

WESTFÄLISCHE
WILHELMS-UNIVERSITÄT
MÜNSTER

› Grundpraktikum Organische Chemie

im Wintersemester 2015 / 2016

Prof. Dr. B. J. Ravoo, Prof. Dr. R. Gilmour, Dr. Simon Janich

› Praktikumsskript

INHALT

I. TERMINE	3
II. ORGANISATORISCHE HINWEISE ZUM PRAKTIKUM	4
Rundschreiben	4
Vor dem Praktikum	5
Während des Praktikums	5
Nach dem Praktikum	7
Fristen	7
III. PRÄPARATIVER TEIL DES PRAKTIKUMS	8
Versuchseinteilung	8
Arbeitsmethoden	9
1. Präparat: Radikalische Substitution	16
2. Präparat: Nucleophile Substitution	18
3. Präparat: Addition an C–C-Mehrfachbindungen	20
4. Präparat: Aromatische Substitution	23
5. Präparat: <i>Friedel-Crafts</i> Reaktionen	25
6. Präparat: Carbonylreaktionen I – Addition von Enolaten an Carbonylverbindungen	27
7. Präparat: Carbonylreaktionen II – Nucleophile Substitutionen an Carbonylverbindungen	29
8. Präparat: Carbonylreaktionen III – Nucleophile Substitution des Carbonylsauerstoffs	31
9. Präparat: Carbonylreaktionen IV – Enolate als Nucleophile	33
10. Präparat: Grignard-Reaktionen	35
11. Präparat: Reduktionen	37
12. Präparat: Umlagerungen	39
IV. LABORJOURNAL	41
V. KURZE RICHTLINIEN ZUR PROTOKOLLFÜHRUNG	42
VI. SAALDIENSTE	44
Einteilung der Saaldienste	45
VII. SICHERHEITSHINWEISE ZUM PRAKTIKUM	46
Betriebsanweisung für das Grundpraktikum Organische Chemie nach § 20 GefStoffV	46
Besondere Sicherheitsbestimmungen	51
Entsorgung	52
Hinweise auf besondere Gefahren und Sicherheitsratschläge (H- und P-Sätze nach GHS)	54
VIII. TESTATE	61
IX. ERKLÄRUNG	63
X. PLATZAUSRÜSTUNG	65

I. TERMINE

Vorlesung	Beginn: 19.10.2015, semesterbegleitend, Mo. – Mi., Fr.	9.00 s.t. – 9.45 Uhr	C1	Prof. Ravoo
Sicherheits- unterweisung und allg. Informationen zum Praktikum	Mo., 19.10.2015	12.00 Uhr s.t.	C1	Prof. Ravoo, Prof. Gilmour, Dr. Szymanski, Dr. Seppi
Platzübernahme und Feuerlöschübung :				
Kurs A:	Mo., 19.10.2015	im Anschluss an die Sicherheits- unterweisung	Prakti- kumssäle 3.38, 4.33, 4.38	Dr. Szymanski, Dr. Seppi, wiss. Mitarbei- ter
Kurs B:	Mo., 23.11.2015	ca. 13.00 Uhr		
Kurs C:	Mo., 11.01.2016	ca. 13.00 Uhr		
Praktikumszeiten:				
Kurs A:	19.10.15 – 20.11.15	Mo.: 12.00 – 17.00 Uhr Di.: 13.00 – 18.00 Uhr	Prakti- kumssäle 3.38, 4.33, 4.38	Prof. Ravoo, Prof. Gilmour, Dr.
Kurs B:	23.11.15 – 08.01.16	Mi.: 10.00 – 18.00 Uhr Do.: 12.00 – 17.00 Uhr Fr.: 12.30 – 18.00 Uhr		Dr. Szymanski, wiss. Mitarbei- ter
Kurs C:	11.01.16 – 12.02.16			
Platzabgabe:				
Kurs A:	Fr., 20.11.2015*	jeweils ab 12.30 Uhr	Prakti- kumssäle 3.38, 4.33, 4.38	wiss. Mitarbei- ter
Kurs B:	Fr., 08.01.2016*			
Kurs C:	Fr. 12.02.2016*			

* in Absprache auch früher.

Weitere Informationen sowie Änderungen und sonstige Ankündigungen im WWW unter:

http://www.uni-muenster.de/Chemie.oc/studies/oc_1.html

II. ORGANISATORISCHE HINWEISE ZUM PRAKTIKUM

Rundschreiben

an die Teilnehmer des Grundpraktikums Organische Chemie
 im Wintersemester 2015/2016

Das Organisch-Chemische Grundpraktikum wird an der Universität Münster, wie an fast allen bundesdeutschen Universitäten, als Kurspraktikum durchgeführt. Es hat sich gezeigt, dass diese Praktikumsform dem Chemiestudierenden die beste Möglichkeit bietet, sich durch enge Verbindung von Experiment und Theorie die grundlegenden Kenntnisse über Synthese, Reaktivität und Analytik organischer Verbindungen rationell und rasch anzueignen.

Hierzu ist eine enge Zusammenarbeit mit den Assistenten erforderlich, die Sie intensiv anleiten werden und Ihnen während des Praktikums mit Rat und Hilfe zur Verfügung stehen. **Scheuen Sie sich bitte nicht, sich in allen anstehenden Fragen an die Assistenten oder die Praktikumsleiter zu wenden!**

Trotz des hohen organisatorischen Aufwands kann ein als Kurs durchgeführtes Praktikum nur bei intensiver Zeitausnutzung erfolgreich sein. Die Laborzeiten in der Woche

(Mo. 12.00–17.00 Uhr, Di. 13.00–18.00 Uhr, Mi. 10.00–18.00 Uhr, Do. 12.00–17.00 Uhr, Fr. 12.30–18.00 Uhr)

sind zur Durchführung sämtlicher Experimente ausreichend. Die verbleibende Zeit benötigen Sie aber dringend zur Erarbeitung der theoretischen Grundlagen und zur Vorbereitung auf die experimentellen Arbeiten. Um eine erfolgreiche Durchführung des Praktikums zu gewährleisten, gelten folgende Richtlinien: Standardwerk für die Experimente im Praktikum ist das Buch „*Praktikum Präparative Organische Chemie – Organisch-Chemisches Grundpraktikum*“ (R. Brückner, S. Braukmüller, H.-D. Beckhaus, J. Dirksen, D. Goepfel, M. Oestreich, Spektrum Akademischer Verlag Heidelberg, 1. Aufl., 2008). **Es ist unbedingt erforderlich, dass Sie vor Beginn der experimentellen Arbeiten gründlich das Kapitel IV „Ausgewählte Arbeitstechniken“ durcharbeiten.**

! Erforderliche Änderungen werden am Schwarzen Brett des Praktikums bekannt gegeben !

Organisation:

	<i>Raum</i>	<i>E-Mail</i>	<i>Telefonnummer</i>
Prof. B. J. Ravoo	III 2.10	<i>b.j.ravoo@uni-muenster.de</i>	33287
Prof. R. Gilmour	2.10	<i>ryan.gilmour@uni-muenster.de</i>	33271
Dr. G. Kehr	2.03	<i>kehrald@uni-muenster.de</i>	36518
Dr. W. Szymanski	2.07	<i>wojtek.szymanski@uni-muenster.de</i>	36550

Vor dem Praktikum

- › Die Teilnahme an der **Sicherheitsunterweisung** und der Vorbesprechung (Unterschrift) sind Voraussetzung für die Teilnahme am Praktikum!
- › Nach der Vorbesprechung erhalten Sie einen **Laufzettel**, auf dem Sie Ihre persönlichen Daten bitte kontrollieren. Der Laufzettel verbleibt bis zum Ende des Praktikums bei Ihnen. **Bei Verlust des Laufzettels kann das Praktikum nicht mehr angerechnet werden.**
- › Sie erhalten des weiteren einen **Spindschlüssel** und einen **Laborplatzschlüssel**.
- › Sie übernehmen diesen Laborplatz anhand der **Liste auf der entsprechenden Erklärung** am Ende dieses Skripts (S. 65) und bestätigen den Erhalt. Fehlende oder schadhafte Geräte reklamieren Sie bitte **sofort**, damit sie ersetzt werden können (im Laufe der ersten Kurswoche). Spätere Reklamationen werden nicht mehr berücksichtigt! Verschmutzte Glasgeräte sind zwar ärgerlich, können in der Regel aber noch gereinigt werden (den Assistenten nach Tipps fragen). Die **ausgefüllte Erklärung zur Platzübernahme** bekommt Ihr Gruppenassistent.
- › Füllen Sie die zweite **Erklärung** (S. 63), dass Sie die **Laboratoriumsordnung** sowie die **Betriebsanweisungen** zum Praktikum zur Kenntnis nehmen, vollständig aus und geben sie Ihrem Gruppenassistenten.

Während des Praktikums

Sicherheitsbestimmungen:

- › Das ständige Tragen einer **Schutzbrille** und eines **Kittels** in den Praktikumsälen ist Pflicht. Im gesamten Gebäude ist das Rauchen **streng** verboten!
- › Es empfiehlt sich, sich über den letzten Termin der eigenen Tetanus-Schutzimpfung zu informieren!
- › Auf weitere Sicherheitsvorkehrungen werden Sie bei der **Sicherheitsunterweisung** von Herrn Dr. Seppi, die ebenso wie die Feuerlöschübung eine Pflichtveranstaltung ist, hingewiesen.
- › **Den Anweisungen der Assistenten ist strikt Folge zu leisten!**

Platzausrüstung:

- › Sichern Sie Ihren Arbeitsplatz **sofort** mit dem Schlüssel, den Sie von Ihrem Assistenten erhalten.
- › Wir bitten um **schonende Behandlung** der Geräte sowie der übrigen Leihapparaturen. Beschädigte oder abhanden gekommene Teile müssen vom Praktikumssteilnehmer ersetzt werden. Beschädigte Glasgeräte können bei den **Glasbläsern** des Instituts in Raum 139 zur Reparatur gegeben werden (Mo.–Do., 8–11 und 14–15 Uhr).

Vor der Laborarbeit:

Bevor Sie mit der praktischen Arbeit an den Präparaten beginnen, bereiten Sie sich vorher gut darauf vor!

- › **Machen Sie sich mit den Arbeitsschritten vertraut!**
Die allermeisten der folgenden Präparate werden nach Vorschriften aus dem Buch „*Praktikum Präparative Organische Chemie – Organisch-Chemisches Grundpraktikum*“ (R. Brückner, S. Braukmüller, H.-D. Beckhaus, J. Dirksen, D. Goepfel, M. Oestreich, Spektrum Akademischer Verlag Heidelberg, 1. Aufl., 2008) – im Folgenden nur kurz als „Brückner“ in den Literaturverweisen bezeichnet – dargestellt.

Zum Teil sind den Kapiteln in diesem Praktikumsbuch noch allgemeine Arbeitsvorschriften vorangestellt, die ebenfalls wichtige Details zum Aufbau der Apparatur und der Durchführung enthalten.

Lesen Sie diese Vorschriften gründlich durch und beachten Sie dabei auch die Anmerkungen in den Fußnoten.

› **Erarbeiten Sie den theoretischen Hintergrund der Synthesen!**

Die Kenntnis der Theorie ist untrennbar mit der praktischen Arbeit verbunden. Sie ist nicht nur für Klausuren und Prüfungen wichtig, sondern auch dafür, dass Sie **verstehen** können, was Sie tun. So können Sie die Arbeitsschritte der Vorschriften gedanklich nachvollziehen und auch sicherheitsrelevante Aspekte der Synthesen erkennen, zum Beispiel wenn während der Reaktion ein potentiell schädliches oder gefährliches Nebenprodukt entsteht.

Zur Vertiefung der theoretischen Kenntnisse empfehlen wir folgende Lehrbücher:

- Peter Vollhardt, Neil E. Schore : Organische Chemie, 3. Aufl. VCH Weinheim, 2000
- Reinhard Brückner: Reaktionsmechanismen, Spektrum-Verlag, 2004
- Clayden, Greeves, Warren, Wothers, Organic Chemistry, 2nd Ed., Oxford University Press, 2012
- Maitland Jones, Jr.: Organic Chemistry, W. W. Norton & Company, New York / London, 2004
- Eberhart Breitmaier, Günther Jung: Organische Chemie, 4. Aufl. Thieme Stuttgart, 2001
- Bernd Goldfuß: Mechanismus & Synthese in der Organischen Chemie, 2. Aufl. USB Publishing Köln, 2005

› **Machen Sie sich über die Sicherheit Gedanken!**

Die Vorschriften im Brückner enthalten häufig wertvolle Hinweise, wie Sie die Reaktionen sicher durchführen können. Darüber hinaus müssen Sie eine **Betriebsanweisung** für Ihr Präparat erstellen – **außer für die Versuche A.1 bis A.8** –, die alle sicherheitsrelevanten Informationen über die durchzuführende Reaktion enthält, beispielsweise auch Hinweise zur Ersten Hilfe und zur Entsorgung (Vordruck im Internet).

Diese Betriebsanweisung muss **vollständig** ausgefüllt und von Ihrem Saalassistenten abgezeichnet sein, **bevor** Sie mit der Arbeit an dem Präparat beginnen.

Das ist auch in Ihrem Interesse: bei Ihrer Arbeit im Praktikum werden Sie es öfters mit Substanzen zu tun haben, die schädlich oder gefährlich sein können. Wenn Sie sich jedoch vorher über den korrekten Umgang damit Gedanken machen und die entsprechenden Sicherheitshinweise einhalten, werden Sie sicher mit diesen Substanzen arbeiten können.

Bitte beachten Sie diese Punkte: Sie werden von Ihrem Saalassistenten darauf hin in Einzel- oder Gruppenkolloquien befragt. Bei Erfolg, wird Ihnen das entsprechende **Antestat** abzeichnet (Vordruck s. S. 61). **Sie dürfen mit der praktischen Arbeit nur mit gültigem Antestat beginnen!**

Präparate:

- › Die Präparate sollen in der Regel zum Ende der jeweils zugehörigen Praktikumswoche in Schraubdeckelgläschen abgegeben werden. Ausnahmen sind in Absprache mit dem Gruppenassistenten möglich. Das fertige Präparat wird auf dem entsprechenden Vordruck (S. 61) abtestiert.
- › Nicht abgegebene sowie nicht anerkannte Präparate müssen wiederholt werden.

Protokolle:

- › Die Protokolle zu den Versuchen müssen **spätestens eine Woche** nach der Versuchsdurchführung vollständig abgegeben werden (in Rücksprache mit dem betreuenden Assistenten kann dieser Zeitraum verlängert werden).
- › Unvollständige Protokolle oder ohne Rücksprache zu spät abgegebene Protokolle führen zur Wiederholung, bzw. Nichtanerkennung des Versuchs.
- › Das fertige (ggf. korrigierte) Protokoll wird auf dem entsprechenden Vordruck (S. 61) abtestiert.
- › Beachten Sie die Richtlinien zur Protokollführung (S. 41)

Scheuen Sie sich bitte nicht, sich mit anstehenden Fragen an die Gruppen-, bzw. Saalassistenten oder die Praktikumsleiter zu wenden!

Nach dem Praktikum

- › Die **Platzabgabe** erfolgt anhand der Liste auf der Rückseite des Laufzettels. Eventuell fehlende, beschädigte oder stark verschmutzte Geräte werden nicht akzeptiert und müssen bis dahin sorgfältig gesäubert, repariert oder ersetzt worden sein. Am Schluss des Kurses werden Ihre Apparaturen vom Assistenten überprüft.
- › **Reparaturen von Glasgeräten** müssen rechtzeitig vor Praktikumsende (14 Tage) zum Glasbläser gebracht werden. „Gutscheine“ werden nicht mehr anerkannt.
- › Bitte übergeben Sie Ihren Arbeitsplatz am Praktikumsende frisch mit Papier ausgelegt.
- › Mit dem **vollständig ausgefüllten Testatvordruck** bekommen Sie beim Organisationsassistenten die entsprechende Unterschrift auf dem Laufzettel.
- › Die **Kosten für selbstverschuldete Reparaturen oder Ersatz von Glasgeräten** und sonstiger Ausrüstung und eine anteilige Umlage für Verbrauchsmaterialien und Chemikalien müssen Sie nach Abschluss des Praktikums selbst begleichen (im Geschäftszimmer der OC).
- › Das Praktikum gilt erst **nach Erfüllung aller Verpflichtungen** als erfolgreich beendet.

Fristen

Erledigen Sie die obengenannten Verpflichtungen bis zu den folgenden Terminen. Bei unentschuldigter Versäumnis der Fristen wird Ihnen das Praktikum nicht mehr anerkannt.

- › **Protokolle (inkl. aller Korrekturen):** 04.12.2015 (Kurs A)
22.01.2016 (Kurs B)
26.02.2016 (Kurs C)
- › **Vorlage der vollständigen Testate:** 26.02.2016
- › **Vorlage des vollständigen Laufzettels:** 26.02.2016

III. PRÄPARATIVER TEIL DES PRAKTIKUMS

Versuchseinteilung

Der folgenden Tabelle können Sie anhand Ihrer Labor-Platznummer entnehmen, welche der verschiedenen Versuche Sie im Praktikum bearbeiten sollen.

Die **Versuche A.1, A.2 und P.1 bis P.3** sind Gruppenversuche, die Sie in Vierergruppen bearbeiten.

Bei den **Versuchen A.4 und A.7** gibt es je zwei unterschiedliche Gemische (A und B), von denen Sie eines untersuchen sollen.

Bei den **Versuchen A.3, A.5, A.6 und A.8** gibt es nur eine Variante, die Sie jeweils alleine bearbeiten.

Bei den **Präparaten 1 bis 12** bearbeiten Sie immer die gleiche Unternummer (also z.B. 1.1, 2.1, 3.1, usw.).

Beachten Sie bei den **Präparaten 1 und 2** die geänderte Reihenfolge! Der Grund dafür liegt darin, dass Sie für Präparat 1 zwei Gaswaschflaschen brauchen, aber nur eine in der Platzausrüstung haben. Sie müssen sich daher mit Ihrem Platznachbarn austauschen und können somit das Präparat nicht gleichzeitig bearbeiten.

