

## 1-1 Standardoperationen: Umkristallisieren und Dünnschichtchromatographie

### Arbeitssicherheit:

Sie sind bei der Sicherheitsunterweisung dazu verpflichtet worden die Anweisung der Allgemeinen Betriebsanweisung einzuhalten. Nachfolgend ist noch einmal der Link angegeben, unter dem diese Betriebsanweisung erhältlich ist:

[http://www.bcp.fu-berlin.de/chemie/chemie/studium/ocpraktikum/\\_Unterlagen\\_Sicherheit/sikskpt.pdf](http://www.bcp.fu-berlin.de/chemie/chemie/studium/ocpraktikum/_Unterlagen_Sicherheit/sikskpt.pdf)

Bitte halten Sie sich an die dort gemachten Angaben und fragen Sie nach, wenn Ihnen etwas nicht verständlich ist!

### Arbeitstechniken und Methoden:

Dünnschichtchromatographie, Umkristallisation.

### Chemikalien:

Feststoffgemisch unbekannter Zusammensetzung (3 g), Aceton, Toluol, verschiedene Lösungsmittel, DC-Karte Kieselgel mit Indikator

### Warnhinweise:

Das *Feststoffgemisch* ist gesundheitsschädlich. Die Hauptkomponente ist leicht durch die Haut resorbierbar. Durch die Färbung besteht aber eine gute Warnwirkung: Wenn die Substanz in die Haut eingedrungen ist, wird Ihre Haut an der Stelle schön gelb sein und das wird sich nicht abwaschen lassen. Sie werden das furchtbar finden. Aber von so einer kleinen gelben Stelle nimmt Ihre Gesundheit nicht gleich Schaden und es ist ein guter Hinweis, dass das mit dem hygienischen Arbeiten noch nicht so richtig geklappt hat. Für das hygienische Arbeiten ist nicht unbedingt das ständige Tragen von Handschuhen ausschlaggebend, sondern viel mehr die richtige Arbeitstechnik: Wenn Sie zum Beispiel mit einem müllschaufelbreiten Spatel Proben in klitzekleine Reagenzglaschen füllen wollen, werden Sie massenhaft Substanz verschütten<sup>1</sup>. Das Tragen von Handschuhen ist wichtig, wenn Sie kontaminierte Geräte (z.B. Büchnertrichter) transportieren bzw. reinigen wollen. Einen kontaminierten Filter fassen Sie am besten mit der Tiegelszange und überhaupt nicht mit den Händen.

b) *Sonstige Lösungsmittel*: Es ist das erste Mal, dass Sie in diesem Praktikum mit organischen Lösungsmitteln hantieren. Auch alle anderen in diesem Versuch verwendeten Lösungsmittel sind leicht entzündlich. Schauen Sie auf das Flaschenetikett! Aceton ist früher als Nagellackentferner verwendet worden, wird aber wegen der stark hautentfettenden Wirkung und der bei dauernder Anwendung deshalb versprödhenden Haut nicht mehr dafür eingesetzt.

### Wozu dieser Versuch gut ist:

Die Umkristallisation ist grundsätzlich der finale Reinigungsschritt zur Reindarstellung eines Feststoffes. In aller Regel erhält man nur durch eine Umkristallisation feste Stoffe in kristalliner Form. Sie üben hier, diese Operation mit möglichst hoher Ausbeute – und möglichst hoher Reinheit des Produkts durchzuführen. Es kann gut sein, dass sich bei den Vorproben mehrere Lösemittel als geeignet erweisen. Nur aus einem Lösemittel wird aber eine einheitliche Substanz ausfallen. Das soll

<sup>1</sup> Wenn Sie nur müllschaufelbreite Spatel in Ihrer Grundausrüstung vorgefunden haben, tauschen Sie einen der Spatel um. Im Assistentenraum gibt es einen Fundus an Spateln.

