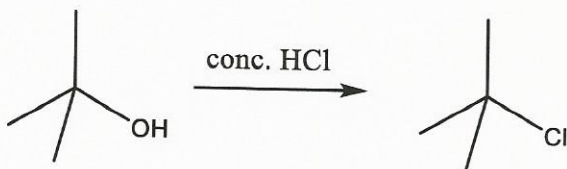


Station: Synthese



Synthese von t-Butylchlorid



Berechnen Sie die erforderlichen Einsatzmengen, um eine Ausbeute von 32,40 g t-Butylchlorid (bei einer Literaturlausbeute von 70%) zu erreichen.

Durchführung:

t-Butylalkohol wird mit der stöchiometrisch dreifachen Menge an $\text{HCl}_{\text{konz.}}$ (200%iger Überschuss) in einem Scheidetrichter platziert. Achtung: Gasausdehnung! Das Reaktionsgemisch wird für 20 Minuten von Zeit zu Zeit geschüttelt. Nach jedem Schütteln muss ein Druckausgleich erfolgen! Nun lässt man einige Minuten ruhig stehen, bis sich eine scharfe Phasengrenze gebildet hat. Die untere saure Phase wird verworfen. Das gebildete Chlorid wird mit 20 mL 5%iger NaHCO_3 -Lösung und anschließend mit 20 mL H_2O gewaschen, in einem Erlenmeyerkolben überführt und mit 5 g CaCl_2 getrocknet. Das getrocknete Rohprodukt wird in einen Destillationskolben filtriert und anschließend destilliert. Die Fraktion zwischen 47 und 52 °C wird gesammelt.

Ergebnisse:

- Ausbeute von t-Butylchlorid in g und in %
- n_D^{20} t-Butylchlorid

Molare Massen:

$M(\text{t-Butylalkohol}) = 74,12 \text{ g/mol}$

$M(\text{HCl}) = 36,46 \text{ g/mol}$

$M(\text{t-Butylchlorid}) = 92,57 \text{ g/mol}$

Erstellen Sie ein nachvollziehbares Protokoll (GLP)!

Station: Spektroskopie



Die Analysprobe (Kristallviolett-Lösung) wird in einem Probengefäß bereitgestellt.

In Aufgabe A) soll ein UV/VIS Spektrum der Probe aufgenommen und die Wellenlänge des Extinktionsmaximums bestimmt werden. In Aufgabe B) wird die Probe quantifiziert.

Formel:

Lambert-Beer'sches Gesetz: $E = \varepsilon * c * d$

- E ... Extinktion bzw. Absorbanz
- ε ... molarer Extinktionskoeffizient
- c ... Konzentration
- d ... Schichtdicke

A) Aufnahme eines UV/VIS Spektrums

Für die Aufnahme des UV/VIS Spektrums wird zuerst eine wässrige Kristallviolett-Stammlösung mit einer Konzentration von 100 mg/L hergestellt (Wägefehler soll $< 0,20 \% >$ sein). Die Stammlösung soll zur Aufnahme eines brauchbaren UV/VIS Spektrums auf 5 mg/L verdünnt werden. Das UV/VIS Spektrum soll in einem Wellenlängenbereich von 350 bis 800 nm aufgenommen werden. Zur Aufnahme sollen die bereitgestellten 1 cm Küvetten verwendet werden. Exportieren Sie das Spektrum mittels USB zu Microsoft Excel.

Ergebnisse der Aufgabe A):

- Das UV/VIS Spektrum soll in einem beschrifteten Excelgraphen dargestellt werden.
- Identifizieren Sie die Wellenlänge des Extinktionsmaximums.

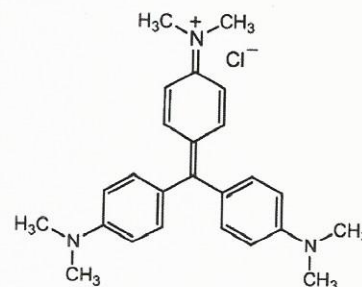
B) Quantifizierung der Probe

Im ersten Schritt soll die Extinktion der 5 mg/L Kristallviolett-Lösung bei der in Aufgabe A) bestimmten Wellenlänge des Extinktionsmaximums gemessen werden. Verwenden Sie diesen Extinktionswert, um die Konzentrationen für eine externe Kalibrierung (mit obiger 100 mg/L Stammlösung) in einem Extinktionsbereich von 0,30 bis 0,90 zu berechnen. (Die Kenntnis des molaren Extinktionskoeffizient ist dazu nicht nötig.) Die Kalibriergerade soll 6 Kalibrationslevel enthalten. Quantifizieren Sie die Probe in Microsoft Excel.

Ergebnisse der Aufgabe B):

- Grafik und Parameter der Kalibriergeraden
- Konzentration der Probe in mg/L

Erstellen Sie ein nachvollziehbares Protokoll (GLP)!



Chemische Struktur von Kristallviolett

Station: Titration



Die Konzentration einer Phosphorsäure soll bestimmt werden. Die Probe wird in einem 250 mL Erlenmeyerkolben ausgegeben.

A) Herstellung der Maßlösung

Eine NaOH Maßlösung mit einer Konzentration von 0,1 mol/L soll mittels NaOH-Plätzchen hergestellt werden. Die Titerstellung erfolgt mit der bereitgestellten Oxalsäurelösung (exakt 0,05 M).

B) Potentiometrische Titration

Die Konzentration der Phosphorsäure soll potentiometrisch erfolgen. Berechnen Sie dazu zuerst das Probenvolumen für einen Verbrauch von ca. 20 mL Maßlösung (2. Äquivalenzpunkt), wenn die Probe ca. 10g H_3PO_4 pro Liter enthält ($M(\text{H}_3\text{PO}_4)=98,00 \text{ g/mol}$).

Kalibrieren Sie das pH-Meter. Die Bestimmung soll zweifach erfolgen. Die Datenauswertung erfolgt am Computer mittels Microsoft Excel oder mit Millimeterpapier. Werten Sie beide Äquivalenzpunkte aus.

C) Klassische visuelle Titration

Berechnen Sie die Probeneinsatzmengen für einen Verbrauch von ca. 20 mL Maßlösung für den ersten bzw. für den zweiten Äquivalenzpunkt. Bestimmen Sie die Konzentration der Phosphorsäure sowohl durch Titration bis zum ersten Äquivalenzpunkt als auch mit der Titration bis zum zweiten Äquivalenzpunkt. Verwenden Sie für die beiden Äquivalenzpunkte jeweils den geeigneten Indikator. Die Bestimmung soll jeweils zweifach erfolgen.

Ergebnis:

- Alle Analysenergebnisse von $c(\text{H}_3\text{PO}_4)$ in mmol/L sollen in einer Tabelle zusammengefasst werden.

Erstellen Sie ein nachvollziehbares Protokoll (GLP)!