Einteilung nach Platznummer

Saal			Präparat Nummer								
3.38	4.33	4.38	A.1	A.2	A.4	A.7	P.1/ P.2	P.3	1	2	3 – 12
1	25	49	Gruppenvers.	Gruppenvers.	A	A	Gruppenvers.	Gruppenvers.	1.1	2.1	jeweils Versuch-Nr. 1 (3.1, 4.1, 5.1, usw.)
2	26	50			2.2	1.2			jeweils Versuch-Nr. 2 (3.2, 4.2, 5.2, usw.)		
3	27	51			A	A			1.3	2.3	jeweils Versuch-Nr. 3 (3.3, 4.3, 5.3, usw.)
4	28	52			B	B			2.4	1.4	jeweils Versuch-Nr. 4 (3.4, 4.4, 5.4, usw.)
5	29	53	Gruppenvers.	Gruppenvers.	A	A	Gruppenvers.	Gruppenvers.	1.1	2.1	jeweils Versuch-Nr. 1 (3.1, 4.1, 5.1, usw.)
6	30	54			B	B			2.2	1.2	jeweils Versuch-Nr. 2 (3.2, 4.2, 5.2, usw.)
7	31	55			A	A			1.3	2.3	jeweils Versuch-Nr. 3 (3.3, 4.3, 5.3, usw.)
8	32	56			B	B			2.4	1.4	jeweils Versuch-Nr. 4 (3.4, 4.4, 5.4, usw.)
9	33	57	Gruppenvers.	Gruppenvers.	A	A	Gruppenvers.	Gruppenvers.	1.1	2.1	jeweils Versuch-Nr. 1 (3.1, 4.1, 5.1, usw.)
10	34	58			B	B			2.2	1.2	jeweils Versuch-Nr. 2 (3.2, 4.2, 5.2, usw.)
11	35	59			A	A			1.3	2.3	jeweils Versuch-Nr. 3 (3.3, 4.3, 5.3, usw.)
12	36	60			B	B			2.4	1.4	jeweils Versuch-Nr. 4 (3.4, 4.4, 5.4, usw.)
13	37	61	Gruppenvers.	Gruppenvers.	A	A	Gruppenvers.	Gruppenvers.	1.1	2.1	jeweils Versuch-Nr. 1 (3.1, 4.1, 5.1, usw.)
14	38	62			B	B			2.2	1.2	jeweils Versuch-Nr. 2 (3.2, 4.2, 5.2, usw.)
15	39	63			A	A			1.3	2.3	jeweils Versuch-Nr. 3 (3.3, 4.3, 5.3, usw.)
16	40	64			B	B			2.4	1.4	jeweils Versuch-Nr. 4 (3.4, 4.4, 5.4, usw.)
17	41	65	Gruppenvers.	Gruppenvers.	A	A	Gruppenvers.	Gruppenvers.	1.1	2.1	jeweils Versuch-Nr. 1 (3.1, 4.1, 5.1, usw.)
18	42	66			B	B			2.2	1.2	jeweils Versuch-Nr. 2 (3.2, 4.2, 5.2, usw.)
19	43	67			A	A			1.3	2.3	jeweils Versuch-Nr. 3 (3.3, 4.3, 5.3, usw.)
20	44	68			B	B			2.4	1.4	jeweils Versuch-Nr. 4 (3.4, 4.4, 5.4, usw.)
21	45	69	Gruppenvers.	Gruppenvers.	A	A	Gruppenvers.	Gruppenvers.	1.1	2.1	jeweils Versuch-Nr. 1 (3.1, 4.1, 5.1, usw.)
22	46	70			B	B			2.2	1.2	jeweils Versuch-Nr. 2 (3.2, 4.2, 5.2, usw.)
23	47	71			A	A			1.3	2.3	jeweils Versuch-Nr. 3 (3.3, 4.3, 5.3, usw.)
24	48	72			B	B			2.4	1.4	jeweils Versuch-Nr. 4 (3.4, 4.4, 5.4, usw.)

Einteilung nach Kurswoche

Kurswoche	Präparate
1	A.1 bis A.8
2	1, 2, 3, P.1 + P.2
3	4, 5, 6
4	7, P.3, 8, 9
5	10, 11, 12

Arbeitsmethoden

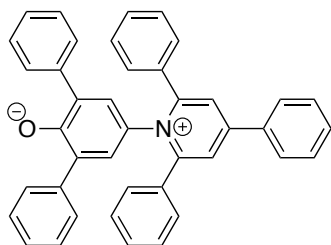
A.1 Löslichkeit unterschiedlich polarer Verbindungen (Gruppenversuch)

Versuchsvorschrift: In jeweils sieben Reagenzgläser werden je 2–3 mL Wasser bzw. Cyclohexan gefüllt. Etwa 1 mL der folgenden Verbindungen wird einerseits zum Wasser, andererseits zum Cyclohexan gegeben: Ethanol, 1-Pentanol, Ethylenglycol (1,2-Ethandiol), konzentrierte Essigsäure, Ethylacetat, Aceton und Dichlormethan. Jede Probe wird kurz durchgeschüttelt und festgestellt, ob eine homogene Lösung vorliegt oder ob sich zwei Phasen gebildet haben.

Protokollaufgaben: Stellen Sie die Ergebnisse in einer Tabelle dar und erklären Sie sie.

A.2 Polarität von Lösungsmitteln (Gruppenversuch)

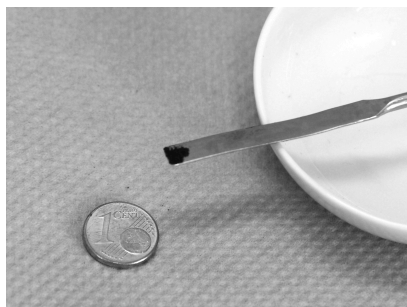
Literatur: C. Reichardt, „Solvents and Solvent Effects in Organic Chemistry“, Wiley-VCH, Weinheim, 3rd Ed., **2003**; T. W. Bentley, I. S. Koo, *Org. Biomol. Chem.*, **2004**, 2, 2376–2380.



Betain-30

Die Polarität von Lösungsmitteln spielt für viele Anwendungen in der Organischen Chemie eine wichtige Rolle, da die Wahl des Lösungsmittels nicht nur bei der effektiven Aufreinigung entscheidend sein kann, sondern auch starken Einfluss auf die Reaktionsraten haben kann. Sie ist aber relativ schwierig experimentell zu quantifizieren. Daher wurde von *Reichardt* und *Dimroth* die $E_T(30)$ -Skala entwickelt, die auf einfach zu ermittelnden empirischen spektroskopischen Daten basiert¹, und die von $E_T(30)=30.7$ für Tetramethylsilan als unpolares Lösungsmittel bis $E_T(30)=63.1$ für Wasser reicht.² Im Kern basiert die Skala darauf, dass der Farbstoff 2,6-Diphenyl-4-(2,4,6-triphenyl-pyridinio)phenolat („Betain-30“) in Abhängigkeit von der Polarität des Lösungsmittels unterschiedlich Farben zeigt.³

Versuchsvorschrift: In neun Reagenzgläsern werden wenige(!) Körnchen des Betain-30 gegeben und mit je 4–5 mL der in der Tabelle angegebenen Lösungsmitteln versetzt.



In neun weiteren Reagenzgläsern werden ebenfalls wenige Körnchen des Farbstoffs (s. Bild) mit 4–5 mL der folgenden Lösungsmitteln versetzt: Aceton, *tert*-Butanol, Chloroform, Diethylether, Dimethylsulfoxid (DMSO), Ethylenglycol (1,2-Ethandiol), Isobutanol (2-Methyl-1-propanol), 1-Pentanol und Tetrahydrofuran (THF). Schätzen Sie anhand der

Farbe die $E_T(30)$ -Werte dieser Lösungsmittel ab.

Protokollaufgaben: Stellen Sie die Ergebnisse in einer Tabelle dar und erläutern Sie die Resultate anhand der Eigenschaften der Lösungsmittel.

Lösungsmittel	$E_T(30)$
Toluol	33.9
Ethylacetat	38.1
Dichlormethan	40.7
Dimethylformamid (DMF)	43.2
Acetonitril (AcCN)	45.6
Isopropanol (2-Propanol)	48.4
Ethanol	51.9
Methanol	55.4

¹ Der Wert ist definiert als die Übergangsenergie in kcal/mol für die langwelligste Absorptionsbande mit der Wellenlänge λ_{\max} im UV/Vis-Spektrum, und errechnet sich aus $E_T(30)=(h \cdot c \cdot N_A)/\lambda_{\max}$.

² Eine Variation ist die normalisierte E_T^N -Skala, mit $E_T^N=0.0$ für Tetramethylsilan und $E_T^N=1.0$ für Wasser.

³ Streng genommen wurden die $E_T(30)$ -Werte von sehr unpolaren Lösungsmitteln mit einem anderen Derivat ermittelt und dann umgerechnet, da das Betain-30 in diesen Lösungsmitteln unlöslich ist.

A.3 Nachweis und Zerstörung von Etherperoxiden

Literatur: Organikum (23. Aufl.), S. 209f u. 756f

Versuchsvorschrift: In einem Reagenzglas eine frische Eisen(II)sulfat-Lösung zubereitet, indem eine kleine Spatelspitze Eisenfeilspäne mit 5 mL 2 N Schwefelsäure versetzt wird. Nach einiger Zeit werden etwa 2 mL der entstandenen Lösung in ein zweites Reagenzglas gegossen, mit 5 mL peroxidhaltigem Diethylether und einigen Tropfen einer Kaliumthiocyanat-Lösung versetzt und vorsichtig geschüttelt. In einem dritten Reagenzglas werden 2 mL Eisen(II)sulfat-Lösung mit 5 mL Diethylether aus einer braunen Flasche sowie ebenfalls etwas Kaliumthiocyanat-Lösung versetzt. Sowohl der peroxidhaltige als auch den peroxidfreie Ether werden auch mit Kaliumiodid-Stärke-Papier getestet.

Protokollaufgaben: Stellen Sie die Entstehung von Etherperoxiden am Beispiel von Diethylether dar. Erläutern Sie die Nachweisreaktionen mit Eisen(II)sulfat/Kaliumthiocyanat und Kaliumiodid.

A.4 Reinigung eines Substanzgemisches durch Extraktion und Umkristallisation

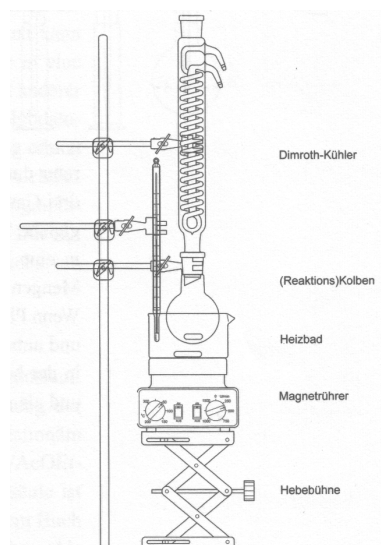
Literatur: Brückner, S. 56ff, 62f; Organikum (23. Aufl.), S. 36f, 58ff und 77f

Versuchsvorschrift: Etwa 3 g eines 50:50 Gemisches (Gew.-%), das Benzoesäure, Borneol oder Campher enthält, werden in 25 mL TBME gelöst und mit 50 mL 5%-iger NaOH-Lösung extrahiert (Vorsicht, hier kann ein Überdruck im Scheidetrichter entstehen – Belüften!). Nach Phasentrennung wird die organische Phase über $MgSO_4$ getrocknet, das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer entfernt und der Rückstand durch tropfenweise Zugabe von *möglichst wenig* TBME in der Hitze gelöst (Apparatur s. Abb.). Es wird *tropfenweise* mit Pentan bis zur beginnenden Trübung versetzt, die Trübung mit wenigen Tropfen Ether (wie viele?) wieder aufgelöst und die Lösung langsam abkühlen gelassen (bis zum Beginn der Kristallisation kann es einige Minuten dauern). Das kristalline Produkt wird abfiltriert und nach kurzem Trocknen (ca. 15 min) an der Luft sein Schmelzpunkt bestimmt.

Die wässrige Phase wird mit halbkonz. Salzsäure auf etwa pH 1 eingestellt (pH-Papier) und mit Ether extrahiert. Nach dem Trocknen und Entfernen des Lösungsmittels wird wie oben umkristallisiert und der Schmelzpunkt bestimmt. Anhand der ermittelten Schmelzpunkte (s. unten) werden die Substanzen identifiziert.

Schmelzpunkte: (–)-Borneol 205–208 °C; Benzoesäure 121–123 °C; D,L-Campher 175–177 °C.

Protokollaufgaben: Geben Sie die ermittelten Schmelzpunkte und die Zusammensetzung des untersuchten Stoffgemisches an.



A.5 Extraktion von Iod

Literatur: Brückner, S. 56f; Organikum (23. Aufl.), S. 58ff

Versuchsvorschrift: Aus 2 mL einer 2.55%-igen Iodlösung wird eine Stammlösung hergestellt, indem das Aliquot 10fach mit Wasser verdünnt wird (auf 20 mL Gesamtvolumen auffüllen).

a) Herstellen einer Konzentrationsreihe:

Mit 2 mL dieser Stammlösung wird eine Verdünnungsreihe (nur ein Mal pro Praktikumsgruppe ansetzen) zum Konzentrationsvergleich angefertigt:

1. Reagenzglas: 1 mL Originalstammlösung
2. Reagenzglas: 1 mL Originalstammlösung + 1 mL Wasser
3. Reagenzglas: 1 mL des 2. RG + 1 mL Wasser
4. Reagenzglas: 1 mL des 3. RG + 1 mL Wasser
5. Reagenzglas: 1 mL des 4. RG + 1 mL Wasser
6. Reagenzglas: 1 mL des 5. RG + 1 mL Wasser

b) Wirksamkeit vielfacher bzw. einmaliger Extraktion

In einen kleinen Scheidetrichter werden 9 mL der Stammlösung gefüllt. Es wird einmal mit 15 mL Dichlormethan extrahiert. Die beiden Phasen werden getrennt, 1 mL der wässrigen Phase wird in ein Reagenzglas gegeben und die Färbung mit der Konzentrationsreihe verglichen.

Der Scheidetrichter wird mit Wasser gespült und die verbliebenen 9 mL der Stammlösung hineingefüllt. Nun wird nacheinander 3 mal mit je 5 mL Dichlormethan extrahiert. Die jeweils abgetrennten organischen Phasen werden gesammelt und von den wässrigen Phasen jeweils 1 mL zum Konzentrationsvergleich in ein Reagenzglas gegeben. Nach Bestimmung der Konzentration wird die Probe zurück in den Scheidetrichter gefüllt und erneut extrahiert.

Von den gesammelten organischen Phasen wird 1 mL in ein Reagenzglas gegeben und mit 1 mL dest. Wasser versetzt. Dann wird eine Spatelspitze Kaliumiodid hinzugegeben.

Zum Ende des Versuches werden alle I₂-haltigen Phasen mit Na₂S₂O₃ versetzt, geschüttelt und danach in die entsprechenden Abfallbehälter entsorgt.

Protokollaufgaben: Berechnen Sie die I₂-Konzentrationen in den Reagenzgläsern 2–6.

Welche Konzentrationen hatten die wässrigen Phasen nach den jeweiligen Extraktionsvorgängen?

Welcher der beiden Extraktionsvorgänge (1 x 15 mL bzw. 3 x 5 mL) war effektiver? Erklären Sie Ihr Ergebnis anhand des Nernst'schen Verteilungssatzes.

Berechnen Sie den Nernst'schen Verteilungskoeffizienten *K* für Dichlormethan und Wasser.

Erklären Sie Ihre Beobachtungen nach der Zugabe von Kaliumiodid.

Formulieren Sie die Reaktionsgleichung der Reaktion von I₂ mit Na₂S₂O₃.

Chromatographien

Literatur: Brückner, S. 51f; Organikum (23. Aufl.), S. 67ff und 70ff

Dünnschichtchromatographie (DCs)

Um eine Substanz oder ein Substanzgemisch mittels Dünnschichtchromatographie zu untersuchen, wird eine geringe Menge (1 Tropfen bei Flüssigkeiten, wenige Milligramm bei Feststoffen) in etwa 1 mL eines leichtflüchtigen Lösungsmittel, wie Aceton, Dichlormethan oder Ethylacetat, gelöst.

Auf einer Dünnschichtplatte wird mit einem weichen Bleistift in etwa 1.5 cm Abstand vom unteren Rand eine feine Linie gezogen, ohne die Oberfläche des Kieselgels zu verletzen. Mittels einer Pasteurpipette oder eines Schmelzpunktröhrchens wird auf der Linie die Probenlösung ein- bis zweimal aufgetüpfelt (bei stark verdünnten Proben eventuell noch öfter), so dass die Startflecken 2–3 mm Durchmesser haben. Dabei wird nach jedem Tüpfeln das Lösungsmittel verdampfen gelassen. Werden mehrere Proben auf eine Karte aufgetragen, sollte zwischen den Startflecken etwa 1 cm Abstand sein. Die Entwicklungskammer wird etwa 1 cm hoch mit dem Laufmittel gefüllt. Die Dünnschichtplatten werden in die jeweilige Entwicklungskammer gestellt und diese sofort wieder verschlossen. Dabei darf die Startlinie nicht ins Laufmittel eintauchen. Wenn die Laufmittelfront circa 1 cm von der oberen Kante der Dünnschichtplatte angekommen ist, wird die Platte entnommen, die Front mit einem Bleistift markiert und im Abzug trocknen gelassen. Abhängig von der Farbigkeit und Art der zu untersuchenden Verbindungen wird die DC-Karte nun falls notwendig mit Hilfe einer UV-Lampe kontrolliert oder angefärbt (z.B. mit KMnO_4 -Lösung, s. Versuch A.7).⁴ Das Verhältnis der Laufweite der Substanz zu der Laufstrecke der Lösungsmittelfront ist der Retentionsfaktor (R_f -Wert).

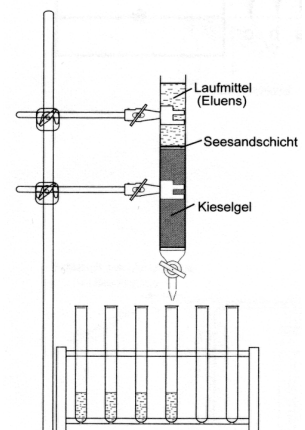
$$R_f = \frac{\text{Laufstrecke der Verbindung}}{\text{Laufstrecke der Lösungsmittelfront}}$$

Säulenchromatographie

Das für die Säulenchromatographie verwendete Laufmittel wird zuvor mittels DC (s.o.) ermittelt. Das Laufmittel sollte so gewählt werden, dass die Substanzen im Gemisch deutlich voneinander getrennt werden und möglichst einen R_f -Wert von 0.3–0.6 haben.