Ihnen zeigen, dass ein „sich-Mühe-geben“ insbesondere bei der Aufarbeitung von Reaktionsansätzen keineswegs automatisch von Erfolg gekrönt ist. Wenn Sie das falsche Lösemittel erwischt haben, ist das kein Grund für einen Notenabschlag. Ganz im Gegenteil wäre es ein sehr wissenschaftliches Vorgehen, wenn Sie sich gruppenweise zusammenschließen und ihre mit verschiedenen Lösemitteln erhaltenen Ergebnisse austauschen (und im Protokoll gegenüberstellen). Stimmen Sie Ihre Pläne am besten im Vorfeld mit dem zuständigen Saalassistenten ab.

### Weitere Hinweise:

In diesem Versuch verwenden Sie zum ersten Mal einen Dimroth-Kühler. Schauen Sie sich den Kühler bei Betrieb **genau** an! Man kann es **sehen**, an welcher Stelle der Lösemitteldampf kondensiert! Passiert das ziemlich weit oben, ist der Kühler stark belastet und der Dampf droht durchzubrechen<sup>2</sup>. Findet die Kondensation hingegen schon gleich bei Eintritt in den Kühler statt, sind Sie so sehr auf der sicheren Seite, dass Sie daran denken können, den Kühlwasserstrom zu reduzieren. Die Berliner Wasserpreise sind die teuersten in Deutschland. Für eingesparte Ressourcen können wir z.B. für das Praktikum neue Geräte beschaffen. Übertreiben Sie die Wasserknauigkeit aber nicht. Bedenken Sie, dass die (alten) Wasserhähne des Instituts noch Gummidichtungen haben, die bei geöffnetem Hahn aufquellen. Der zunächst flotte Wasserstrom kann deshalb nach kurzer Zeit stark nachlassen, weshalb Sie die ersten 15 Minuten den Wasserstrom unbedingt kontrollieren und erforderlichenfalls nachregeln müssen.

### Ausführung:

#### Vorprobe:

Bestimmen Sie den Schmelzpunkt, bzw. Schmelzbereich des Feststoffgemisches! (*Das Schmelzen beginnt, sobald feuchte Stellen an der Glaswand zu erkennen sind! Es endet, wenn der Stoff vollständig aufgeschmolzen ist. Achten Sie bei dem Substanzgemisch darauf, ob nicht schmelzende Bestandteile in der Schmelze verbleiben!*)

#### Bestimmung der Komponentenzahl durch Dünnschichtchromatographie:

Versuchen Sie, eine kleine Probe des Substanzgemisches in einem kleinen Reagenzglas in Toluol zu lösen. Löst sich der Stoff vollständig? Markieren Sie auf einer zurechtgeschnittenen (ca. 2 x 7 cm) Mikrodünnschichtkarte<sup>3</sup> (*Kieselgel mit Indikator auf Aluminium*) einen knappen Zentimeter vom unteren Rand entfernt mit einem weichen Bleistift eine Startlinie! Tragen Sie mit einer feinen Glaskapillare die klare Lösung in die Mitte Ihrer Startlinie auf!<sup>4</sup> Achten Sie darauf, dass Sie einen ganz kleinen Substanzfleck erhalten (*warum?*)! Lassen Sie gründlich abblühen (!) (*warum?*) und kontrollieren Sie unter der UV-Lampe, ob Sie eine deutliche Fluoreszenzlösung erkennen können!

<sup>2</sup> Jetzt bitte nicht gleich wieder Panik! **Bei diesem Versuch wird nichts durchbrechen.** Sie sollen aber lernen, routinemäßig den Kühler zu überwachen, ob er überlastet ist oder nicht. Und falls das einmal passieren sollte sollten Sie wissen, dass dann einfach nur entweder die Kühlleistung zu verstärken ist (Mehr Wasserdurchsatz oder wirksamerer Kühler) oder die Heizleistung verringert werden muss.

<sup>3</sup> DC-Karten adsorbieren insbesondere bei längerem Liegenlassen im Labor so viel Substanzen aus der Luft, dass die unter UV-Licht zu beobachtende Fluoreszenz alsbald mehr oder weniger gelöscht ist. Substanzflecken können dann kaum noch erkannt werden. Lagern Sie deshalb keine DC-Karten im Labor, sondern holen Sie sich diese frisch aus dem Assistentenraum!

