

# Skriptum für die Handversuche

## des OC-Lehramt-Fortgeschrittenenpraktikums



Stand: 17.10.2022

### 16: Keto-Enol-Tautomerie

**Literatur:** s.a. *Organikum*, 21. Aufl., S. 548.

**Arbeitsvorschrift:**

Es werden etwa 0.5 mL Acetessigester unter Schütteln in 5 mL Wasser gelöst und füge einige Tropfen  $\text{FeCl}_3$ -Lösung hinzu. Welche Farbveränderung beobachten Sie? Unter Eiskühlung wird Bromwasser rasch zugetropft, bis die Farbe verschwunden ist. Nach kurzer Zeit tritt die Färbung wieder auf. Die Zugabe von Bromwasser wird so oft wiederholt, bis die Farbe nicht mehr wiederkehrt. Denselben Versuch wird analog mit Acetylaceton ausgeführt! Formulieren Sie die Reaktionen und erklären Sie die Färbung.

### 17: Nylonfaden

In dem ersten Becherglas werden 1 mL Adipinsäuredichlorid (muss vorher destilliert werden) in 25 mL Chloroform gelöst. In dem zweiten Becherglas werden 2 g Natriumcarbonat und 1.1 g Hexamethyldiamin in 25 mL dest. Wasser gelöst. Die organische Phase wird nun vorsichtig mit der wässrigen überschichtet, so dass es zu keiner Vermischung kommt. An der Grenzfläche der beiden Lösungen bildet sich eine dünne Haut, die langsam mit einer Pinzette herausgezogen und auf einen Glasstab aufgerollt werden kann.

### 18: Fehlingsche Probe

Durch Vermischen gleicher Volumina (verwenden sie jeweils 3 mL) 7%iger Lösung von  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  in Wasser und 30%iger Lösung von Natriumkaliumtartrat in 3-4 N Natronlauge wird die „Fehlingsche Lösung“ zum Nachweis von Aldehyden erhalten. Einige mL dieses Reagenzes werden mit mehreren Tropfen Formaldehyd- oder Acetaldehyd-Lösung versetzt. Nach Erwärmen zum Sieden scheidet sich gelbes  $\text{CuOH}$  ab, das sich rasch in rotes, unlösliches  $\text{Cu}_2\text{O}$  verwandelt.

### 19: Aminolyse von p-Chlor-benzoylchlorid zum entsprechenden Benzamid

**Literatur:** *Organikum*, 19. Aufl., S. 429.

**Arbeitsvorschrift:**

Zu 5 mL konz. Ammoniak in einem Reagenzglas wird unter Schütteln und Eiskühlung 1 mL p-Chlor-benzoylchlorid getropft (*Was beobachten Sie?*). Das Benzamid (*Farbe?*) fällt aus und wird abgesaugt. Bestimmen Sie Ausbeute und Schmelzpunkt.

### 20: Darstellung von Indigo

**Literatur:** Gattermann-Wieland. *Die Praxis des organischen Chemikers*, 43. Aufl. Berlin **1982**, S. 652.

Lösen Sie in einem 100 mL Erlenmeyerkolben 2 g ortho-Nitrobenzaldehyd in 20 mL Aceton, geben Sie 10 mL dest. Wasser hinzu und schwenken Sie um. Fügen Sie anschließend mit einer Pipette 8 mL 1 M Natronlauge zu und rühren Sie mit einem Glasstab gut um. Nach etwa 5 min fällt der Indigo in feinen Kristallen aus. Beachten Sie die Erwärmung der Lösung und die Farbveränderung. Es wird abgesaugt und wäscht nacheinander mit Wasser, Ethanol und Diethylether.

Bestimmen Sie Ausbeute und Schmelzpunkt.

# Skriptum für die Handversuche

## des OC-Lehramt-Fortgeschrittenenpraktikums



Stand: 17.10.2022

### 21: Küpfen färben mit Indigo

**Literatur:** Gattermann-Wieland. *Die Praxis des organischen Chemikers*, 43. Aufl. Berlin **1982**, S. 654.

**Arbeitsvorschrift:**

Geben Sie 20 mL dest. Wasser, 2.5 g Natriumdithionit und 6 Plättchen NaOH in den Erlenmeyerkolben mit Ihrem Indigo (ca. die Hälfte von dem in Handversuch 20 dargestellten) und erwärmen Sie das Gemisch auf 80 °C (Thermometer!). Warten Sie, bis die blaue Farbe verschwunden ist und stellen Sie inzwischen ein Becherglas bereit, das in der Größe zu Ihren Textilien passt. Füllen Sie in das Becherglas soviel heißes Wasser, dass Ihre Textilien gerade untertaucht werden können, geben Sie die Lösung von Leuko-Indigo ins Becherglas und kochen Sie auf.

Nach 5 min haben die Textilien die Farbe genügend angenommen. Nehmen Sie sie aus dem Bad, wringen Sie sie aus und hängen Sie sie zum Trocknen auf. Was beobachten Sie nach einiger Zeit?

*Formulieren sie die Red/Ox-Gleichungen.*

### 22: Indikatorwirkung von Methylorange

Testen Sie die Farbe einer alkalischen, neutralen und einer sauren wässrigen Lösung (nur wenige mL) von Methylorange. Formulieren sie die Prozesse, die hierbei ablaufen und erklären Sie die Farbveränderungen.