In eine Trennsäule wird trockenes Kieselgel gefüllt, bis die Säule etwa zu 2/3 gefüllt ist (abhängig vom Durchmesser, Rücksprache mit dem Assistenten). Das Kieselgel wird aus der Säule in einen 250 mL Erlenmeyerkolben überführt und mit etwa dem doppelten Volumen Laufmittel aufgeschlämmt. Die Säule wird zu circa einem Drittel mit dem Laufmittelgemisch befüllt, der Hahn geöffnet und das aufgeschlämte Kieselgel in die Säule gegossen. Das überschüssige Laufmittel wird abgelassen (kann wieder verwendet werden) und dabei gleichzeitig durch Klopfen mit einem Korkring an die Säule eine gleichmäßige Sedimentation des Kieselgels erreicht. Die Säule darf keinesfalls trockenlaufen, um Riss- und Blasenbildung zu vermeiden!

Wenn sich das Kieselgel gesetzt hat, wird so viel Laufmittel abgelassen, dass das Kieselgel gerade noch bedeckt ist. Nun wird das aufzutrennende Gemisch in möglichst wenig Laufmittel gelöst und vorsichtig und gleichmäßig mit einer Pasteurpipette auf die Oberfläche gegeben, ohne diese aufzuwirbeln. Das Laufmittel wird wieder abgelassen, so dass die Oberfläche des Kieselgels gera-



⁴ Das Trocknen und Entwickeln der Dünnschichtchromatogramme muss im Abzug durchgeführt werden! Die DCs müssen anschließend abgezeichnet werden. Die verwendeten DC-Platten dürfen nicht mit nach Hause genommen oder ins Protokoll geklebt werden, sondern werden als Feststoffabfälle entsorgt.

de noch bedeckt bleibt. Der Kolben mit dem Substanzgemisch wird mit etwa 2 mL Laufmittel nachgespült, diese Lösung ebenfalls auf die Säule aufgegeben und wiederum so viel Laufmittel abgelassen, bis der Rand des Kieselgels erreicht ist. Nun wird eine 1.5–2 cm dicke Schicht Seesand und dann ca. 200 mL Laufmittel auf die Säule gegeben und mit der Chromatographie begonnen. Das Eluat wird in Reagenzgläsern aufgefangen und dünnschichtchromatographisch untersucht.

A.6 Säulenchromatographische Trennung der Farbstoffe von Gras

Versuchsvorschrift:

Gras (5 g) wird möglichst klein geschnitten und in einer Porzellanschale mit 4 g Seesand und 4 g Magnesiumsulfat ca. 5 min verrieben. Anschließend werden 30 mL Aceton hinzugefügt und die Farbstoffe durch weiteres Reiben in dem Lösungsmittel aufgenommen. Das Gemisch wird filtriert und der Rückstand weitere fünfmal mit je 10 mL Aceton extrahiert und jeweils filtriert. Von dieser Lösung werden ca. 2 mL als Probe entnommen und damit zwei Dünnschichtchromatogramme mit verschiedenen Laufmittelgemischen angefertigt:

- Cyclohexan/Essigsäureethylester: 80:1
- Cyclohexan/Aceton: 70:30

In Absprache mit dem Assistenten wird das Laufmittel für die Säulenchromatographie gewählt. Das restliche Filtrat wird am Rotationsverdampfer eingengt, bis kein Aceton mehr abdestilliert. Der Rückstand wird dann in 1 mL des mittels der DCs bestimmten Laufmittels aufgenommen und mittels Säulenchromatographie aufgetrennt. Die verschiedenfarbigen Fraktionen werden in Reagenzgläsern aufgefangen und dünnschichtchromatographisch untersucht.

R_F-Werte: β -Carotin 0.98; Chlorophyll a 0.54; Chlorophyll b 0.32; Xanthophyll 0.25.

Protokollaufgaben: Berechnen Sie die R_F-Werte der Substanzen in beiden Laufmittelgemischen. Welchen Einfluss hat die Polarität des Gemisches auf die R_F-Werte?

Identifizieren Sie die Bestandteile anhand der oben für das verwendete Laufmittel angegebenen Vergleichswerte.

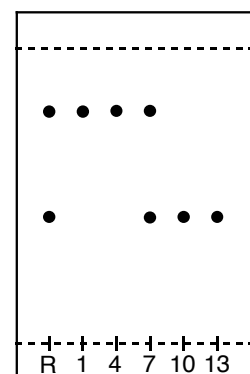
A.7 Säulenchromatographische Trennung und Identifizierung eines farblosen Stoffgemisches

Versuchsvorschrift: Zunächst muss ein geeignetes Laufmittel gefunden werden. Dazu wird der vom Assistenten erhaltenen Lösung (2 mL eines 20-%igen 1:1 Gemisches zweier Substanzen) ein Tropfen entnommen und mit 1 mL Ethylacetat verdünnt. Diese Referenzprobe („R“) wird auf drei Dünnschichtplatten in drei unterschiedlichen Konzentrationen aufgetragen (ein-, zwei-, bzw. dreimal tüpfeln). Die Platten werden in drei Laufmitteln entwickelt:

- Cyclohexan/Essigsäureethylester: 70:30
- Cyclohexan/Essigsäureethylester: 85:15
- Cyclohexan/Essigsäureethylester: 95:5

Nach dem Trocknen der Platten im Abzug werden diese mit Hilfe einer UV-Lampe kontrolliert (bei 254 nm) und anschließend in eine Kaliumpermanganat-Lösung getaucht. Nach dem Trocknen mit dem Heißluftfön werden gelbe Substanzflecke („spots“) sichtbar. Notieren Sie gegebenenfalls die Unterschiede zwischen der Detektion mit UV-Licht und der Färbelösung. In Absprache mit dem Assistenten wird das Laufmittel für die Säulenchromatographie gewählt.

Entsprechend der Anleitung wird die Chromatographiesäule eingeschlämmt,



der Rest der erhaltenen Lösung vorsichtig auf das Kieselgel gegeben und chromatographisch aufgetrennt. Das Eluat wird in Reagenzgläsern aufgefangen, die zu etwa drei Vierteln gefüllt werden. Es wird eine DC vom Inhalt jedes 3. Reagenzglases angefertigt. Die Fraktionen, die nur eine Verbindung enthalten, werden vereinigt und das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer entfernt. Die erhaltenen Feststoffe werden über Nacht getrocknet und dann anhand ihres Schmelzpunktes identifiziert.

Schmelzpunkte: D,L-Menthol 32–36 °C; Benzophenon 47–49 °C; Diphenylmethanol 65–68 °C; D,L-Campher 175–177 °C.

Protokollaufgaben: Berechnen Sie die R_f -Werte in allen Laufmittelgemischen und identifizieren Sie die Bestandteile des Gemisches anhand der Schmelzpunkte.

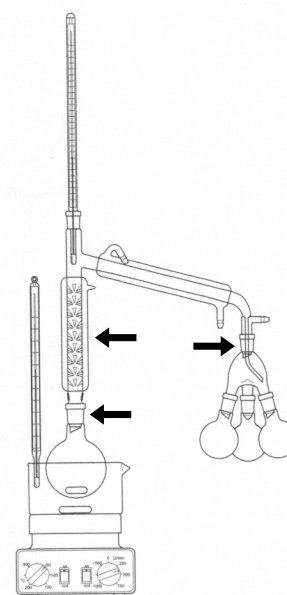
A.8 Fraktionierte Destillation eines Substanzgemisches

Literatur: Brückner, S. 55f; Organikum (23. Aufl.), S. 36f, S. 80ff und S. 696ff

Versuchsvorschrift: In einer Vakuumdestillationsapparatur mit Vigreux-Kolonnen (s. Abb.) werden 30 mL eines Gemisches aus Pentan, Heptan und Decan in einem 50 mL Einhalsrundkolben mit Rührfisch vorgelegt. Die Vorlagen sind vor der Destillation zu wiegen.

Protokollieren Sie während der Destillation etwa alle zwei Minuten die Kopftemperatur.

Das Gemisch wird unter Rühren langsam aufgeheizt, bis die erste Substanz in der Vigreux-Kolonnen aufsteigt. Die Badtemperatur wird konstant gehalten und das Destillat in der ersten Vorlage aufgefangen. Wenn die Kopftemperatur sinkt, wird weiter aufgeheizt und die Vorlage gewechselt, sobald die höher siedende Komponente destilliert. Die zweite Komponente wird vollständig abdestilliert (dazu die Badtemperatur ggf. nochmals geringfügig erhöhen, nicht über 140 °C). Nach dem Abkühlen der Ölbad auf Raumtemperatur (am Besten über Mittag) wird unter Vakuum weiter destilliert, wobei zunächst die Vorlagen gewechselt werden müssen. Wenn der Destillationskolben Raumtemperatur erreicht hat, wird Vakuum angelegt (die Abzuggumpen erreichen ca. 10 mbar) und langsam aufgeheizt. Wenn die Kopftemperatur wieder steigt, wird die Vorlage erneut gewechselt und die dritte Komponente destilliert. Bestimmen Sie die Brechungsindizes (n_D^{20}) aller Fraktionen.



(Die Pfeile markieren die Positionen der Klammern.)

Protokollaufgaben: Tragen Sie in einem Diagramm die Kopftemperatur gegen die Zeit auf.

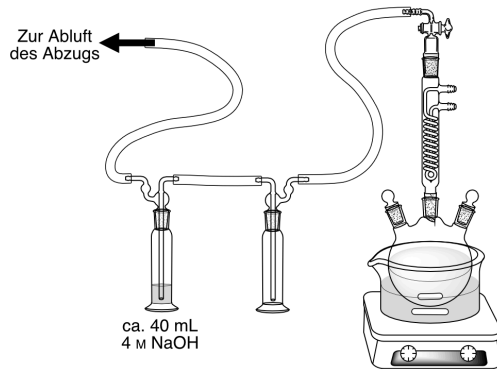
Bestimmen Sie die Ausbeuten aller Fraktionen und geben Sie entsprechenden Brechungsindizes an.

Substanz	Sdp. (1013 mbar) [°C]	n_D^{20}
Pentan	35–36	1.358
Heptan	98	1.387
Decan	174	1.410

1. Präparat: Radikalische Substitution

Allgemeine Vorschrift 1:

Apparatur:



Durchführung:

In dem Dreihalskolben werden 100 mmol der zu chlorierenden Verbindung und 6.7 mL (11.2 g, 83 mmol, 0.8 Äq.) Sulfurylchlorid vorgelegt und mit einer Spatelspitze Azobis(isobutyronitril) (AIBN) versetzt. Das Gemisch wird drei Stunden unter Rückfluss erhitzt, wobei nach etwa einer Stunde eine weitere Spatelspitze AIBN zugesetzt wird. Nach Abkühlen wird die Lösung im Scheidetrichter zwei Mal mit je 20 mL H₂O gewaschen, die organische Phase über MgSO₄ getrocknet und im Vakuum über eine Vigreux-Kolonnen fraktioniert destilliert.

Allgemeine Anmerkungen:

Azobis(isobutyronitril) (AIBN) wird vom Saalassistenten ausgegeben. Die Benzylchloride **1.2**, **1.3** und **1.4** sind haut- und tränenreizend, daher **immer** im Abzug arbeiten und Schutzhandschuhe benutzen, auch bei der Bestimmung des Brechungsindexes! Auch kleine Reste an Benzylchloriden müssen **stets** und **sofort** durch Eintragen in Ethanol/NH_{3(aq)} vernichtet werden. Bei Verätzungen auf der Haut zuerst mit Ethanol waschen, nicht mit H₂O.

Überschüssiges Sulfurylchlorid wird portionsweise in viel Wasser eingegossen und dieses sofort mit NaOH neutralisiert. Dabei jeweils warten, bis die vorherige Menge zersetzt ist.

1.1 Chlorcyclohexan

Literatur: Organikum (23. Aufl.), S. 203; Brückner, S. 79 (Apparatur u. Allg. Durchführung)

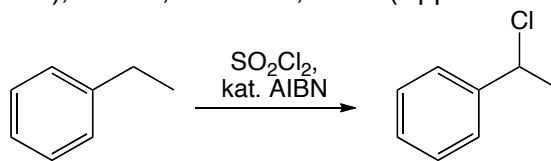


Versuchsvorschrift: Entsprechend der *Allgemeinen Vorschrift 1* aus 10.8 mL (8.4 g) Cyclohexan.

Ausbeute: 60 % **Analytik:** Siedepunkt (48 °C/15 mbar), Brechungsindex ($n_D^{20}=1.4626$)

1.2 1-Phenylethylchlorid

Literatur: Organikum (23. Aufl.), S. 203; Brückner, S. 79 (Apparatur u. Allg. Durchführung)

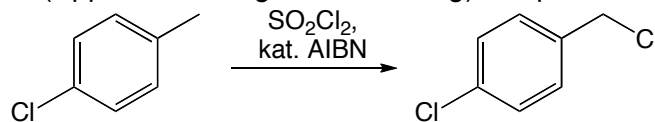


Versuchsvorschrift: Entsprechend der *Allgemeinen Vorschrift 1* aus 12.2 mL (10.6 g) Ethylbenzol.

Ausbeute: 85 % **Analytik:** Siedepunkt (77 °C/20 mbar), Brechungsindex ($n_D^{20}=1.5278$)

1.3 4-Chlorbenzylchlorid

Literatur: Brückner, S. 79 (Apparatur u. Allg. Durchführung), Präp. 1-1, S. 81

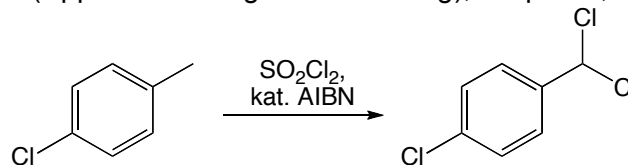


Versuchsvorschrift: Entsprechend der *Allgemeinen Vorschrift 1* aus 11.9 mL (12.7 g) 4-Chlor-toluol. Das Produkt wird als farblose Flüssigkeit erhalten, die nach einiger Zeit im Kolben fest wird.

Ausbeute: 65–75 % **Analytik:** Siedepunkt (90–98 °C/20 mbar), Schmelzpunkt (28 °C)

1.4 1-Chlor-4-(dichlormethyl)benzol

Literatur: Brückner, S. 79 (Apparatur u. Allg. Durchführung), Präp. 1-1, S. 82



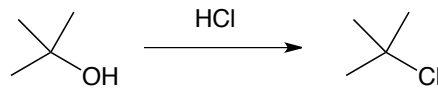
Versuchsvorschrift: Entsprechend der *Allgemeinen Vorschrift 1* aus 6.0 mL (6.4 g, 50 mmol) 4-Chlortoluol und 10.1 mL (16.9 g, 125 mmol, 2.5 Äq.) Sulfurylchlorid.

Ausbeute: 45–55 % **Analytik:** Siedepunkt (110–120 °C/20 mbar), Brechungsindex ($n_D^{20}=1.567$)

2. Präparat: Nucleophile Substitution

Halogenierung von Alkoholen

2.1 2-Chlor-2-methylpropan (tert-Butylchlorid)

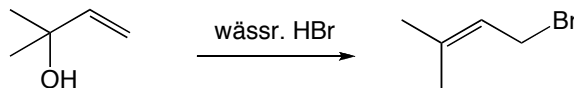


Versuchsvorschrift: 25 mL konzentrierte Salzsäure werden in einem Eisbad auf etwa 0 °C gekühlt und in einen 100-mL-Scheidetrichter gegeben. Es werden 9.5 mL (7.4 g, 0.1 mol) *tert*-Butanol und 11.1 g (0.1 mol) wasserfreies CaCl₂ hinzugegeben. Über einen Zeitraum von 30 min wird die Mischung von Zeit zu Zeit geschüttelt, wobei der entstehende Überdruck abgelassen werden muss. Nach Trennung der Phasen wird die organische Phase vorsichtig mit 10 mL eiskalter 5-%iger NaHCO₃-Lösung (CO₂-Entwicklung!) und 3 × 10 mL eiskaltem Wasser gewaschen. Die organische Phase wird über Na₂SO₄ getrocknet und bei Normaldruck fraktioniert destilliert.

Ausbeute: 78–88 % **Analytik:** Siedepunkt (50–52 °C/1013 mbar)

2.2 1-Brom-3-methylbut-2-en

Literatur: Brückner, Präp. 2-3, S. 91



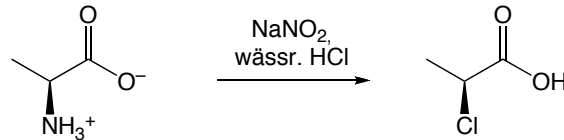
Versuchsvorschrift: In einem 100-mL-Dreihalskolben mit Tropftrichter und Innenthermometer werden 10.8 g (125 mmol) 2-Methylbut-3-en-2-ol vorgelegt und auf 0 °C abgekühlt. Unter kräftigem Rühren werden 50 mL (74.0 g, 439 mmol, 3.5 Äq.) wässrige Bromwasserstoffsäure so zugetropft, dass die Innentemperatur nicht über 5 °C steigt. Das Gemisch wird weitere 30 min bei 0 °C gerührt und anschließend die entstandene ölige Phase abgetrennt. Die wässrige Phase wird zwei mal mit je 50 mL Cyclohexan extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden mit 15 mL eiskalter 5-%iger NaHCO₃-Lösung gewaschen (CO₂-Entwicklung!) und über NaSO₄ getrocknet. Das Lösungsmittel wird am Rotationsverdampfer entfernt und der Rückstand über eine Vigreuxkolonne fraktioniert destilliert.