<sup>4</sup> Achten Sie darauf, die ausstehenden, beidseitig offenen Kapillaren zu verwenden! Die Schmelzpunktkapillaren sind zu dick und da das eine Ende verschlossen ist, kann auch durch das andere offene Ende der Kapillare keine Flüssigkeit in der Kapillare aufsteigen.

(Andernfalls muss weitere Substanz aufgetragen werden.) Entwickeln Sie das Chromatogramm in einer DC-Kammer (Verwenden Sie dazu die Färbekammer Ihrer Grundausstattung!) Stellen Sie die Karte erst dann in die geschlossene Kammer, wenn diese mit Lösemitteldampf gesättigt ist<sup>5</sup>. Verwenden Sie als Laufmittel Hexan/Ethylacetat im Verhältnis 3:1. Markieren Sie sofort nach der Entnahme des fertig entwickelten Chromatogramms die Laufmittelfront mit dem Bleistift, lassen Sie gründlich abblühen und markieren Sie die beim Betrachten der Karte unter UV-Licht sichtbaren Fraktionen!

- **Die DC-Karte wird mit Tesa-Film ins Laborjournal geklebt!**  
**Das machen Sie bitte auch bei Ihren weiteren Versuchen genauso.**

#### Umkristallisation:

Prüfen Sie in kleinen Reagenzgläsern Toluol, Aceton und Wasser auf Ihre Eignung zur Umkristallisation des Substanzgemisches. Prüfen Sie dazu die Löslichkeit des Gemisches in der Kälte und in der Siedehitze.

*Erhitzen Sie mit einem Wasser- oder PEG-Bad und halten Sie das Reagenzglas mit einer Reagenzglasklammer, die Öffnung von Personen abgewandt. Organische Lösungsmittel neigen zum "Stoßen", wodurch bei einer offenen Flamme leicht Brände ausgelöst werden können.*

Achten Sie vor allem darauf, ob die in der Hitze gelöste Substanz in der Kälte (Eisbad) auch wieder ausfällt!

#### Hinweis:

Es gibt zwei Wege, um die Substanz rein darzustellen:

##### Einschrittverfahren

stellen Sie direkt mit der Ursubstanz eine heiß gesättigte Lösung her, die Sie aber wegen unlöslicher Rückstände heiß filtrieren müssen. Vorteil: Sie sind schneller fertig. Nachteile:

- Sie können nicht gut erkennen, wann alles aufgelöst ist – wann also eine gesättigte Lösung vorliegt.
- Sie müssen sich einen Heißfiltriertrichter zusammenbauen. Wenn der Trichter nicht heiß genug ist, oder wenn Ihnen aus anderen Gründen die Substanz schon im Filter ausfällt, haben Sie einen ziemlichen Schlamassel.

##### Zweischrittverfahren

Sie lösen erst mal in einer großzügigeren Menge Lösemittel und erhalten dadurch eine verdünnte Lösung, aus der Ihre Substanz nicht so leicht ausfällt und aus der Sie also in aller Ruhe vom Unlöslichen abfiltrieren können. Wenn Sie vom Filtrat jetzt das Lösemittel komplett am Rotationsverdampfer abziehen, haben Sie eine angenehmere Situation: Alle Komponenten sind löslich! Wenn Sie daraus jetzt eine in der Siedehitze gesättigte Lösung herstellen, wird diese keine unlöslichen Rückstände haben und Sie brauchen deshalb nicht mehr zu filtrieren, sondern können einfach auskühlen lassen. Nachteile:

- Es dauert ein bisschen länger
- Es erfordert mehr Materialeinsatz (Lösemittel)

<sup>5</sup> Lassen Sie dazu nach dem Einfüllen des Laufmittels kurz verschlossen stehen. Schütteln beschleunigt den Vorgang. Man kann die Wände der Kammer auch mit Fließpapier auskleiden, um die Dampfsättigung zu verbessern. Sie müssen dann aber darauf achten, dass das Papier fest an der Wand bleibt und nicht etwa auf die DC-Karte klatscht! Das ist bei der Färbekammer, die lauter „schiefe“ Wände hat, nicht ganz einfach. Es ist daher eher besser, das Filterpapier wegzulassen.

