und entwickelt. Als Laufmittel wird Ethylethanoat verwendet. Geben Sie die entwickelte und in bekannter Weise ausgewertete DC der Laboraufsicht ab, beschriften Sie dazu die DC-Platte am oberen, rechten Rand mit Ihrer Platznummer. Sollte die DC nicht in der gewünschten Form gelingen, kann (ohne Punkteabzug) eine (!) weitere DC-Platte von der Laboraufsicht angefordert werden.

10.5 Geben Sie folgende R_f-Werte an:

R_f-Wert des Edukts:	R_f-Wert des Produkts:	R_f-Wert des RP:

10.6 Wählen Sie die korrekte(n) Aussage(n).

*Das **Edukt E** hat einen □ niedrigeren □ höheren Rf-Wert als das **Produkt P** , da …*

□ **E** stärkere intermolekulare Wasserstoffbrückenbindung mit dem Kieselgel bildet.
□ **E** intramolekulare Wasserstoffbrückenbindungen bildet.
□ **P** stärkere intermolekulare Wasserstoffbrückenbindung mit dem Kieselgel bildet.
□ **P** eine größere Molare Masse besitzt.
□ **P** apolarer ist.
□ **E** apolarer ist.
□ Kieselgel auch polar ist.
□ Kieselgel stärkere Wechselwirkungen mit **P** ausbildet.