Ausbeute: 60–75 % **Analytik:** Siedepunkt (65–67 °C/90 mbar), Brechungsindex ($n_D^{20} = 1.490$)

Halogenierung von Aminosäuren

2.3 S-(–)-2-Chlorpropionsäure

Literatur: Brückner, Präp. 2-17, S. 106

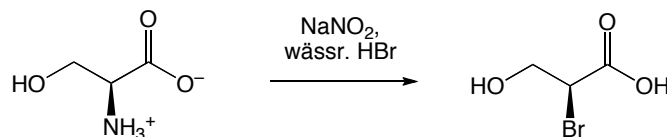


Versuchsvorschrift: Als Reaktionsapparatur wird ein 500-mL-Dreihalskolben mit Rückflusskühler, Tropftrichter und Innenthermometer verwendet. Auf den Rückflusskühler wird ein Gasableitungsrohr gesetzt, von dem ein Schlauch in den Abluftkanal des Abzugs gelegt wird, um entstehende nitrose Gase abzuleiten. In dem Kolben werden 4.46 g (50 mmol) L-Alanin und 65 mL konz. HCl vorgelegt und auf 0 °C gekühlt. Unter kräftigen Rühren wird eine eisgekühlte Lösung⁵ von 5.50 g (80 mmol, 1.6 Äq.) NaNO₂ in 20 mL H₂O so zugetropft, dass die Innentemperatur nicht über 5 °C steigt. Nach Zugabe wird die Reaktionslösung auf Raumtemperatur erwärmt und anschließend zwei Stunden bei 30 °C gerührt. Eventuell vorhandene nitrose Gase können vorsichtig mit einem schwachen Argon-Strom aus der Apparatur geblasen werden. Anschließend werden 5.00 g festes Na₂CO₃ in kleinen Portionen in die Lösung eingetragen. Das Reaktionsgemisch wird mit 4 × 25 mL TMBE extrahiert. Die organischen Phasen werden mit 20 mL gesättigter NaCl-Lösung gewaschen und über Na₂SO₄ getrocknet. Das Lösungsmittel wird am Rotationsverdampfer entfernt und der Rückstand fraktioniert destilliert.

Ausbeute: 60–70 % **Analytik:** Siedepunkt (90–96 °C/15 mbar)

2.4 S-(–)-2-Brom-3-hydroxypropionsäure

Literatur: Brückner, Präp. 2-18, S. 107



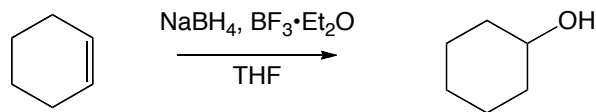
Versuchsvorschrift: Als Reaktionsapparatur wird ein 100-mL-Dreihalskolben mit Rückflusskühler, Tropftrichter und Innenthermometer verwendet. Auf den Rückflusskühler wird ein Gasableitungsrohr gesetzt, von dem ein Schlauch in den Abluftkanal des Abzugs gelegt wird, um entstehende nitrose Gase abzuleiten. In dem Kolben werden 5.3 g (50.0 mmol) L-Serin in 25 mL H₂O gelöst und mit 12 mL (17.7 g, 105.0 mmol, 2.10 Äq.) wässriger 48-%iger HBr-Lösung versetzt. Die Lösung wird mit einem Eis/Viehslz-Bad auf –10 °C abgekühlt und 4.3 g (62.5 mmol, 1.25 Äq.) NaNO₂ werden unter Rühren portionsweise so zugesetzt, dass die Innentemperatur nicht über 8 °C steigt. Dabei wird die nächste Portion des NaNO₂ immer erst dann zugegeben, wenn die braune Verfärbung verschwunden ist. Nach der Zugabe wird die Lösung auf 0 °C erwärmt und zwei Stunden bei dieser Temperatur gerührt. Eventuell vorhandene nitrose Gase können vorsichtig mit einem schwachen Argon-Strom aus der Apparatur geblasen werden. Die Lösung wird mit 4 × 50 mL TBME extrahiert und die vereinigten organischen Phasen über MgSO₄ getrocknet. Das Lösungsmittel wird am Rotationsverdampfer entfernt und der erhaltene Rückstand im Ölpumpenvakuum von Lösungsmittelresten befreit. Zur Analytik wird eine Dünnschichtchromatographie durchgeführt.

Ausbeute: 75–85 % **Analytik:** R_f = 0.32 (Ethylacetat/Cyclohexan 1:1)

⁵ Die Lösung wird vor dem Einfüllen in den Tropftrichter im Eisbad gekühlt und nach dem Einfüllen mit etwas Eis versetzt.

3. Präparat: Addition an C–C-Mehrfachbindungen

3.1 Cyclohexanol aus Cyclohexen

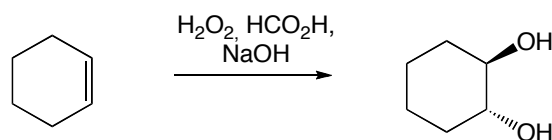


Versuchsvorschrift:⁶ In einem trockenen 500-mL-Dreihalskolben mit Rührer, Rückflusskühler, Thermometer und Tropftrichter werden 5.1 mL (4.1 g, 50 mmol) Cyclohexen und 1.1 g (30 mmol) NaBH₄ in 30 mL abs. Tetrahydrofuran vorgelegt und gerührt, bis eine feine Suspension entstanden ist. Innerhalb von 30 min wird ein Gemisch von 5.1 mL (42 mmol) Bortrifluorid-Etherat in 5 mL Tetrahydrofuran dazu getropft, wobei die Temperatur bei 20–25 °C verbleiben soll. Nach 2 h Rühren bei Raumtemperatur wird auf 5 °C (Innentemperatur) abgekühlt und bei dieser Temperatur 5 mL H₂O vorsichtig zu der Lösung getropft. Nach Erwärmen auf 30–40 °C und Zugabe von 10 mL 2 N NaOH wird das Organoboran durch Zutropfen von 8 mL 30-%iger H₂O₂-Lösung oxidiert, wobei die Temperatur nicht über 40 °C ansteigen soll. Es wird noch 20 min gerührt, die auf Raumtemperatur gekühlte Lösung sorgfältig mit festem NaCl gesättigt und mit 3 × 15 mL TBME ausgeschüttelt. Die vereinigten Etherphasen werden 2–3 mal mit je 15 mL gesättigter FeSO₄-Lösung gewaschen, bis sich die Farbe der FeSO₄-Lösung nicht mehr ändert und ein Test mit KI-Stärke-Papier negativ ausfällt. Die organische Phase wird über Na₂SO₄ getrocknet und das Lösungsmittel im Vakuum entfernt. Der Rückstand wird über eine Vigreuxkolonne fraktioniert destilliert.

Ausbeute: 81 % **Analytik:** Siedepunkt (70 °C/15 Torr), Brechungsindex (n_D^{20} =1.4652)

3.2 trans-Cyclohexan-1,2-diol

Literatur: Brückner, Präp. 3-4, S. 123

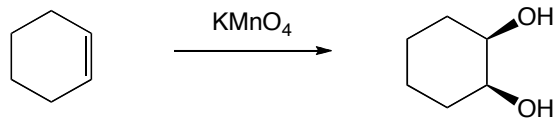


Versuchsvorschrift: In einem 100-mL-Dreihalskolben mit Rückflusskühler, Tropftrichter und Innenthermometer werden 50 mL 98-%ige Ameisensäure und 5.67 g (50 mmol) 30-%ige H₂O₂-Lösung vorgelegt. Unter Rühren werden langsam 5.6 ml (4.52 g, 55 mmol) Cyclohexen zugetropft, wobei die Innentemperatur 45 °C nicht übersteigen darf. Anschließend wird die Reaktionsmischung auf 40 °C erwärmt und 2 h gerührt. Nach Abkühlen auf Raumtemperatur wird ein Tropfen der Reaktionslösung auf Peroxide getestet (KI-Stärke-Papier). Bei einer positiven Reaktion (tiefbraune Verfärbung) wird die Lösung so lange weitergerührt, bis der Test negativ ausfällt. Wasser und Ameisensäure werden bei vermindertem Druck entfernt. Zu dem Rückstand wird eine kalte Lösung von 4.00 g NaOH in 25 mL H₂O so zugetropft, dass die Innentemperatur nicht über 40 °C steigt, und die Lösung 30 Minuten bei 40 °C gerührt. Nach Abkühlen wird das Reaktionsgemisch mit 2 M HCl neutralisiert. Die Lösung wird mit 6 × 30 mL Ethylacetat extrahiert, die vereinigten organischen Phasen über Na₂SO₄ getrocknet und am Rotationsverdampfer auf etwa 10–20 mL eingengt. Die Lösung wird auf 0 °C gekühlt, die ausfallenden Kristalle abgesaugt und im Vakuum getrocknet.

Ausbeute: 55–60 % **Analytik:** Schmelzpunkt (98–100 °C)

⁶ **ACHTUNG** Diboran ist giftig! Im Abzug arbeiten und Schutzhandschuhe tragen.

3.3 cis-Cyclohexan-1,2-diol

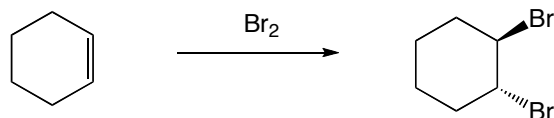


Versuchsvorschrift: In einem 500-mL-Dreihalskolben mit Tropftrichter und Innenthermometer werden zu einer gerührten Lösung von 2.6 mL (2.1 g, 25.0 mmol) Cyclohexen in 100 mL Ethanol eine Lösung von 4.0 g (25.0 mmol) KMnO_4 und 6.2 g (25.0 mmol) MgSO_4 in 60 mL Wasser bei $-15\text{ }^\circ\text{C}$ bis $-20\text{ }^\circ\text{C}$ (Eis-Kochsalz-Kältebad) innerhalb von 60 Minuten zugetropft. Es wird weitere 2 Stunden bei RT gerührt, der abgeschiedene Niederschlag aus Braunstein über einen großen Büchnertrichter abgesaugt und dreimal mit je 10 mL Aceton gewaschen. Ist das Filtrat nicht klar, so wird nochmals abgesaugt. Das Filtrat wird auf ca. 30 mL eingedampft, mit Natriumchlorid gesättigt und 4–5 mal mit je 15 mL Dichlormethan extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden mit MgSO_4 getrocknet, das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer entfernt und der so erhaltene Rückstand in der Hitze aus Toluol umkristallisiert.

Ausbeute: etwa 0.8 g (ca. 25 %) **Analytik:** Schmelzpunkt ($94\text{--}96\text{ }^\circ\text{C}$)

3.4 trans-1,2-Dibromcyclohexan

Literatur: Brückner, Präp. 3-8, S. 128



Versuchsvorschrift: In einem 500-mL-Dreihalskolben mit Tropftrichter und Innenthermometer werden 10.4 mL (8.4 g, 100 mmol) Cyclohexen in 75 mL Cyclohexan gelöst und auf $0\text{ }^\circ\text{C}$ gekühlt. Unter Rühren werden 13.6 g (85 mmol) Brom, gelöst in 20 mL Cyclohexan, so zugetropft, dass die Innentemperatur nicht über $5\text{ }^\circ\text{C}$ steigt und sich die Lösung schnell entfärbt. Nach Beendigung der Zugabe wird die Reaktionslösung noch weitere 30 Minuten bei $0\text{ }^\circ\text{C}$ gerührt. Zu der Lösung werden 5 g wasserfreies K_2CO_3 gegeben, 10 Minuten bei Raumtemperatur gerührt und der Niederschlag abfiltriert. Das Lösungsmittel wird am Rotationsverdampfer entfernt und der Rückstand fraktioniert destilliert.

Ausbeute: 90–95 % **Analytik:** Siedepunkt ($109\text{--}110\text{ }^\circ\text{C}/25\text{ mbar}$), Brechungsindex ($n_D^{20}=1.551$)

Polymerisationsreaktionen (Gruppenversuche)

P.1 Kationische Polymerisation von Styrol

Versuchsvorschrift: In einem Reagenzglas wird zu 3 mL frisch destilliertem Styrol⁷ nur (!) 1 Tropfen konz. Schwefelsäure gegeben und vorsichtig durchgeschüttelt. Nach Abklingen der Wärmeentwicklung werden nochmals 1–2 Tropfen konz. Schwefelsäure zugesetzt und die Lösung nach einiger Zeit im Eisbad abgekühlt. Protokollieren und deuten Sie Ihre Beobachtungen.

P.2 Radikal-initiierte Polymerisation und deren Inhibierung von Styrol

Versuchsvorschrift: In saubere Reagenzgläser werden folgende Proben gegeben und die Substanzen durch Schütteln völlig aufgelöst:

- 1) 2 mL Styrol + eine kleine Spatelspitze Dibenzoylperoxid
- 2) 2 mL Styrol + eine kleine Spatelspitze Hydrochinon
- 3) 2 mL Styrol

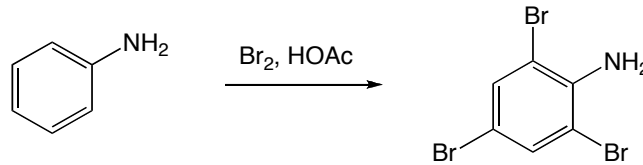
Die mit Aluminiumfolie abgedeckten Reagenzgläser werden im Ölbad 3 h auf 80 °C erwärmt. Was beobachten Sie nach Abkühlen der Proben?

⁷ Das für die Versuche benötigte Styrol ist durch Destillation weitgehend vom Stabilisator befreit und wird im Kühlschrank aufbewahrt.

4. Präparat: Aromatische Substitution

4.1 2,4,6-Tribromanilin

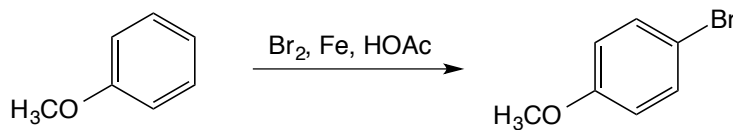
Literatur: Brückner, Präp. 5-2, S. 154



Versuchsvorschrift: In einem 100-mL-Rundkolben mit Tropftrichter werden zu einer Lösung von 2.8 g (30.0 mmol) Anilin in 15 mL Eisessig bei 0 °C unter Rühren eine Lösung von 14.8 g (92.5 mmol, 3.08 Äq.) Brom in 15 mL Eisessig getropft. (*Anm.:* Eisessig gefriert bei 17 °C. Falls notwendig, die Reaktionslösung kurz auftauen lassen.) Nach Beendigung der Zugabe wird noch weitere 15 min unter Kühlung weiter gerührt und die Lösung anschließend auf 100 mL Eiswasser gegeben. Falls die Lösung durch überschüssiges Brom noch gefärbt ist, wird so lange 5-%ige NaHSO₃-Lösung zugegeben, bis eine Entfärbung eintritt. Der aufgefallene Feststoff wird abgesaugt und mit H₂O bis zur Neutralität des Waschwasser gewaschen. Das erhaltene Rohprodukt wird aus Ethanol umkristallisiert und im Ölpumpenvakuum getrocknet.

Ausbeute: 80–85 % **Analytik:** Schmelzpunkt (119–120 °C)

4.2 4-Bromanisol

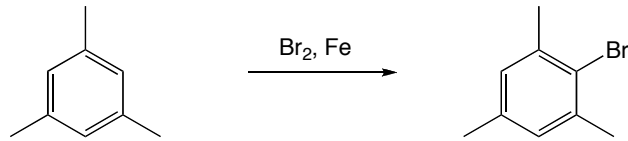


Versuchsvorschrift: In einem 100-mL-Rundkolben mit Tropftrichter werden 5.4 g (50 mmol) Anisol in 20 mL Eisessig gelöst. Die Lösung wird mit 0.1 g Eisenpulver versetzt und auf 5 °C abgekühlt. (*Anm.:* Eisessig gefriert bei 17 °C. Falls notwendig, die Reaktionslösung kurz auftauen lassen.) Über zwei Stunden wird unter Rühren eine Lösung von 8.0 g (50 mmol, 1 Äq.) Brom in 15 mL Eisessig zugetropft. Das Gemisch wird noch 20 Minuten bei 5 °C gerührt, dann auf Raumtemperatur erwärmt und weitere 30 Minuten gerührt. Anschließend wird die Lösung in 100 mL Eiswasser gegeben. Falls die Lösung durch überschüssiges Brom noch gefärbt ist, wird so lange 5-%ige NaHSO₃-Lösung zugegeben, bis eine Entfärbung eintritt. Die Suspension wird zwei Mal mit je 80 mL Diethylether extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden mit 20 mL H₂O, 30 mL 10-%iger NaOH-Lösung und wieder mit 20 mL H₂O gewaschen und anschließend über Na₂SO₄ getrocknet. Die Lösungsmittel werden am Rotationsverdampfer entfernt und der Rückstand im Vakuum fraktioniert destilliert.

Ausbeute: 80 % **Analytik:** Siedepunkt (108 °C/27 mbar), Brechungsindex ($n_D^{20}=1.5605$)

4.3 Brommesitylen

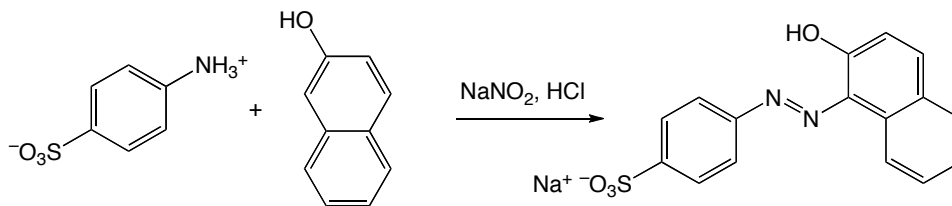
Literatur: Organikum (23. Aufl.), S. 372f, Variante B (ohne Fußnote 3)



Versuchsvorschrift: Als Reaktionsapparatur wird ein 100-mL-Dreihalskolben mit Rückflusskühler, Tropftrichter und Gasableitungsrohr verwendet. In den Kolben werden 6.0 g (50 mmol) Mesitylen und 0.1 g Eisenpulver gegeben. Dazu werden bei Raumtemperatur 8.0 g (50 mmol, 1 Äq.) Brom getropft. Ist nach Zugabe von wenig Brom die Reaktion noch nicht angesprungen (erkennbar an einer HBr-Entwicklung), wird die Lösung auf ca. 40 °C erwärmt. Nach Einsetzen der Reaktion wird bei Raumtemperatur weitergearbeitet. Nach Beendigung der Zugabe wird die Lösung über Nacht stehen gelassen und am nächsten Tag nacheinander mit je 10 mL 5-%iger NaHSO₃-Lösung, 10-%iger NaOH-Lösung und Wasser gewaschen. Die organische Phase wird über MgSO₄ getrocknet und im Vakuum fraktioniert destilliert.