Entscheiden Sie selbst, was Sie machen wollen! Wenn nachfolgend das Einschrittverfahren beschrieben ist, liegt das an den dafür notwendigen Hinweisen und ist deshalb keineswegs als „Wink mit dem Zaunpfahl“ zu verstehen.

#### Durchführung des Einschrittverfahrens:

Führen Sie mit dem von Ihnen ausgewählten Lösungsmittel die Umkristallisation durch! Legen Sie dazu 3 g der Festsubstanz in einem Rundkolben (NS 29! warum nicht NS14?) vor! Geben Sie etwas Lösungsmittel und ein Magnetrührstäbchen hinzu, setzen Sie einen Rückflusskühler auf und erwärmen Sie unter möglichst kräftigem Rühren im PEG-Bad. Bei Umkristallisationen müssen Sie dabei darauf achten, dass der Kolben nur so tief in das Bad eintaucht, dass die Oberkante der Badflüssigkeit sich auf jeden Fall unterhalb des Flüssigkeitsspiegels im Kolben befindet! (warum?)<sup>6</sup> Wenn die Mischung im Kolben aufsieht, geben Sie durch den Kühler weiteres Lösungsmittel hinzu, bis Sie eine heiß gesättigte Lösung erhalten! Warten Sie insbesondere gegen Ende der erforderlichen Zugaben nach jedem Zufügen von Lösungsmittel geraume Zeit ab, da die Auflösung eines Stoffes in einer konzentrierten Lösung nur noch langsam erfolgt!<sup>7</sup> Achten Sie jedoch auf mögliche unlösliche Rückstände entsprechend dem Ergebnis Ihrer Vorproben! Vom Ungelöstem wird heiß<sup>8</sup> (Faltenfilter) in einen Rundkolben abfiltriert.

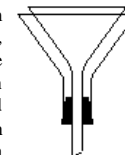
Der Kolben mit der heiß gesättigten Lösung wird **langsam** (warum ?) auf Raumtemperatur abgekühlt.

*Verschließen Sie nicht mit einem Stopfen, so lange die Schliffhülse des Kolbens noch heiß ist! Die Hülse zieht sich nämlich beim Erkalten etwas zusammen und klemmt dabei den Stopfen ein wie ein Schraubstock! Kondensierender Lösemitteldampf verursacht überdies im dicht verschlossenen Kolben ein Vakuum. Beides zusammen bewirkt, dass Sie den Stopfen nicht mehr gelöst kriegen – auch Ihr Assistent nicht!<sup>9</sup> Tipp: Sie können mit einem Stopfen verschließen, wenn Sie einen Streifen Papier zwischen die Schliffflächen legen. Der Kolben ist dann „so gut wie zu“, aber er kann sich nicht im Kolben verkeilen und es ist auch noch ein Druckausgleich mit der Umgebung möglich. Wenn Sie nach dem Abkühlen in den*

<sup>6</sup> Es gibt Praktikanten, die nach diesem Versuch bei **jedem** Beheizen eines Kolbens die Höhe der Badflüssigkeit unterhalb des inneren Flüssigkeitsstands halten wollen. **Das ist Unsinn!** Vielmehr ist das **nur bei der Umkristallisation** richtig. Bei Destillationen sollten Sie den Kolben ganz im Gegenteil so weit wie möglich in das Bad eintauchen. Geben Sie eine Erklärung!

<sup>7</sup> Ein routinierter Chemiker braucht zum Herstellen der gesättigten Lösung vielleicht eine halbe Stunde. Weil es das erste Mal für Sie ist, rechnen Sie mit der doppelten Zeit.