### 23: Darstellung und Indikatorwirkung von Phenolphthalein

Phthalsäureanhydrid wird in Phenol und einigen Tropfen konz. Schwefelsäure erhitzt (*Machen Sie sich vorher Gedanken über die Ansatzgröße*). Die farbige Schmelze wird in Wasser gegossen (*welche Farbveränderungen sind zu beobachten?, was passiert auf Zusatz von Alkali; was passiert mit starkem Alkali?*). Anschließend wird die Säure bis zum erneuten Farbumschlag zugegeben. Formulieren Sie die Säure-Base-Gleichgewichte und erklären Sie, warum die Phenolphthalein-Lösung sowohl im sauren wie auch im stark alkalischen Milieu farblos ist. Bei welchen pH-Werten erfolgen die Farbumschläge?

### 24: Chemilumineszenz: Oxidation von Luminol

**Literatur:** L. F. Fieser, *Organic Experiments*, Heath and Comp., Boston **1965**, S. 240.

Eine **Lösung A** wird aus 50 mg Luminol, 25 mL Wasser und 2.5 mL 10%iger NaOH-Lösung hergestellt, desgleichen eine **Lösung B** aus 20 mL 3%iger wässriger Kaliumferricyanid-Lösung, 20 mL 3%iger Hydroperoxid-Lösung und 160 mL Wasser (*Halten Sie die Mengenangaben möglichst genau ein*).

Die **Lösung A** wird mit 175 mL Wasser verdünnt und gießt diese Lösung in einem dunklen Raum gleichzeitig mit **Lösung B** durch einen Trichter in einen 1-L-Erlenmeyerkolben. Umschwenken des Kolbens und weitere Zugabe kleiner Alkalimengen erhöhen die Helligkeit des Leuchtens der Oxidationsreaktion.

*Bemerkung:* Das Luminol (das hier zur Verfügung gestellt wird) kann auch selbst in weniger als einer halben Stunde hergestellt werden.

# Skriptum für die Handversuche

## des OC-Lehramt-Fortgeschrittenenpraktikums



Stand: 17.10.2022

### 25: Dehydroindigo

Eine Spatelspitze trockenen feingepulverten Indigos (siehe **Handversuche 20**) wird mit der doppelten Menge  $\text{PbO}_2$  [Bleiodioxid, nicht Blei-II-Oxid] und einigen Körnchen  $\text{CaCl}_2$  in 5 mL Toluol im Reagenzglas 5 min lang auf dem Wasserbad zum Sieden erhitzt (*Abzug!*). Die gefärbte Lösung wird filtriert und auf zwei Reagenzgläser verteilt. Zum ersten Reagenzglas wird wenig Ethanol gelöstes Hydrochinon, zum anderen verdünnte  $\text{SnCl}_2$ -Lösung zugefügt. Beobachtungen?

### 26: Schießbaumwolle (Veresterung von Cellulose mit Salpetersäure)

#### A. Herstellung der Nitriersäure

1.5 mL Wasser, 9 mL konz. Salpetersäure (65%, nicht 99%) und 27 mL konz. Schwefelsäure werden in dieser Reihenfolge unter Außenkühlung mit Eiswasser (Becherglas) vorsichtig gemischt.

#### B. Veresterung der Hydroxylgruppen der Cellulose

1 g käufliche Baumwollwatte (keine Viskose), oder 1 g Papiertaschentuch wird in die Nitriersäure bei ca. 22 °C eingebracht und 1 h Dann wird die Watte unter fließendem Wasser gut gespült (Vorsicht: nitrose Gase können entstehen). Zur Beschleunigung des Trocknens wird das anhaftende Wasser durch Waschen mit etwas Methanol entfernt. Nachdem die Watte an der Luft (nicht im Trockenschrank!) völlig getrocknet ist (eventuell über Nacht) kann **ein kleiner Teil** davon mit einem Bunsenbrenner auf dem Labortisch entzündet werden.

**Formulieren Sie die Nitrierungsreaktion.**

Schon nach Nitrierung von ca. 70% der Hydroxylgruppen der Cellulose wird ein Produkt erhalten, welches in organischen Lösungsmitteln löslich ist (im Gegensatz zu der, wegen hoher Kristallinität und Wasserstoffbrücken unlöslichen Cellulose). In der Industrie werden die hochviskosen Lösungen von niedrig nitrierter Cellulose in Ethanol (nach Zusatz von Campher als Weichmacher) in Formen gebracht und das Lösungsmittel abgedunstet (Es wird Celluloid erhalten).

**Hinweis:** Das hergestellte Produkt unterliegt dem Sprengstoffgesetz und ist vollständig zu vernichten.

### 27: Nachweis von Aldehyden und Ketonen mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin

**Vorsicht mit dem Dinitro-phenylhydrazin ( F , X )**

**Literatur:** *Organikum*, 20. Aufl. S. 433.

Zu 0.4 g 2,4-Dinitro-phenylhydrazin werden 2 mL konz. Schwefelsäure und anschließend unter gutem Rühren oder Schütteln tropfenweise 3 mL Wasser hinzugegeben. Der warmen orangenen Lösung werden 10 mL 95%igen Ethanol zugesetzt. Zur Herstellung des 2,4-Dinitro-phenylhydrazons wird zu dieser frisch hergestellten Lösung unter Umschütteln jeweils ca. 1 mL einer 10- bis 20%igen ethanolischen Lösung der drei Carbonylverbindung zugegeben. Das Hydrazon fällt in der Regel nach 5 bis 10 min aus (in wenigen Fällen muss Die Substanz über Nacht stehengelassen werden). Das ausgefallene 2,4-Dinitro-phenylhydrazon wird abgesaugt, gut mit Wasser gewaschen und aus Ethanol umkristallisiert. Bestimmen Sie Ausbeute und Schmelzpunkt.

Carbonylverbindungen: Aceton,  
Acetophenon,  
*p*-Methoxyacetophenon (steht als Lösung in Ethanol aus).

Es wird auf die verschiedenen Farben der Fällungen geachtet.