Ausbeute: 40 % **Analytik:** Siedepunkt (105 °C/21 mbar), Brechungsindex (n_D^{20} = 1.553)

4.4 Natrium-4-[2-(4-hydroxy-1-naphthalenyl)diazenyl]-benzolsulfonat (β-Naphtholorange)



Versuchsvorschrift: In einem Erlenmeyerkolben werden 1.7 g (10 mmol, 1.0 Äq.) 4-Aminobenzolsulfonsäure in 10 mL 2 N NaOH-Lösung gelöst und mit 10 mL 10-%iger NaNO₂-Lösung versetzt. Diese Lösung wird unter Rühren zu 10 mL eisgekühlter 4 N HCl gegeben, wobei die Temperatur nicht über 5 °C steigen sollte. Die entstandene Suspension wird mit einer gerührten Lösung von 1.4 g (10 mmol, 1.0 Äq.) 2-Naphthol in 20 mL 2 N NaOH vermischt und 30 Minuten bei Raumtemperatur ohne Rühren stehen gelassen. Nach Ablauf dieser Zeit werden 40 mL gesättigte NaCl-Lösung zur Vervollständigung der Kristallisation zugegeben. Die entstandenen Plättchen werden abgesaugt, mit kaltem Wasser gewaschen und an der Luft getrocknet.

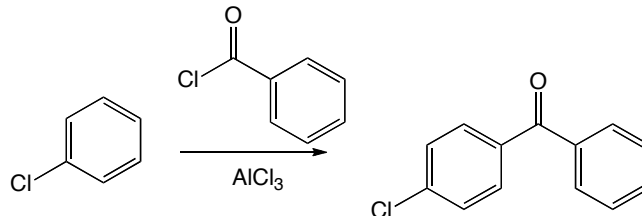
Ausbeute: etwa 2.8 g (ca. 80 %) **Analytik:** Schmelzpunkt (260 °C, Zersetzung)

5. Präparat: *Friedel-Crafts* Reaktionen

Friedel-Crafts Acylierungen

5.1 4-Chlorbenzophenon

Literatur: Brückner, Präp. 5-26, S. 179

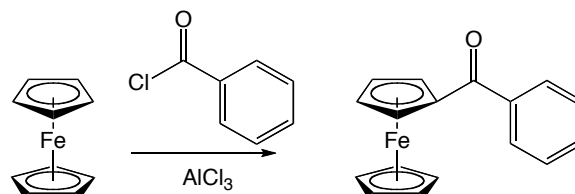


Versuchsvorschrift: In einem 100-mL-Dreihalskolben mit Rückflusskühler, Tropftrichter und Gasableitungsrohr werden 4.8 g (36.0 mmol, 1.13 Äq.) wasserfreies AlCl_3 und 16.6 g (147.0 mmol, 4.6 Äq.) Chlorbenzol vorgelegt. Dazu werden unter Rühren langsam 4.5 g (32.0 mmol) Benzoylchlorid getropft. Nach Zugabe wird die Reaktionsmischung 1 h bei 100 °C und weitere 2 h bei 120 °C gerührt. Die Lösung wird auf Raumtemperatur abgekühlt, mit 20 mL Eis und 15 mL konz. HCl versetzt und 5 min gerührt. Die Phasen werden getrennt und die wässrige Phase mit 3×10 mL Toluol extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden mit 20 mL H_2O gewaschen und anschließend über MgSO_4 getrocknet. Das Lösungsmittel wird am Rotationsverdampfer entfernt und der Rückstand aus Ethanol umkristallisiert.

Ausbeute: 80–90 % **Analytik:** Schmelzpunkt (75–76 °C)

5.2 Benzoylferrocen

Literatur: Brückner, Präp. 5-27, S. 180

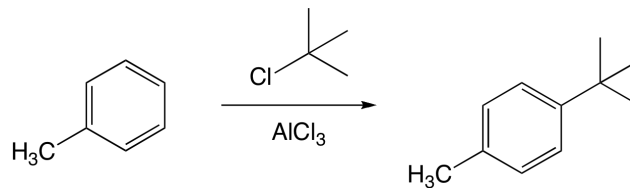


Versuchsvorschrift: In einer sorgfältig getrockneten und argongespülten Apparatur, bestehend aus einem 100-mL-Dreihalskolben mit Tropftrichter und Gasableitungsrohr, werden 1.86 g (10.0 mmol) Ferrocen, 1.41 g (10.0 mmol, 1.00 Äq.) Benzoylchlorid und 20 mL CH_2Cl_2 vorgelegt. Das Gemisch wird auf 0 °C abgekühlt und unter Rühren werden im Argongegenstrom 1.49 g (10.5 mmol, 1.05 Äq.) wasserfreies AlCl_3 in drei Portionen im Abstand von etwa 5 Minuten zugegeben. Die Lösung wird 30 Minuten unter Eiskühlung und weitere 2 h bei Raumtemperatur gerührt. Nach erneuten Abkühlen auf 0 °C wird das Reaktionsgemisch mit 20 mL H_2O versetzt und 30 min kräftig gerührt. Die Phasen werden getrennt und die wässrige Phase mit 2×20 mL CH_2Cl_2 extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden mit 10 mL H_2O und 2×10 mL 10-%iger NaOH-Lösung gewaschen und anschließend über MgSO_4 getrocknet. Das Lösungsmittel wird am Rotationsverdampfer entfernt. Der Rückstand ist eine viskose, rote Flüssigkeit, die langsam erstarrt. Der so erhaltene Feststoff wird aus Cyclohexan umkristallisiert und im Ölpumpenvakuum getrocknet.

Ausbeute: 60–65 % **Analytik:** Schmelzpunkt (108 °C)

Friedel-Crafts Alkylierungen

5.3 4-*tert*-Butyltoluol

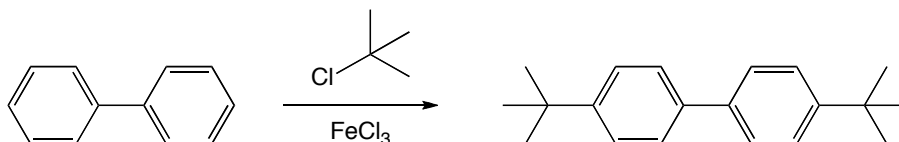


Versuchsvorschrift: In einem 100-mL-Dreihalskolben mit Rührmagneten, Gasableitungsrohr, Tropftrichter und Innenthermometer werden 1.0 g (7.5 mmol) Aluminiumchlorid in 40.0 mL (34.8 g, 380.0 mmol) Toluol suspendiert. Zu dieser Reaktionsmischung werden unter heftigem Rühren 8.2 mL (6.9 g, 75.0 mmol) *tert*-Butylchlorid zugegeben. Dabei werden zunächst einige Milliliter *tert*-Butylchlorid ohne Kühlung zugegeben und gewartet, bis die Reaktion anspringt (erkennbar durch eine Farbänderung und HCl-Entwicklung). Dann wird der Rest *tert*-Butylchlorid so zugegeben, dass die Innentemperatur 20 °C nicht übersteigt. Nach Beendigung der HCl-Entwicklung wird die Reaktionsmischung auf 100 mL Eiswasser gegossen. Die organische Phase wird abgetrennt, mit 50 mL Wasser, 50 mL gesättigter NaHCO₃-Lösung, und wiederum mit Wasser bis zur Neutralität gewaschen, und anschließend über MgSO₄ getrocknet. Das Lösungsmittel wird am Rotationsverdampfer entfernt. Das Produkt wird nach fraktionierter Destillation als farblose Flüssigkeit erhalten.

Ausbeute: ca. 75 % **Analytik:** Siedepunkt (56 °C/10 mbar), Brechungsindex ($n_D^{20}=1.492$)

5.4 4,4'-*Di-tert*-butylbiphenyl

Literatur: Brückner, Präp. 5-17, S. 170



Versuchsvorschrift: In einem 100-mL-Dreihalskolben mit Rührmagneten, Rückflusskühler mit Gasableitungsrohr, Tropftrichter und Innenthermometer werden 4.6 g (30.0 mmol) Biphenyl in 25 mL CH₂Cl₂ gelöst und mit 8.3 g (90.0 mmol, 3.0 Äq.) *tert*-Butylchlorid versetzt. Bei Raumtemperatur und unter Rühren werden 0.2 g (1.2 mmol, 4.0 mol%) wasserfreies FeCl₃ zugegeben. Dabei wird der Kolben in einem Wasserbad gekühlt, um eine Erwärmung des Reaktionsgemisches durch die exotherme Reaktion zu vermeiden. Nach Beendigung der Zugabe wird die Lösung auf 35 °C erwärmt und 30 Minuten bei dieser Temperatur gerührt. Nach Abkühlen wird das Reaktionsgemisch mit 20 mL kalter 10-%iger wässriger HCl in einem Scheidetrichter gewaschen. Die Phasen werden getrennt und die wässrige Phase dreimal mit je 15 mL CH₂Cl₂ extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden mit 15 mL H₂O gewaschen und über Na₂SO₄ getrocknet. Das Lösungsmittel wird am Rotationsverdampfer entfernt und der Rückstand aus Ethanol umkristallisiert.

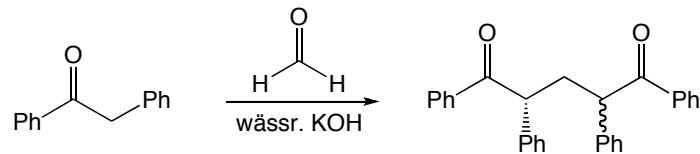
Ausbeute: 70–75 % **Analytik:** Schmelzpunkt (127–128 °C)

6. Präparat: Carbonylreaktionen I – Addition von Enolaten an Carbonylverbindungen

Aldolreaktionen

6.1 1,2,4,5-Tetraphenylpentan-1,5-dion

Literatur: Brückner, Präp. 13-26, S. 354

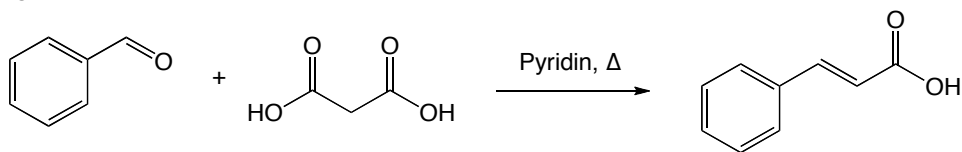


Versuchsvorschrift: Im Reaktionskolben werden 5.00 g (25.5 mmol, 2.0 Äq.) 1,2-Diphenylethanon (Deoxybenzoin) in 20 mL Ethanol suspendiert. Dazu werden unter Rühren 1.25 g (12.5 mmol) 30-%ige wässrige Formaldehyd-Lösung und eine Lösung von 1.75 g (53 mmol, 2.1 Äq.) KOH in einem Gemisch aus 17 mL H₂O und 10 mL Ethanol getropft. Die Suspension wird zwei Stunden kräftig gerührt. Der entstandene Niederschlag wird abgesaugt und aus Ethanol umkristallisiert.

Ausbeute: 55–60 % **Analytik:** Schmelzpunkt (144–145 °C)

6.2 Zimtsäure

Literatur: Organikum (23. Aufl.), S. 534f (Variante B)

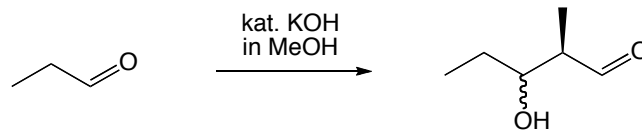


Versuchsvorschrift: In einem Kolben werden 12.5 g (120 mmol, 1.2 Äq.) Malonsäure in 20 mL Pyridin gelöst und nach Abklingen der schwach exothermen Reaktion mit 10.2 mL (10.6 g, 100 mmol) Benzaldehyd und 1.0 mL (0.9 g, 10 mmol, 10 mol%) Piperidin versetzt. Die Lösung wird 2 h lang bei 100 °C gerührt und anschließend zum Abkühlen auf ein Gemisch aus ca. 20 g Eis und 5 mL konz. HCl gegossen, wobei sich das Produkt als weißer Niederschlag abscheidet. Das Gemisch wird 30 Minuten zur Vervollständigung der Fällung auf 0 °C gekühlt und der Niederschlag abgesaugt. Das Produkt wird aus 70-%igem Ethanol (Ethanol/H₂O 3:1) umkristallisiert und im Ölpumpenvakuum getrocknet.

Ausbeute: 85 % **Analytik:** Schmelzpunkt (136 °C)

6.3 3-Hydroxy-2-methylpentanal

Literatur: Brückner, Präp. 13-9, S. 336

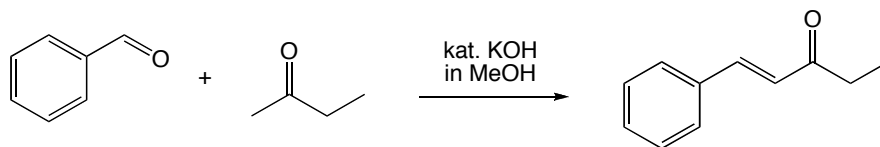


Versuchsvorschrift: In einem 100-mL-Dreihalskolben mit Innenthermometer und Septum werden 5.8 g (100 mmol) Propionaldehyd in 10 mL *tert*-Butylmethylether gelöst und auf 10 °C gekühlt. Unter Rühren werden 0.95 mL (2 mmol, 2.0 mol%) einer 15-%igen Lösung von KOH in Methanol getropft, wobei die Temperatur zwischen 10 und 15 °C gehalten werden soll. Die Lösung wird 1.5 Stunden bei Raumtemperatur gerührt und anschließend mit 0.12 mL (2 mmol) Eisessig auf pH 7 eingestellt, wobei sich ein Niederschlag von Kaliumacetat bildet. Die Lösung wird über Na₂SO₄ getrocknet, die Lösungsmittel am Rotationsverdampfer entfernt und der Rückstand im Vakuum fraktioniert destilliert.

Ausbeute: 50–60 % **Analytik:** Siedepunkt (84–86 °C/15 mbar), Brechungsindex ($n_D^{20}=1.437$)

6.4 *trans*-1-Phenylpent-1-en-3-on

Literatur: Brückner, Präp. 13-11, S. 338



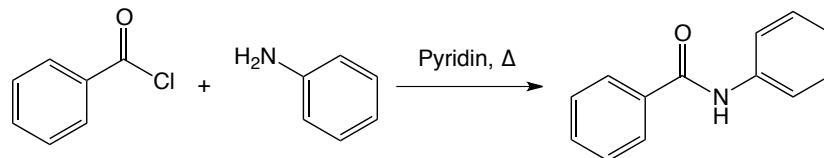
Versuchsvorschrift: In einem 100-mL-Dreihalskolben mit Innenthermometer und Septum werden 10.3 g (100.0 mmol) Benzaldehyd und 21.7 g (300.0 mmol, 3.0 Äq.) 2-Butanon in 20 mL Methanol gelöst. Unter Rühren werden 2.5 mL (5.3 mmol, 5.3 mol%) einer 15-%igen Lösung von KOH in Methanol aus einer Spritze zugetropft, wobei die Temperatur zwischen 20 und 25 °C gehalten werden soll. Das Gemisch wird für 3 Stunden bei Raumtemperatur gerührt. Die Lösung wird anschließend mit 80 mL Wasser versetzt und vier Mal mit je 50 mL TBME extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden über MgSO₄ getrocknet und das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer entfernt. Der Rückstand wird über eine Mikrodestillationsapparatur fraktioniert destilliert. Gegebenenfalls vorzeitig erstarrtes Produkt kann mit der Heizpistole wieder verflüssigt werden. Bei Bedarf kann die erhaltene Hauptfraktion aus Cyclohexan umkristallisiert und im Ölpumpenvakuum getrocknet werden.

Ausbeute: 60–70 % **Analytik:** Schmelzpunkt (37–38 °C)

7. Präparat: Carbonylreaktionen II – Nukleophile Substitutionen an Carbonylverbindungen

Carbonsäureamide

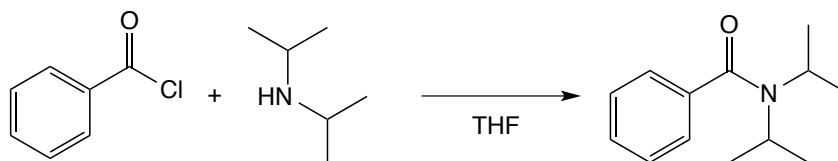
7.1 N-Phenylbenzamid



Versuchsvorschrift: In einem 100-mL-Rundkolben werden 2.3 g (25 mmol) Anilin in 50 mL Pyridin gelöst. Unter Eiskühlung werden 3.9 g (28 mmol, 1.2 Äq.) Benzoylchlorid vorsichtig zu getropft und die Lösung wird anschließend drei Stunden unter Rückfluss erhitzt. Das Lösungsmittel wird über eine Claisenbrücke abdestilliert. Der Rückstand wird in 50 mL Dichlormethan aufgenommen und zwei mal mit 50 mL Wasser gewaschen. Die organische Phase wird über MgSO_4 getrocknet und das Lösungsmittel anschließend im Vakuum entfernt. Das erhaltene Rohprodukt wird aus Toluol umkristallisiert und das N-Phenylbenzamid in Form farbloser Kristalle erhalten.