<sup>8</sup> Wenn Sie einfach die heiße Lösung in einen Filter geben, wird die gesättigte Mischung im Trichter so weit abkühlen, dass die Substanz schon im Trichter ausfällt, was eine Katastrophe ist, weil der Filter dadurch verstopft und deshalb noch mehr ausfällt und Ihre Substanz sich am Ende mehr oder weniger im Filter anstatt im Filtrat befindet. Bauen Sie sich einen eigenen Heißfiltriertrichter, indem Sie einen kleinen Glastrichter in einen Feststofftrichter stecken und beide Teile wie in der Abbildung ersichtlich **von unten** mit einem durchbohrtem Stopfen verbinden. Wenden Sie keine Gewalt an, um den Stopfen auf den Auslaufstutzen des kleinen Glastrichters zu bekommen!



Machen Sie das Auslaufrohr des Glastrichters mit ausstehendem Glycerin gleitfähig! Geben Sie heißes Wasser in den Zwischenraum. Beim ersten Mal erkaltet das Wasser dort ziemlich rasch, weil die beiden Trichter die Wärme erst aufnehmen müssen. Erneuern Sie deshalb nach kurzem Abwarten das heiße Wasser ein bis zwei Mal. Achten Sie darauf, dass kein Wasser auf die innere Trichteroberfläche gelangt. (Falls doch: Trocken wischen) Das weitere sollte zügig erfolgen: Faltenfilter einlegen und dann nichts wie rein mit Ihrer Lösung! Wenn Sie fertig sind, sollten das Konstrukt **unbedingt alsbald wieder zerlegt werden**, weil der Stopfen mit dem Glas rasch so verklebt, dass Sie die Teile nicht mehr auseinander bekommen!

<sup>9</sup> Sie müssen lernen, selbst auf solche Gefahren aufzupassen. Dieser Hinweis wird Ihnen deshalb nur hier – und nicht auch immer wieder bei späteren Versuchsvorschriften gegeben.

**Kühlschrank einstellen wollen, müssen Sie den Papierstreifen vorher entfernen und mit einer Gabelklemme sichern!**

Je nach verwendetem Lösungsmittel wird die Kristallisation durch Einstellen ins Kühlfach oder Tiefkühlfach vervollständigt. Der erhaltene Niederschlag wird abgesaugt.

*(Verwenden Sie eine entsprechend vorgekühlte Nutsche! Feuchten Sie das Filterpapier vorher mit Lösungsmittel an! Waschen Sie mit wenig vorgekühltem Lösungsmittel nach! Zum Auftragen des Lösemittels wird das Saugen unterbrochen (Warum?) Heben Sie die vereinigten Filtrate bis zur Ausbeutestimmung auf!)*

Der erhaltene Feststoff wird über Nacht im evakuierten Exsikkator getrocknet. Bestimmen Sie die erhaltene Menge des Produkts und dessen Schmelzpunkt!

Falls die erhaltene Menge unbefriedigend ist: Ziehen Sie das Lösungsmittel der Mutterlauge am Rotationsverdampfer ab und kristallisieren Sie den Rückstand erneut um!

Bestimmen Sie auch für diese Fraktion Menge und Schmelzpunkt.<sup>10</sup>

Kontrollieren Sie die erhaltenen Fraktionen dünnschichtchromatographisch auf Einheitlichkeit (*DC-Karten als Beleg ins Laborjournal kleben!*)! Sind sie einheitlich und haben beide Fraktionen den gleichen Schmelzpunkt, so werden sie vereinigt. Auch wenn Sie nur eine Fraktion erhalten haben, müssen Sie ein DC anfertigen, denn nur so erhalten Sie einen eindeutigen Beleg, ob Ihre Tätigkeit erfolgreich war oder nicht<sup>11</sup>. Auch diese DC-Karte wird ins Laborjournal geklebt.

**Starthilfe für den Umgang mit dem Exsikkator:**

Es kann sein, dass der Exsikkator, den Sie bei der Platzübernahme vorgefunden haben, in keinem guten Zustand ist.