Ausbeute: 69 % **Analytik:** Schmelzpunkt (163 °C)

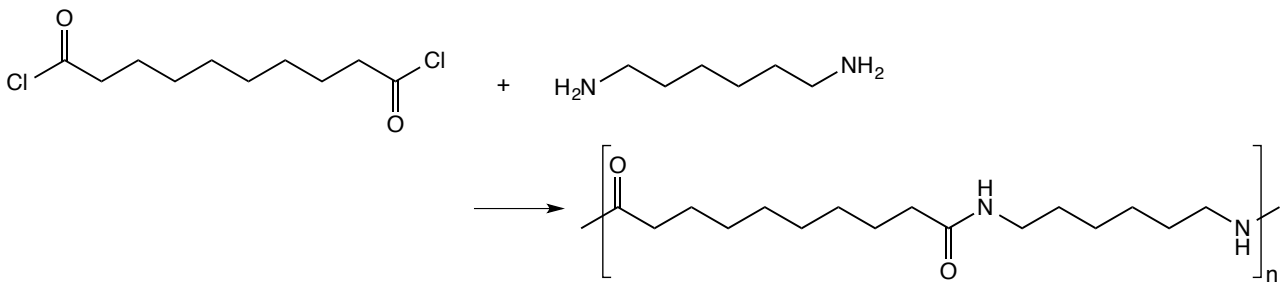
7.2 N,N-Diisopropylbenzamid



Versuchsvorschrift: In einem 250-mL-Rundkolben (mit großem Rührfisch) werden 3.5 g (25 mmol) Benzoylchlorid in 150 mL THF vorgelegt und auf 0 °C abgekühlt. Dazu werden über 10 Minuten 5.6 g (55 mmol, 2.2 Äq.) Diisopropylamin getropft. Die Reaktionsmischung wird drei Stunden gerührt und anschließend mit 40 mL H_2O versetzt. Die Phasen werden getrennt und die wässrige Phase dreimal mit je 30 mL Diethylether extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden mit 3 × 30 mL 1 M HCl und 3 × 20 mL gesättigter NaHCO_3 -Lösung gewaschen und über MgSO_4 getrocknet. Die Lösungsmittel werden am Rotationsverdampfer entfernt. Der erhaltene ölige Rückstand kristallisiert nach einiger Zeit (evtl. über Nacht) und wird aus Cyclohexan umkristallisiert. Das erhaltene Produkt wird im Ölpumpenvakuum getrocknet.

Ausbeute: 86 % **Analytik:** Schmelzpunkt (70–72 °C)

P.3 Herstellung eines synthetischen Polyamids (Nylon 6.10) (Gruppenversuch)

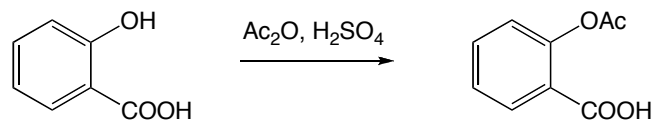


Versuchsvorschrift: Ein Reagenzglas wird an der Innenwand mit Paraffinöl eingerieben und mit 2 mL einer Lösung von Sebacinsäuredichlorid in Dichlormethan (12.7 mL Sebacinsäuredichlorid in 1 L Dichlormethan) befüllt. Anschließend wird die organische Phase vorsichtig mit 3 mL einer wässrigen Hexamethyldiamin-Lösung (4.5 g Hexamethyldiamin und 3 g NaOH in 380 mL Wasser) überschichtet. An der Phasengrenze entsteht eine „Haut“, die nach etwa einer Minute mit einer Pasteurpipette hochgezogen wird. Es bildet sich ein Faden, der sich auf die Pipette wickeln lässt.

Veresterungen

7.3 2-Acetoxybenzoesäure (Acetylsalicylsäure)

Literatur: Brückner, Präp. 6-10, S. 213

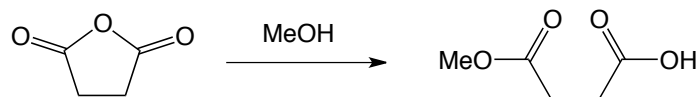


Versuchsvorschrift: Im Reaktionskolben werden 6.13 g (60.0 mmol, 1.2 Äq.) Essigsäureanhydrid und 6.91 g (50.0 mmol) Salicylsäure vorgelegt und mit 2 Tropfen konz. H₂SO₄ versetzt. Nach Abklingen der exothermen Reaktion wird das Gemisch 2–3 Stunden bei 100 °C Ölbadtemperatur gerührt. Das Gemisch wird auf Raumtemperatur abgekühlt und auf 40 mL Eiswasser gegeben. Der Niederschlag wird abgesaugt, aus H₂O umkristallisiert und im Ölpumpenvakuum getrocknet.

Ausbeute: 75–80 % **Analytik:** Schmelzpunkt (134–136 °C)

7.4 Bernsteinsäuremonomethylester

Literatur: Brückner, Präp. 6-11, S. 214



Versuchsvorschrift: In einem Reaktionskolben mit Rückflusskühler werden 12.5 g (125 mmol) Bernsteinsäureanhydrid in 6.1 mL (150 mmol, 1.2 Äq.) absolutem Methanol suspendiert und unter Rückfluss erhitzt, bis eine homogene Lösung entstanden ist (ca. 15–30 Minuten). Daraufhin wird das Heizbad so weit abgesenkt, dass das Reaktionsgemisch im Kolben nur noch etwa zur Hälfte ins Heizbad eintaucht, und das Gemisch weitere 20 Minuten gerührt. Nach Abkühlen wird das Methanol am Rotationsverdampfer unter vermindertem Druck entfernt. Der ölige Rückstand wird unter kräftigem Rühren mit dem Spatel im Wasserbad abgekühlt und der so erhaltene Rückstand im Ölpumpenvakuum getrocknet.

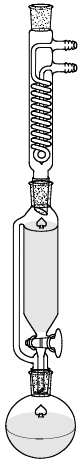
Ausbeute: 94–98 % **Analytik:** Schmelzpunkt (57–58 °C)

8. Präparat: Carbonylreaktionen III – Nukleophile Substitution des Carbonylsauerstoffs

Enamine

Allgemeine Vorschrift 2:

Apparatur:



Rückflusskühler

(Achtung: das untere Ende des Kühlers darf nicht in das Lösungsmittel im Tropftrichter eintauchen! Evtl. den Kühler tauschen.)

Tropftrichter (randvoll mit dem benötigten Lösungsmittel),

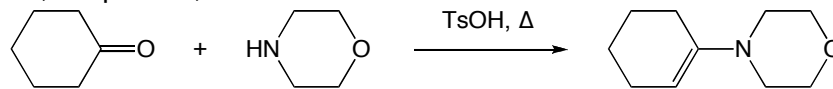
Hahn geschlossen

Reaktionskolben (mit minimaler Lösungsmittelmenge, ca. 20 mL)

Durchführung: Im Reaktionskolben werden 200.0 mmol des Ketons und 250.0 mmol (1.25 Äq.) des sekundären Amins in 20 mL Toluol gelöst und mit 0.5 g (2.6 mmol, 1.30 mol%) *p*-Toluolsulfonsäure-Monohydrat versetzt. Das Gemisch wird so lange bei einer Ölbadtemperatur von ca. 130 °C unter Rückfluss erhitzt, bis sich kein Wasser mehr unten im Tropftrichter abscheidet (ca. 2–3 Stunden). Wurde *p*-Toluolsulfonsäure-Monohydrat verwendet, wird die Lösung mit 20 mL wässriger gesättigter NaHCO₃-Lösung gewaschen und die organische Phase über Na₂SO₄ getrocknet. Das Lösungsmittel wird am Rotationsverdampfer entfernt und der Rückstand über eine Vigreux-Kolonne im Vakuum fraktioniert destilliert.

8.1 1-Morpholinocyclohexen

Literatur: Brückner, Präp. 9-12, S. 268

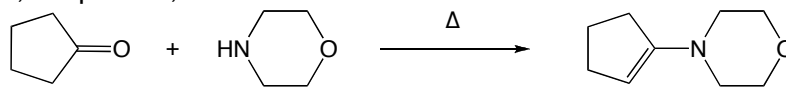


Versuchsvorschrift: Entsprechend der *Allgemeinen Vorschrift 2* aus 19.6 g Cyclohexanon und 21.8 g Morpholin.

Ausbeute: 75–80 % **Analytik:** Siedepunkt (114–116 °C/17 mbar), Brechungsindex ($n_D^{20}=1.513$)

8.2 1-Morpholinocyclopenten

Literatur: Brückner, Präp. 9-11, S. 267

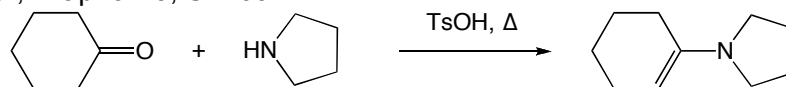


Versuchsvorschrift: Entsprechend der *Allgemeinen Vorschrift 2* aus 16.8 g Cyclopentanon und 21.8 g Morpholin, aber ohne Zugabe von *p*-Toluolsulfonsäure-Monohydrat.

Ausbeute: 75–80 % **Analytik:** Siedepunkt (105–107 °C/16 mbar), Brechungsindex ($n_D^{20}=1.512$)

8.3 1-(Pyrrolidin-1-yl)cyclohexen

Literatur: Brückner, Präp. 9-13, S. 269

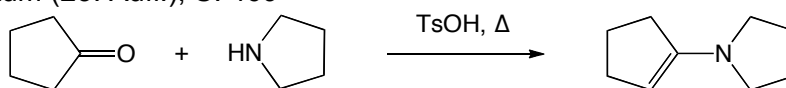


Versuchsvorschrift: Entsprechend der *Allgemeinen Vorschrift 2* aus 19.6 g Cyclohexanon und 17.8 g Pyrrolidin.

Ausbeute: 75–85 % **Analytik:** Siedepunkt (110–112 °C/15 mbar), Brechungsindex ($n_D^{20}=1.523$)

8.4 1-(Pyrrolidin-1-yl)cyclopenten

Literatur: Organikum (23. Aufl.), S. 469



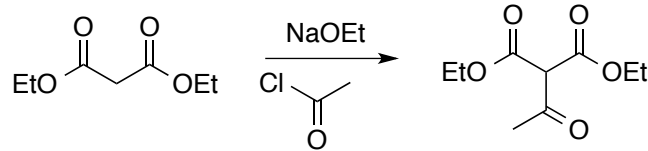
Versuchsvorschrift: Entsprechend der *Allgemeinen Vorschrift 2* aus 16.8 g Cyclopentanon und 17.8 g Pyrrolidin.

Ausbeute: 75 % **Analytik:** Siedepunkt (85 °C/13 mbar), Brechungsindex ($n_D^{20}=1.5150$)

9. Präparat: Carbonylreaktionen IV – Enolate als Nukleophile

9.1 Acetylmalonsäurediethylester

Literatur: Organikum (23. Aufl.), S. 558f



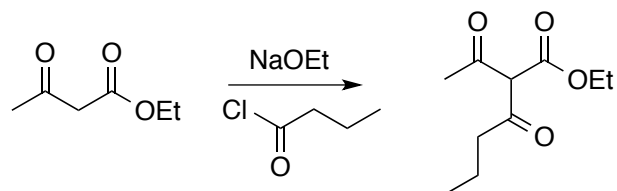
Anmerkungen: Bei Reaktionen mit elementarem Natrium unbedingt prüfen, ob der Rückflusskühler unbeschädigt und dicht ist!

Versuchsvorschrift: In einem ofengetrockneten 100-mL-Dreihalskolben mit Rückflusskühler, CaCl₂-Rohr und Tropftrichter werden zu 2.3 g (100 mmol) Natrium 20 mL abs. Ethanol so zuge tropft, dass die Lösung schwach siedet. Anschließend wird unter Rückfluss gerührt, bis das Natrium aufgelöst ist. Zu der Lösung werden 16.0 g (0.1 mol, 1 Äq.) Diethylmalonat getropft und das Gemisch eine Stunde unter Rückfluss erhitzt. Anschließend werden unter Eiskühlung 7.9 g (0.1 mol, 1 Äq.) Acetylchlorid zugegeben. Das Reaktionsgemisch wird noch eine Stunde bei 0 °C gerührt und dann über Nacht stehen gelassen. Unter Eiskühlung wird ein Gemisch aus 40 mL Eis und 2.5 mL konz. H₂SO₄ zugegeben. Die Phasen werden getrennt und die wässrige Phase zweimal mit je 10 mL Diethylether extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden mit Wasser annähernd neutral gewaschen, über Na₂SO₄ getrocknet und nach Entfernen des Lösungsmittels fraktioniert destilliert.

Ausbeute: 90 % **Analytik:** Siedepunkt (120 °C/15 mbar), Brechungsindex ($n_D^{20}=1.4374$)

9.2 2-Acetyl-3-oxohexansäureethylester

Literatur: Organikum (23. Aufl.), S. 558f



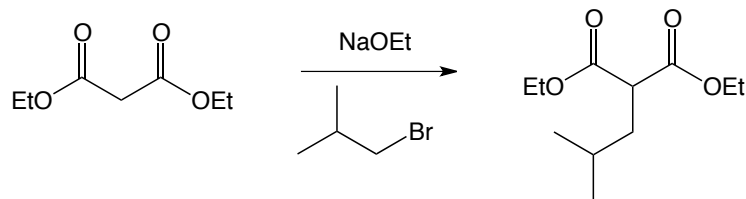
Anmerkungen: Bei Reaktionen mit elementarem Natrium unbedingt prüfen, ob der Rückflusskühler unbeschädigt und dicht ist!

Versuchsvorschrift: In einem ofengetrockneten 100-mL-Dreihalskolben mit Rückflusskühler, CaCl₂-Rohr und Tropftrichter werden zu 2.3 g (100 mmol) Natrium 20 mL abs. Ethanol so zuge tropft, dass die Lösung schwach siedet. Anschließend wird unter Rückfluss gerührt, bis das Natrium aufgelöst ist. Zu der Lösung werden 13.0 g (0.1 mol, 1 Äq.) Acetessigsäureethylester getropft und das Gemisch eine Stunde unter Rückfluss erhitzt. Anschließend werden unter Eiskühlung mit 10.7 g (0.1 mol, 1 Äq.) Butyrylchlorid zugegeben. Das Reaktionsgemisch wird noch eine Stunde bei 0 °C gerührt und dann über Nacht stehen gelassen. Unter Eiskühlung wird ein Gemisch aus 40 mL Eis und 2.5 mL konz. H₂SO₄ zugegeben. Die Phasen werden getrennt und die wässrige Phase zweimal mit je 10 mL Diethylether extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden mit Wasser annähernd neutral gewaschen, über Na₂SO₄ getrocknet und nach Entfernen des Lösungsmittels fraktioniert destilliert.

Ausbeute: 75 % **Analytik:** Siedepunkt (112 °C/21 mbar), Brechungsindex ($n_D^{20}=1.4703$)

9.3 Isobutylmalonsäurediethylester

Literatur: Organikum (23. Aufl.), S. 614f



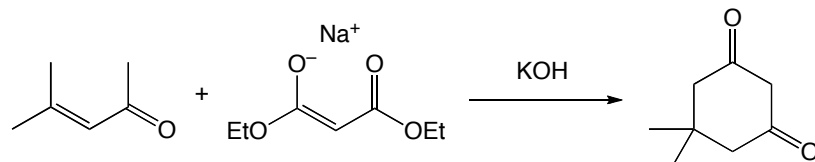
Anmerkungen: Bei Reaktionen mit elementarem Natrium unbedingt prüfen, ob der Rückflusskühler unbeschädigt und dicht ist!

Versuchsvorschrift: In einem ofengetrockneten 100-mL-Dreihalskolben mit Rückflusskühler, CaCl₂-Rohr und Tropftrichter werden zu 2.3 g (100 mmol) Natrium 20 mL abs. Ethanol so zuge tropft, dass die Lösung schwach siedet. Anschließend wird unter Rückfluss gerührt, bis das Natrium aufgelöst ist. Zu der noch heißen Lösung werden 16.0 g (100 mmol, 1.00 Äq.) Diethylmalonat und anschließend 14.4 g (105 mmol, 1.05 Äq.) Isobutylbromid so zuge tropft, dass die Lösung mäßig siedet. Nach der Zugabe wird die Lösung unter Rühren erhitzt, bis sie eine neutrale Reaktion zeigt (ca. 2 Stunden). Die Lösung wird am Rotationsverdampfer eingeengt und anschließend mit soviel Eiswasser versetzt, dass sich der entstandene Niederschlag gerade löst. Die Phasen werden getrennt und die wässrige Phase zweimal mit je 10 mL Diethylether extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden über Na₂SO₄ getrocknet, das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer entfernt und der Rückstand über eine Vigreux-Kolonnen fraktioniert destilliert.

Ausbeute: 80 % **Analytik:** Siedepunkt (113 °C/13 mbar), Brechungsindex ($n_D^{20}=1.4282$)

9.4 5,5-Dimethyl-1,3-cyclohexadion (Dimedon)

Literatur: Brückner, Präp. 13-25, S. 353



Anmerkungen: Bei Reaktionen mit elementarem Natrium unbedingt prüfen, ob der Rückflusskühler unbeschädigt und dicht ist!

Versuchsvorschrift: In einem ofengetrockneten 100-mL-Dreihalskolben mit Rückflusskühler, CaCl₂-Rohr und Tropftrichter werden zu 1.2 g (50 mmol) Natrium 20 mL abs. Ethanol so zuge tropft, dass die Lösung schwach siedet. Anschließend wird unter Rückfluss gerührt, bis das Natrium aufgelöst ist. Dazu werden 6.5 g (53 mmol, 1.06 Äq.) Diethylmalonat gegeben und zu der siedenden Lösung innerhalb von 30 Minuten 5.0 g (51 mmol, 1.02 Äq.) 4-Methyl-3-en-2-on (Mesityloxid) getropft. Das Reaktionsgemisch wird eine Stunde unter Rückfluss erhitzt, dann unter Rühren mit einer Lösung aus 7.3 g KOH (110 mmol) in 29 mL H₂O versetzt und weitere 3–4 Stunden refluxiert. Nach Abkühlen wird die Lösung mit 10-%iger wässriger HCl (ca. 27 mL) auf pH 5 angesäuert und das Ethanol abdestilliert. Der Rückstand wird mit 10-%iger wässriger HCl auf pH 3 eingestellt, 10 Minuten refluxiert und erst auf Raumtemperatur und dann im Eisbad gekühlt. Der Niederschlag wird abgesaugt, mit wenig Eiswasser und wenig Diethylether gewaschen, und anschließend im Ölpumpenvakuum getrocknet.

Ausbeute: 75–85 % **Analytik:** Schmelzpunkt (147–148 °C)

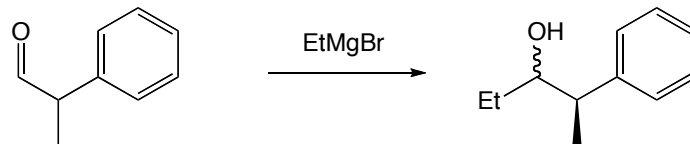
10. Präparat: Grignard-Reaktionen

Allgemeine Vorschrift 3: Darstellung des Grignard-Reagenzes

Durchführung: Ein 100-mL-Dreihalskolben mit Rührmagnet, Rückflusskühler und Tropftrichter und 0.8 g (32.5 mmol, 1.3 Äq.) Magnesiumspänen wird über Nacht im Trockenschrank getrocknet. Nach Abkühlen und Aufbau der Apparatur werden 10 mL getrockneter Diethylether zugegeben. Die Mischung wird unter Rühren mit 1.0 mL des jeweiligen Alkyl- oder Arylbromids und 1–2 Körnchen Iod versetzt. Nach Anspringen der Reaktion, was durch eine einsetzende Trübung erkennbar ist, wird das restliche Halogenid im Tropftrichter mit 10 mL trockenem Diethylether gelöst und langsam so zu der Reaktionsmischung getropft, dass der Ether schwach siedet. Nach Zugabe wird die Lösung etwa 1.5 Stunden unter Rückfluss erhitzt, bis die Magnesiumspäne weitestgehend aufgelöst sind.

10.1 2-Phenylpentan-3-ol

Literatur: Brückner, Präp. 10-15, S. 289f

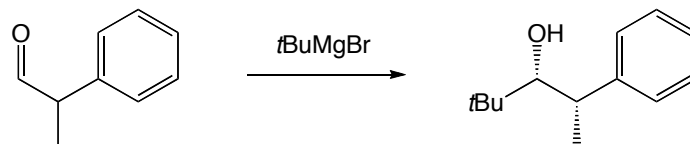


Versuchsvorschrift: Das Ethylmagnesiumbromid wird gemäß der *Allgemeinen Vorschrift 3* aus 3.6 g (32.5 mmol, 1.3 Äq.) Bromethan dargestellt. Anschließend werden zu der Lösung 3.4 g (25.0 mmol) DL-2-Phenylpropionaldehyd in 10 mL trockenem Diethylether innerhalb von 30 Minuten getropft und das Gemisch noch 2 Stunden refluxiert. Nach Abkühlen wird die Lösung vorsichtig auf etwa 20 mL Eis gegeben und mit halbkonz. HCl versetzt, bis sich der Niederschlag gerade löst. Die Phasen werden getrennt und die wässrige Phase dreimal mit je 15 mL TBME extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden mit 10 mL gesättigter NaHSO₃-Lösung und 10 mL gesättigter NaHCO₃-Lösung gewaschen und über MgSO₄ getrocknet. Das Lösungsmittel wird abrotiert und der Rückstand fraktioniert destilliert. Das Produkt wird als 70:30 Gemisch aus *syn*- und *anti*-Isomer erhalten.

Ausbeute: 80–90 % **Analytik:** Siedepunkt (108–110 °C/24 mbar), Brechungsindex (n_D^{20} =1.517)

10.2 2,2-Dimethyl-4-phenylpentan-3-ol

Literatur: Brückner, Präp. 10-16, S. 291f

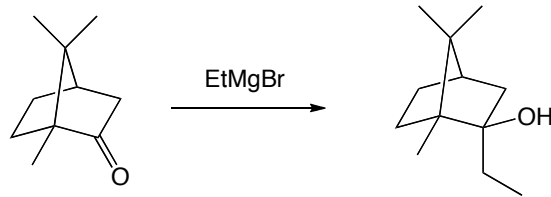


Versuchsvorschrift: Das *tert*-Butylmagnesiumbromid wird gemäß der *Allgemeinen Vorschrift 3* aus 4.5 g (32.5 mmol, 1.3 Äq.) *tert*-Butylbromid dargestellt. Anschließend werden zu der Lösung dann 3.4 g (25.0 mmol) DL-2-Phenylpropionaldehyd in 10 mL trockenem Diethylether innerhalb von 30 Minuten getropft und das Gemisch anschließend noch 2 Stunden refluxiert. Nach Abkühlen wird die Lösung vorsichtig auf etwa 20 mL Eis gegeben und mit halbkonz. HCl versetzt, bis sich der Niederschlag gerade löst. Die Phasen werden getrennt und die wässrige Phase dreimal mit je 15 mL TBME extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden mit 10 mL gesättigter NaHSO₃-Lösung und 10 mL gesättigter NaHCO₃-Lösung gewaschen, und über MgSO₄ getrocknet. Das Lösungsmittel wird abrotiert und der Rückstand mittels Säulenchromatographie (Kieselgel, Cyclohexan/Essigester 9:1) gereinigt.

Ausbeute: 50–60 % **Analytik:** Brechungsindex (n_D^{20} =1.506)

10.3 2-Ethyl-1,7,7-trimethylbicyclo[2.2.1]heptan-2-ol

Literatur: Brückner, Präp. 10-14, S. 288

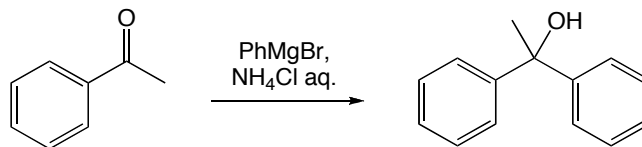


Versuchsvorschrift: Das Ethylmagnesiumbromid wird gemäß der *Allgemeinen Vorschrift 3* aus 3.6 g (32.5 mmol, 1.3 Äq.) Bromethan dargestellt. Anschließend werden zu der Lösung 3.8 g (25.0 mmol) D,L-Campher in 10 mL trockenem Diethylether innerhalb von 45 Minuten zugetropft und das Gemisch noch 2 Stunden refluxiert. Nach Abkühlen wird die Lösung vorsichtig in 30 mL eisgekühlte, wässrige 30 %-ige NH_4Cl -Lösung gegeben. Die Phasen werden getrennt und die wässrige Phase dreimal mit je 15 mL TBME extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden mit 10 mL gesättigter NaHSO_3 -Lösung und 10 mL gesättigter NaHCO_3 -Lösung gewaschen, und über MgSO_4 getrocknet. Das Lösungsmittel wird abrotiert und der Rückstand aus Ethanol umkristallisiert.

Ausbeute: 70–75 % **Analytik:** Schmelzpunkt (168 °C)

10.4 1,1-Diphenylethan-1-ol

Literatur: Brückner, Präp. 10-10, S. 283



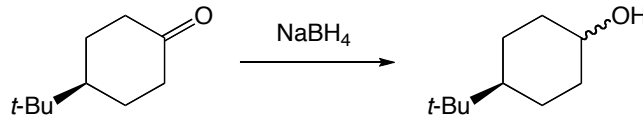
Versuchsvorschrift: Das Phenylmagnesiumbromid wird gemäß der *Allgemeinen Vorschrift 3* aus 5.1 g (32.5 mmol, 1.3 Äq.) Brombenzol dargestellt. Anschließend wird die Lösung auf 0 °C abgekühlt und 3.0 g (25.0 mmol) Acetophenon in 10 mL trockenem Diethylether so zugetropft, dass die Innentemperatur nicht über 10 °C steigt. Die Lösung wird auf Raumtemperatur erwärmt und noch 1.5 h gerührt. Zu dem Reaktionsgemisch werden vorsichtig 20 mL wässrige 30 %-ige NH_4Cl -Lösung getropft und die Lösung 20 Minuten gerührt. Die Phasen werden getrennt und die wässrige Phase dreimal mit je 15 mL TBME extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden über MgSO_4 getrocknet. Das Lösungsmittel wird abrotiert und der Rückstand aus TBME/Cyclohexan umkristallisiert.

Ausbeute: 80–90 % **Analytik:** Schmelzpunkt (79–81 °C)

11. Präparat: Reduktionen

11.1 *trans*-/*cis*-4-*tert*-Butylcyclohexan-1-ol

Literatur: Brückner, Präp. 10-6, S. 278

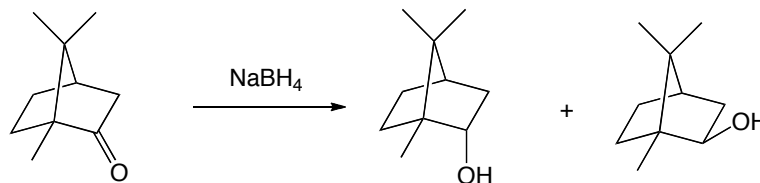


Versuchsvorschrift: Im Reaktionskolben werden 1.54 g (10.0 mmol) 4-*tert*-Butylcyclohexan-1-on in 10 mL abs. Methanol gelöst. Die Lösung wird auf 0 °C abgekühlt und unter Rühren portionsweise innerhalb von 10 Minuten mit 0.19 g (5.0 mmol, 0.5 Äq.) NaBH₄ versetzt. Nach weiteren 10 Minuten Rühren bei 0 °C wird das Eisbad entfernt und die Lösung 20 Minuten bei Raumtemperatur gerührt. Das Gemisch wird vorsichtig mit je 5 mL 1 M HCl und H₂O versetzt, 10 Minuten gerührt und dann mit 3 × 10 mL TBME extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden mit 10 mL gesättigter NaCl-Lösung gewaschen und über MgSO₄ getrocknet. Das Lösungsmittel wird am Rotationsverdampfer entfernt und der Rückstand mittels Säulenchromatographie (Kieselgel, Cyclohexan/Essigester 5:1) zur Auftrennung der Isomere gereinigt.

Ausbeute: 72–76 % (*trans*), 18–19 % (*cis*) **Analytik:** Schmelzpunkt (80–82 °C (*cis*), 81–82 °C (*trans*)), R_f = 0.19 (*cis*), 0.11 (*trans*)

11.2 *rac*-Isoborneol und *rac*-Borneol

Literatur: Brückner, Präp. 10-4, S. 275



Versuchsvorschrift: Im Reaktionskolben werden 1.53 g (10.0 mmol) D,L-Campher in 10 mL abs. Methanol gelöst. Die Lösung wird auf 0 °C abgekühlt und unter Rühren portionsweise innerhalb von 10 Minuten mit 0.76 g (20.0 mmol, 2.0 Äq.) NaBH₄ versetzt. Nach weiteren 5 Minuten Rühren bei 0 °C wird das Eisbad entfernt und die Lösung eine Stunde bei Raumtemperatur gerührt. Das Gemisch wird vorsichtig auf 25 mL Eis gegossen und der Kolben mit 2–5 mL MeOH nachgewaschen. Der Feststoff wird abgesaugt und aus Cyclohexan umkristallisiert. Die Mutterlauge wird einrotiert und der Rückstand erneut aus Cyclohexan umkristallisiert. Beide Kristallfraktionen werden miteinander vereinigt. Erhalten wird ein circa 90:10-Gemisch aus Isoborneol und Borneol.

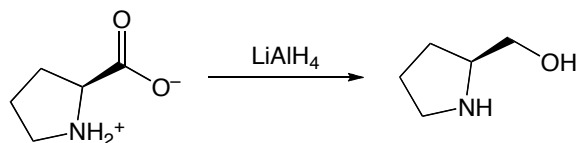
Ausbeute: 70–80 % **Analytik:** Schmelzpunkt (201–202 °C)

Aminoalkohole aus Aminosäuren

Allgemeine Vorschrift 3:

Durchführung: In einem 100-mL-Dreihalskolben mit Rückflusskühler werden 20 mL Tetrahydrofuran vorgelegt und unter Eiskühlung *vorsichtig* mit Lithiumaluminiumhydrid entwässert, bis die Wasserstoffentwicklung beendet ist. Danach wird das restliche Lithiumaluminiumhydrid, insgesamt 1.0 g (26.0 mmol), nach und nach zugegeben. Die Lösung wird 15 Minuten unter Rückfluss erhitzt und dann auf Raumtemperatur abgekühlt. Anschließend werden portionsweise 16.0 mmol L-Aminosäure zugegeben (**Vorsicht**, Wasserstoff-Entwicklung). Danach wird 3 Stunden unter Rückfluss erhitzt, dann mit einer Lösung aus 0.5 g Kaliumhydroxid in 3 mL Wasser vorsichtig, Tropfen für Tropfen (durch den Kühler) in der Hitze hydrolysiert und nochmals 15 Minuten unter Rückfluss erhitzt. Die Suspension wird warm filtriert und der Filterkuchen mit 10 mL Tetrahydrofuran ausgekocht und erneut abfiltriert. Die vereinigten organischen Phasen werden zunächst über Na₂SO₄ getrocknet (beim Abfiltrieren des Trockenmittels mit THF nachwaschen). Anschließend wird das Lösungsmittel vollständig am Rotationsverdampfer entfernt. Die Produkte werden nicht destilliert. Die Ausbeuten sind praktisch quantitativ.

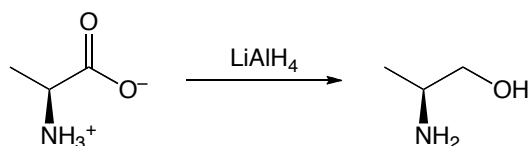
11.3 L-Prolinol ((S)-2-Hydroxymethylpyrrolidin) aus L-Prolin



Versuchsvorschrift: Entsprechend der *Allgemeinen Vorschrift 4* aus 1.8 g L-Prolin.

Analytik: Brechungsindex ($n_D^{20} = 1.4878$)

11.4 L-Alaninol ((S)-2-Aminopropanol) aus L-Alanin

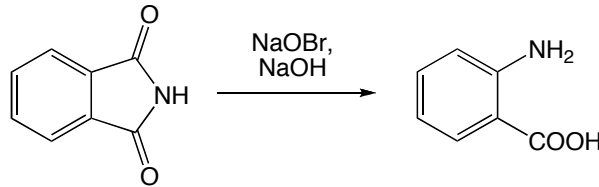


Versuchsvorschrift: Entsprechend der *Allgemeinen Vorschrift 4* aus 1.4 g L-Alanin.

Analytik: Brechungsindex ($n_D^{20} = 1.4489$)

12. Präparat: Umlagerungen

12.1 2-Aminobenzoesäure (Anthranilsäure) (Hofmann-Abbau von Säureamiden zu Aminen)



Versuchsvorschrift: 10.0 g (250 mmol) NaOH werden in einem 500-mL-Rundkolben in 80 mL Wasser gelöst. Die Lösung wird anschließend mit einer Eis-Kochsalz-Mischung auf 0 °C bis –5 °C abgekühlt. Zu dieser Lösung werden in einem Guss 7.1 g (45 mmol) Brom gegeben und gerührt, bis sich das Brom vollständig umgesetzt hat, zu erkennen an der Entfärbung der Lösung (~15 Minuten). Die Temperatur steigt dabei etwas an. Im Anschluss wird die Lösung von Natriumhypobromit wieder auf 0 °C bis –5 °C gekühlt. Inzwischen wird eine Lösung von 7.0 g (175 mmol) NaOH in 30 mL Wasser vorbereitet.

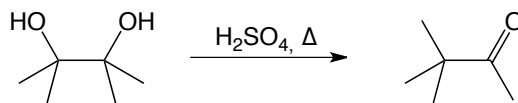
Zu der Hypobromitlösung werden unter kräftigen Rühren 8.0 g (54 mmol) gut gepulvertes Phthalimid gegeben, so dass eine Suspension erhalten wird. Nun wird die vorbereitete Natronlauge in dünnem Strahl unter Rühren zugegeben. Dann wird die Kühlung entfernt. Unter ständigem Rühren steigt die Temperatur jetzt auf ca. 70 °C und die Suspension wird klar. Die Lösung wird noch für zwei Minuten auf 80 °C erwärmt und dann, falls nötig, filtriert.

Anschließend wird wieder mit Eis gekühlt und unter Rühren langsam konz. Salzsäure hinzugegeben, bis die Lösung gerade neutral ist (ca. 20 mL). Die Anthranilsäure wird vollständig durch die tropfenweise Zugabe von Eisessig (ca. 4 mL) gefällt, abgesaugt und mit wenig kaltem Wasser gewaschen. Das Produkt wird mindestens zweimal aus Wasser umkristallisiert und schließlich im Vakuum unter Erwärmen mit der Heizpistole getrocknet (im Abzug).

Ausbeute: 60 % **Analytik:** Schmelzpunkt (145 °C)

12.2 Pinakolon (Pinakol-Umlagerung)

Literatur: „Vogel’s Textbook of Practical Organic Chemistry“, 1978, S. 439

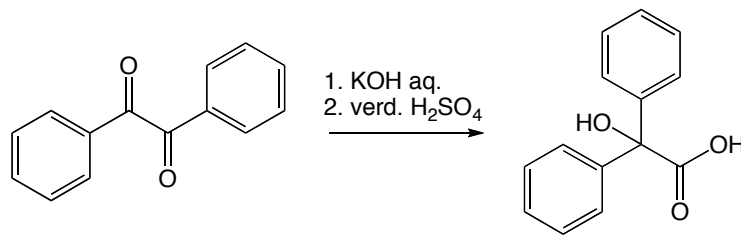


Versuchsvorschrift: Ein 50-mL-Rundkolben wird mit einer Destillationsbrücke versehen, an die als Vorlage ein kleiner Scheidetrichter gehängt wird. In dem Kolben werden 2.4 g (20.0 mmol) Pinakol mit 15 mL 3 M Schwefelsäure versetzt und das Gemisch so lange destilliert, bis die obere Phase nicht weiter an Volumen zunimmt. Die Phasen werden getrennt, die organische Phase mit MgSO₄ getrocknet und zur Aufreinigung bei Raumdruck fraktioniert destilliert.

Ausbeute: 70 % **Analytik:** Siedepunkt (103–107 °C)

12.3 Benzilsäure (Benzilsäure-Umlagerung)

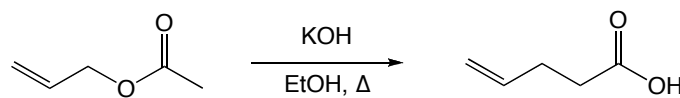
Literatur: Gattermann, Wieland, „Die Praxis des organischen Chemikers“, 1982, S. 384



Versuchsvorschrift: 5.0 g (23.8 mmol) Benzil werden mit 15 mL Ethanol und einer Lösung von 5.0 g (89.0 mmol) Kaliumhydroxid in 10 mL Wasser 10 min lang auf dem Ölbad im Sieden gehalten. Nach dem Erkalten wird der Kristallbrei von Benzilsäure-Kaliumsalz abgesaugt, mit wenig Ethanol nachgewaschen und in 20–30 mL kaltem Wasser gelöst. Nach dem Filtrieren wird die klare Lösung in der Siedehitze mit verdünnter Schwefelsäure gefällt, die teilweise kristallin abgeschiedene freie Säure wird heiß abgesaugt und mit heißem Wasser gewaschen. Das Produkt wird aus heißem Wasser umkristallisiert und schließlich im Vakuum unter Erwärmen mit der Heizpistole getrocknet (im Abzug).