- Es ist normal, dass die Planschliffflächen gut gefettet sein müssen. Ist hingegen „alles“ fettig, oder hat die Schmiere auch noch eine gelbe Farbe, sollten Sie den Exsikkator vor dem Erstgebrauch mit Wasser und Seife auswaschen. Das Wasser darf gern handwarm sein, **niemals aber heiß**: Das Glas hält keine Temperaturänderungen aus und bricht!
- Prüfen Sie das Hahnküken im Deckel! Es muss sich gleichmäßig leicht bewegen lassen und darf beim Drehen nicht klemmen oder „rupfen“. Ist das doch der Fall, melden Sie sich bei der Praktikumsleitung! **Wenn Sie sich nicht melden, wird Ihr Küken nicht mehr aufgehen, wenn Sie den Exsikkator evakuiert haben.**
- Das Hahnküken sollte innen mit einer Glasscheibe, ersatzweise (und fast besser) mit einem Stückchen Pappe gesichert sein. Das Küken kann dann nicht herausfallen und die beim Belüften einströmende Luft wird weich zur Seite abgelenkt und verbläst nicht ihr kostbares Produkt. Gucken Sie sich bei Ihren Nachbarn an, wie das aussehen muss.

<sup>10</sup> Ein gutes Resultat haben Sie erzielt, wenn Sie etwa 80 % der eingesetzten Substanz zurückgewinnen können. Da dies Ihre erste Umkristallisation ist, ist Ihre Erfolgsquote wahrscheinlich geringer.

<sup>11</sup> Es ist nicht so, dass Sie auf jeden Fall eine reine Substanz erhalten - nur weil Sie sich bei dem Versuch ganz besonders viel Mühe gegeben haben. Die Auswahl der gegebenen Lösemittel ist ganz im Gegenteil tückisch: Aus einem der drei können wunderschöne Kristalle ausfallen - nur leider zeigt das DC, dass die Substanz die Verunreinigung nicht losgeworden ist. Normalerweise ist Chemie ergebnisorientiert und Sie müssten jetzt so lange herumprobieren, bis Sie es geschafft haben, die Substanz rein darzustellen. Im Rahmen des Praktikums macht es aber keinen Sinn, wenn Sie sich jetzt an diesem Problem festbeißen, weshalb es ausreicht, wenn Sie sich bei Ihren Nachbarn umschauen und zusehen, dass Sie jemanden finden, bei dem die Reindarstellung geglückt ist. Vergleichen Sie dann in Ihrem Protokoll einfach die Resultate und geben Sie entsprechende Erklärungen. Merke: Zu einem Substrat irgendein Reagenz hineintropfen lassen ist keine Kunst - das kann jeder. Die Kunst besteht darin, aus einem Gemisch das herauszuextrahieren und rein darzustellen, was man haben will.

- Wenn Sie neu fetten müssen, nehmen Sie für die großen Planschliffflächen den großen Topf mit „Exsikkatorfett“ und für das Hahnküken das normale Schliff fett.
- Erneuern Sie Trockenmittel, wenn es aufgetrieben oder vergilbt ist oder wenn es in anderen Farben schillert. Machen Sie nicht die gesamte Kristallisierschale voll! Das bringt gar nichts! Füllen Sie etwa 2 cm hoch mit Calciumchlorid! Erneuern Sie das Trockenmittel lieber ein Mal in Ihrer Praktikumszeit.
- Verwenden Sie für das Trockenmittel immer eine Kristallisierschale! Wenn Sie es direkt in den Exsikkator schütten, ist ein rascher Wechsel des Trockenmittels nicht mehr möglich.
- Verwenden Sie kein Phosphorpentoxid als Trockenmittel. Das entzieht der Gasphase in aktivem Zustand zwar letzte Wasserspuren, hat aber eine lausige Kapazität und ist schnell erschöpft. An Calciumchlorid haben Sie wegen dessen hoher Kapazität hingegen länger Freude.

Dort, wo Sie dieses Skript heruntergeladen haben, finden Sie weitere Hilfen zum Umgang mit dem Exsikkator.

**Seelsorgerische Hinweise, wenn die Substanz „weg“ ist:**

- Wenn Sie einen Feststoff gelöst haben und es fällt beim Abkühlen nichts mehr aus, ist das kein Grund zur Panik! Der Stoff ist dann nicht weg und Sie müssen nicht noch mal von vorn anfangen, sondern der Stoff ist immer noch in der Lösung! Sie sehen ihn halt nur nicht! Wenn Sie's nicht glauben, ziehen Sie das Lösemittel eben am Rotationsverdampfer wieder ab.
- **Wenn Sie aber das Lösemittel am Rotationsverdampfer wieder abgezogen haben, dann haben Sie zwar wieder Ihre Substanz - aber Sie haben noch nicht umkristallisiert!** Sie haben dann einen amorphen Schlutz im Kolben und also mit Sicherheit keine Kristalle und insbesondere keine akzeptable reine Substanz! Nur aus einer ‚richtigen‘ Umkristallisation resultiert ein Reinigungseffekt. Umkristallisieren heißt, dass eine Substanz aus einer gesättigten Lösung beim Abkühlen ausfällt. Sie müssen genau das also noch einmal versuchen - vielleicht mit einem anderen Lösemittel. Es ist nicht ungewöhnlich, wenn das Umkristallisieren nicht auf Anhieb klappt.

**Fragen vor Ausführung des Versuchs:**

**1.** Welche physikalische Stoffeigenschaft ist die wesentliche Ursache für die chromatografische Auftrennung eines Substanzgemisches auf einer Kieselgelplatte? Wie weit sollte ein Substanzgemisch laufen, damit der Trenneffekt optimal ist? Ist der Schluss zulässig, dass eine Substanz einheitlich ist, die im entwickelten Chromatogramm nur einen einzigen Substanzfleck am Startpunkt oder an der Laufmittelfront zeigt? (Antwort begründen!) Wie ist das Laufmittel zu ändern, um eine Substanz "höher" laufen zu lassen?

**2.** Erläutern Sie das Prinzip des Nachweises dünnschichtchromatographischer Substanzflecken durch Bestrahlen mit UV-Licht! Welche chemische Struktureigenschaft müssen Substanzen haben, wenn sie durch diese Technik erkannt werden können? (Welche Substanzen können Sie auf der DC-Karte also nicht durch Bestrahlen mit UV-Licht sichtbar machen?) Nennen Sie weitere Methoden zum Sichtbarmachen der Flecken!

**3.** Welche Eigenschaften muss ein Lösungsmittel für die Umkristallisation eines Stoffes haben? Argumentieren Sie mit Begriffen wie löslich/unlöslich in der Hitze/Kälte jeweils bezüglich Hauptprodukt und Verunreinigungen!

**Aufgaben nach Ausführung des Versuchs:****Vorbemerkungen:**

- Auch die Fragen vor Ausführung sind – auch bei den anderen Versuchen - immer auch im Protokoll zu beantworten.
- Für Versuchsbeschreibungen sollten Sie das Imperfekt verwenden! Allgemein gültige Fakten stehen hingegen im Präsens.<sup>12</sup>
- Setzen Sie Ihre gewonnenen Erkenntnisse in eigene Formulierungen um. Damit Sie nicht in Versuchung kommen: Einschlägige Texte, z.B. den Wikipedia-Artikel zur Dünnschicht-chromatographie können die Assistenten rückwärts auswendig aufsagen.
- Versuchen sie, möglichst viel Information in möglichst wenig Text zu stecken<sup>13</sup>. Gebrauchen Sie trotzdem grammatikalisch vollständige und zusammenhängende Sätze! Nutzen Sie – gerade bei diesem Versuch – die Möglichkeit, durch den Gebrauch von Tabellen für Ihre Ergebnisse Übersicht zu schaffen.
- Die Textbausteine der bereitgestellten WORD-Dokumentvorlage sind hier unbrauchbar, weil Sie keine chemische Reaktion gemacht haben. Chemikalien sind mit Ihrem Namen und nicht mit ihrer Formel zu benennen.
- Statt die Versuchsdurchführung separat zu beschreiben und die Fragen der Reihe nach zu beantworten, können Sie die Sachverhalte gern auch im Zusammenhang behandeln, indem Sie zunächst den theoretischen Hintergrund beschreiben und dann Ihre konkreten Handlungen und Versuchsergebnisse schildern. Achten Sie darauf, alle Fragen und Aufgaben zu bearbeiten
- Das Protokoll ist so abzufassen, dass es für jeden Außenstehenden verständlich ist. Das ist es nicht, wenn Sie beim ersten Satz gleich mit der Tür ins Haus fallen („Das Substanzgemisch wurde aus Aceton umkristallisiert.“). Das gilt auch für die Beantwortung der Fragen: Eine Antwort ist nur dann nachvollziehbar, wenn klar ist, was überhaupt gefragt war. Wenn Sie gemäß dem vorhergehenden Absatz eine zusammenhängende Beschreibung geben, eignet sich eine ca. 5-zeilige Einführung, in der steht, worum es bei diesem Versuch geht.

Weitere Hinweise zum Anfertigen der Protokolle erhalten Sie hier:

<http://bcp.fu-berlin.de/chemie/chemie/studium/ocpraktikum/protokolle/>

<sup>12</sup> Die richtige Zeitwahl kann vertrackt sein. Sie können zum Beispiel entweder *protokollarisch* schreiben. „Für die Substanz A **wurde** ein Schmelzpunkt von 43 °C ermittelt.“ Oder *als Fakt* „Die Substanz A **besitzt** einen Schmelzpunkt von 43 °C. Bevorzugen Sie das Passiv gegenüber der unbestimmten „man“-Form. (Also nicht: „Man gab 50 ml Lösemittel in den Kolben“) Auch „wir“ und „unser“ ist falsch. Also nicht: „**Wir** haben **unsere** Substanz mit Cyclohexan umkristallisiert.“

<sup>13</sup> Es ist nicht so, dass die Assistenten „zu faul“ wären, unnötig viel Text zu lesen. Es geht vielmehr darum, dass Sie eine präzise Sprache gebrauchen sollen. Wenn Sie Wissenschaftler(in) geworden sind und herumschwadronieren, ist Ihre Reputation ganz schnell im Eimer!

**4.** Protokollieren Sie kurz die Versuchsdurchführung!

Hierzu gehören u.a.: Angabe des Laufmittels für das DC, Auswertung des DC's, Ergebnisse der Vorproben zur Umkristallisation, Durchführung der Umkristallisation mit Angabe von Art und ungefähre Menge des Lösungsmittels, Ausbeute und Ergebnis der Reinheitskontrollen, ferner alle notwendigen Angaben, um die Durchführung für den Leser nachvollziehbar zu machen.<sup>14</sup>

**5.** Nehmen Sie ein IR-Spektrum des gereinigten Feststoffes auf! Versuchen Sie Schlussfolgerungen über die strukturelle Beschaffenheit des Stoffes zu ziehen!<sup>15</sup> Wenn Sie das Bedürfnis haben, sich ‚mal ganz in Ruhe‘ mit dem IR-Spektrometer auseinandersetzen zu wollen, können Sie das nach Absprache gern auch außerhalb der Öffnungszeiten des Praktikums machen.

<sup>14</sup> Das hört sich alles furchtbar aufwändig an, kann aber in Wirklichkeit mit wenig Text realisiert werden.

<sup>15</sup> Es ist eine seriöse Interpretation des Spektrums gefragt. Es kann durchaus sein, dass Sie dabei zu Fehlschlüssen kommen. Es ist auf jeden Fall **nicht** verlangt, dass Sie herausbekommen, um welche Substanz es sich handelt. Umgekehrt ist es aber auch nicht sehr schwer, den Stoff zu ermitteln. Wenn Sie das herausbekommen, brauchen Sie damit nicht hinter dem Berg zu halten. Angabe oder Nichtangabe des Stoffes sind aber nicht notenrelevant, Phantastereien bei der Spektrinterpretation hingegen sehr wohl.