Ausbeute: 75 % **Analytik:** Schmelzpunkt (150 °C)

12.4 4-Pentensäure



Versuchsvorschrift: Allylacetat (10.0 g, 0.10 mol) wird in einer Lösung aus 6.7 g (0.12 mol) Kaliumhydroxid-Plätzchen in Ethanol (ca. 80 mL) 4 Stunden unter Rückfluss erhitzt. Anschließend wird das Ethanol im Vakuum abgezogen. Der ölige Rückstand wird in ca. 70 mL H₂O aufgenommen und mit konz. Salzsäure auf pH 1–2 angesäuert. Die Lösung wird dreimal mit TBME extrahiert. Die vereinigten Ether-Phasen werden über MgSO₄ getrocknet und das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer entfernt. Der Rückstand wird fraktioniert im Vakuum destilliert.

Analytik: Siedepunkt (87 °C/20 mbar), Brechungsindex (n_D^{20} = 1.428)

IV. LABORJOURNAL

(Literatur: Brückner, S. 44f)

Um Protokolle zu den im Praktikum synthetisierten Präparaten (und später Bachelorarbeiten, Masterarbeiten und Dissertationen) schreiben zu können, ist es absolut unerlässlich, dass die Durchführung der Versuche sorgfältig in einem Laborjournal dokumentiert wird.

Das Laborjournal sollte ein fest gebundenes Notizbuch oder -heft sein, keine lose Sammlung von Blättern, und in etwa wie unten dargestellt geführt werden:

18.09.2014 2-Iod-2-cyclohexen-1-on

C6H8O + I2 >> C6H7IO

$m = 96,13 \text{ g/mol}$ $257,81 \text{ g/mol}$ $222,02 \text{ g/mol}$

$\rho = 0,99 \text{ g/ml}$

1 2

5 ml (4,95 g, 51,5 mmol) 1
+ 20 ml CH_2Cl_2
+ 20 ml Pyridin } in ~~700~~ 250 ml Rundkolben

↳ Abkühlen auf 0°C (Eis/Wasser-Bad)
10³² + 27,2 g (107,2 mmol) 2 in 20 ml CH_2Cl_2 + 20 ml Pyridin
10³⁸ Kühlung entfernt; rühren
11⁴⁴ RT
12⁵² + 50 ml Et_2O

Waschen mit:

1. 100 ml H_2O
2. 100 ml HCl (1M)
3. 100 ml H_2O
4. 100 ml ges. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Lsg.

13⁰⁰ Org. Phase mit Na_2SO_4 trocknen (~2 Spat.)
↳ Abfiltrieren, Nachwaschen mit 2x ~10 ml Et_2O
Lösungsmittel am Roti entfernt ⇒ gelber Feststoff

19.09.2014 Umkristallisieren aus Et_2O / Pentan (ca. 9:1; 100 ml)

10¹⁵ ↳ abgesaugt
Kolben leer: 103,08g
+ Produkt: 113,50g
↳ Trocknen im Ölpumpenvakuum

17³⁰ Auswaage: 112,34g ⇒ 9,26 g Ausbeute
Δ 41,7 mmol; 81%
Sup.: 94-95°C

Tatsächlich
eingesetzte
Mengen, nicht
einfach die
Angaben aus
dem Skript

Transparent
korrigieren
(d.h. durch-
streichen,
kein Tipp-Ex)

V. KURZE RICHTLINIEN ZUR PROTOKOLLFÜHRUNG

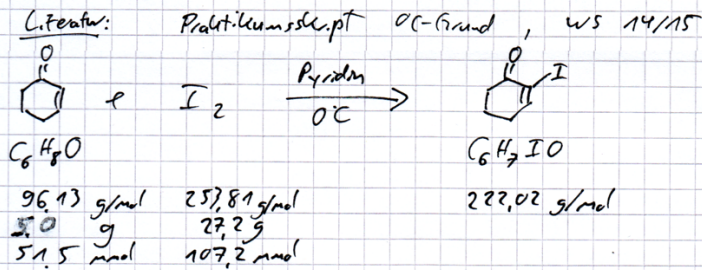
(Literatur: Brückner, S. 46ff)

- › Die Protokolle werden **handschriftlich** angefertigt (Ausnahmen nur in Absprache mit den Gruppenassistenten).
- › Bereiten Sie **zwei Hefter** vor: der erste zur Abgabe der zu korrigierenden Protokolle beim Assistenten, der zweite, um die fertigen und abgezeichneten Protokolle zu sammeln.
- › Der **Testatvordruck** (S. 61) kommt ganz nach vorne in den zweiten Hefter.
- › Die **Betriebsanweisungen** zu den Versuchen werden vor das dazugehörige Protokoll geheftet.
- › Für die **Versuche A.1 bis A.8** wird ein gemeinsames Protokoll angefertigt, in dem die bei den Versuchen angegebenen Aufgaben bearbeitet werden.
- › Die Protokolle für die anderen Versuche müssen folgende Punkte enthalten:
 - 1) Nummer und Name des Präparats
 - 2) Verweis auf die dazugehörige Literaturstelle (s. Musterprotokoll, bzw. „Praktikumsskript“, wenn die Vorschrift dort angegeben ist)
 - 3) Nettoreaktionsgleichung mit Angaben zum Molekulargewicht der wichtigen Reagenzien
 - 4) Beschreibung der Versuchsdurchführung, dabei eventuelle Änderungen zur Literaturvorschrift (z.B. Verwendung anderer Lösungsmittel, geänderte Reaktionszeiten) herausstellen. Bei Mengenangaben in Gramm oder Millilitern ist auch die molare Menge beizufügen (außer z. B. bei Lösungsmitteln). Beobachtungen (Farbänderungen, Niederschläge, etc.) beschreiben!
 - 5) Angaben zur Ausbeute (Masse, Stoffmenge und prozentuale Ausbeute) und Analytik (Siedepunkt, Schmelzpunkt, etc.). Dabei die entsprechenden Literaturdaten zum Vergleich angeben.
 - 6) Darstellung und Diskussion des Reaktionsmechanismus
- › Die Protokolle sollen **eine Woche nach Beendigung** des Versuchs beim Gruppenassistenten zur Durchsicht eingereicht werden. Eventuell notwendige Korrekturen sollten höchstens eine Woche später erledigt sein. Ausnahmen sind nur in Absprache mit dem Gruppenassistenten möglich.

Musterprotokoll:

Darstellung von 2-Iodcyclohex-2-enon

19.09.2014



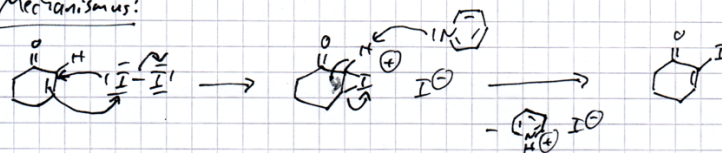
Cyclohex-2-en-1-on (5,0 ml, 5,0 g, 51,5 mmol) wurde in 20 ml CH_2Cl_2 und mit 20 ml Pyridin versetzt. Bei 0°C wurde Iod (27,2 g, 107,2 mmol, 2,1 Äq.) in 20 ml CH_2Cl_2 und 20 ml Pyridin gelöst, zugegeben. Die Reaktionsmischung wurde 55 min bei RT gerührt und mit 50 ml Et_2O versetzt. Die Lösung wurde mit je 100 ml H_2O , 1M HCl, H_2O und gesättigter $Na_2S_2O_3$ -Lösung gewaschen und über Na_2SO_4 getrocknet. Die Lösungsmittel wurden im Vakuum entfernt und der Rückstand aus Et_2O /Pentan (9:1) umkristallisiert. Das Produkt wurde in Form eines gelben Feststoffs erhalten.

Ausbeute: 9,3 g, 41,7 mmol, 81% (Lit.: 94%)
 Smp.: 94-95°C (Lit.: 94°C)

^1H-NMR ($CDCl_3$, 300 MHz): $\delta = 7,74$ (t, $J = 4,4$ Hz, 1H),
 2,63 (dd, $J = 7,1, 6,3$ Hz, 2H), 2,47-2,36 (m, 2H),
 2,13-1,98 (m, 2H)

Das aufgenommene Spektrum entspricht den Literaturdaten.

Mechanismus:



Iod addiert elektrophil an die C-C-Doppelbindung unter Ausbildung eines Iodonium-Ions. Anschließend abstrahiert Pyridin als Base das α -Proton und das Produkt in einer E2-artigen β -Eliminierung gebildet.

VI. SAALDIENSTE

Die folgenden drei Saaldienste müssen von den Praktikanten erledigt werden. Hierfür wird im wöchentlichen Wechsel jeweils eine Gruppe eingeteilt. Die Gruppen haben dabei die jeweils folgenden Aufgaben:

1. Chemikaliendienst

- › Flüssigstickstoff für die Vakuumpumpen holen.
- › Leere Flaschen für Allgemeine Chemikalien (z.B. Magnesiumsulfat, NaCl, Salzsäure) und Lösungsmittel aus vorhandenen Vorratsgefäßen auffüllen oder zum Auffüllen in die Chemikalienausgabe bringen (vorher Säubern und Trocknen, Berechtigungsschein von den Saalassistenten notwendig).
- › Leere Flaschen für Spezielle Chemikalien reinigen, Beschriftung entfernen und entsorgen.
- › Lösungsmittelkannen zur Befüllung vorbereiten (kleine Mengen umfüllen), bei Bedarf in die Chemikalienausgabe bringen.

2. Abfalldienst

- › Volle Abfallbehälter (Lösungsmittel, Feststoffe und Spritzen) Mo.–Do. um 15:30 Uhr zum Säurehaus zur Entsorgung bringen. Die notwendigen Entsorgungsformulare werden von den Saalassistenten ausgefüllt.
- › Volle Lösungsmittelkanister müssen vorher mit den entsprechenden Teststäbchen auf Peroxide getestet werden. Falls positiv, werden die Lösungsmittelreste mit FeSO_4 versetzt, bis der Peroxidtest negativ ist (evtl. Rückfrage bei Dr. Szymanski, Dr. G. Kehr oder Prof. B. J. Ravoo).
- › Bei Bedarf leere Kanister und Tonnen (mit notwendigen Etiketten) besorgen.

3. Ordnungsdienst

- › Bei Laborschluss alle Pumpen, Rotis und Waagen auf Verschmutzung prüfen und bei Bedarf reinigen. Noch laufende Geräte ausschalten.
- › Reagenzgläser für die Spülmaschine vorbereiten, gespülte Reagenzgläser in den Trockenschrank ein- und später wieder ausräumen.
- › Herumliegenden Müll (z.B. Verpackungen, Wischtücher, Handschuhe) und allgemeine Verunreinigungen beseitigen.
- › Einmal im Monat Notduschen und Augenduschen auf Funktion und Sicherheitsschranke auf Schäden prüfen. In den aushängenden Listen mit Unterschrift bestätigen.

Einteilung der Saaldienste

Dienst	1. und 2. Kurswoche	3. und 4. Kurswoche	5. und 6. Kurswoche
Chemikalien u. Stickstoff	Pl. 1–8 Pl. 25–32 Pl. 49–56	Pl. 9–16 Pl. 33–40 Pl. 57–64	Pl. 17–24 Pl. 41–48 Pl. 65–72
Abfall	Pl. 9–16 Pl. 33–40 Pl. 57–64	Pl. 17–24 Pl. 41–48 Pl. 65–72	Pl. 1–8 Pl. 25–32 Pl. 49–56
Ordnungs- dienst	Pl. 17–24 Pl. 41–48 Pl. 65–72	Pl. 1–8 Pl. 25–32 Pl. 49–56	Pl. 9–16 Pl. 33–40 Pl. 57–64

VII. SICHERHEITSHINWEISE ZUM PRAKTIKUM

Betriebsanweisung

für das Grundpraktikum Organische Chemie nach § 20 GefStoffV

Grundsätzliches:

Im Chemischen Praktikum gehen Sie mit gasförmigen, flüssigen oder festen Gefahrstoffen um, sowie mit solchen, die als Staub auftreten können. Dabei haben Sie besondere Verhaltensregeln und Schutzvorschriften einzuhalten bzw. zu beachten.

Die Aufnahme der Stoffe in den menschlichen Körper kann durch Einatmen über die Lunge, durch Resorption durch die Haut sowie über die Schleimhäute und den Verdauungstrakt erfolgen.

Gefahrstoffe sind Stoffe oder Zubereitungen, die

- explosionsgefährlich, brandfördernd,
- hochentzündlich, leichtentzündlich, entzündlich,
- sehr giftig, giftig, gesundheitsschädlich,
- ätzend, reizend, sensibilisierend,
- krebserzeugend, fruchtschädigend oder erbgutverändernd sind oder
- sonstige chronisch schädigende Eigenschaften besitzen oder umweltgefährdend sind.

Stoffe, Zubereitungen und Erzeugnisse, die explosionsfähig sind bzw. aus denen bei der Herstellung oder Verwendung gefährliche oder explosionsfähige Stoffe oder Zubereitungen entstehen oder freigesetzt werden können, sind ebenfalls Gefahrstoffe, genauso wie Stoffe, Zubereitungen und Erzeugnisse, die erfahrungsgemäß Krankheitserreger übertragen können.

Die gefährlichen Eigenschaften der im Praktikum eingesetzten bzw. entstehenden Stoffe sind den Hinweisen zum jeweiligen Versuch zu entnehmen. Diese Hinweise sind Bestandteil dieser Betriebsanweisung.

Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln:

1. Grundregeln: Vor dem Umgang mit Gefahrstoffen sind anhand der Hinweise zum jeweiligen Versuch die Risikogruppen zu ermitteln, zu denen die eingesetzten Substanzen gehören.

Die ermittelten besonderen Gefahren (H-Sätze, R-Sätze) und Sicherheitsratschläge (P-Sätze, S-Sätze) sind als Bestandteil dieser Betriebsanweisung verbindlich.

Gefahrstoffe dürfen nicht in Behältnissen aufbewahrt oder gelagert werden, die zu Verwechslungen mit Lebensmitteln führen können.

Sehr giftige und giftige Stoffe bzw. Zubereitungen werden von den sachkundigen Praktikumsbetreuern ausgegeben und ansonsten unter Verschluss gehalten.

Sämtliche Standgefäße sind mit dem Namen des Praktikanten, des Stoffes, den Gefahrensymbolen und den H- und P-, bzw. R- und S-Sätzen zu kennzeichnen.

Alle Arbeiten sind grundsätzlich im Abzug durchzuführen.

Das Einatmen von Dämpfen und Stäuben sowie der Kontakt von Gefahrstoffen mit Haut und Augen müssen Sie vermeiden. Beim offenen Umgang mit gasförmigen, staubförmigen oder solchen Gefahrstoffen, die einen hohen Dampfdruck besitzen, sowie bei brennbaren und giftigen Substanzen/Lösungsmitteln ist grundsätzlich im Abzug zu arbeiten.

Im Labor muss ständig eine Schutzbrille getragen werden; Brillenträger müssen eine optisch korrigierte Schutzbrille oder aber eine Überbrille nach W DIN 2 über der eigenen Brille tragen.

Das Essen und Trinken ist im Labor verboten. Das Rauchen im Institutsgebäude ist **generell untersagt** (Rauchmelder!). Im Laborbereich herrscht ein absolutes Alkoholverbot, darüber hinaus gilt vom Gesetzgeber her eine 0,0-Promille-Grenze!

Die Chemikalien dürfen ausschließlich für die Ausbildungszwecke verwendet werden. Sie dürfen

nicht außerhalb des Instituts verwendet werden.

Grundsätzlich sind die in den Sicherheitsratschlägen (P- bzw. S-Sätzen) und speziellen Betriebsanweisungen vorgesehenen Körperschutzmittel zu benutzen. Im Labor muss ein Kittel aus Baumwolle oder einem vergleichbaren, zugelassenen Mischgewebe⁸ getragen werden. Aufgrund des Brenn- und Schmelzverhaltens sind Kittel aus Synthefasern ungeeignet. Zusätzlich ist auf zweckmäßige Bekleidung zu achten. Die Kleidung soll den Körper und Arme ausreichend bedecken. Es darf nur festes, geschlossenes und trittsicheres Schuhwerk getragen werden.

Die Hausordnung des Fachbereichs bzw. Instituts ist einzuhalten.

Praktikantinnen müssen sich unverzüglich nach bekannt werden einer Schwangerschaft (§ 5 MuSchG) bei der Praktikumsleitung melden.

2. Allgemeine Schutz- und Sicherheitseinrichtungen: Die Frontschieber der Abzüge sind wann immer möglich zu schließen; die Funktionsfähigkeit der Abzüge ist zu kontrollieren. Defekte Abzüge dürfen nicht benutzt werden. Mit Chemikalien befüllte Apparaturen dürfen in der Nacht nicht im Abzug verbleiben; eine Lagerung ist nur in den Gefahrstoffschränken möglich.

Feuerlöscher, Löschsandbehälter und Behälter für Aufsaugmaterial sind nach jeder Benutzung zu befüllen. Feuerlöscher, auch solche mit verletzter Plombe, sind dazu bei der Praktikumsleitung abzugeben.

Über den Standort von Löschdecken, Löschsand, der Augenduschen und der Laborduschen müssen Sie sich zu Beginn des Praktikums informieren.

Die Notduschen und die Augenduschen sind einmal monatlich auf Funktionsfähigkeit zu prüfen. Das Ergebnis ist zu dokumentieren.

Sachgerechte Abfallverminderung und -entsorgung

Die Menge gefährlicher Abfälle wird dadurch vermindert, dass nur kleine Mengen von Stoffen in Reaktionen eingesetzt werden.

Anfallende Reststoffe, die aufgrund ihrer Eigenschaften Sonderabfall sind, müssen entsprechend der gesondert ausgegebenen Richtlinie für die Sammlung und Beseitigung von Sonderabfällen an der Hochschule verpackt, beschriftet, deklariert, der zuständigen Stelle gemeldet und zur Entsorgung übergeben werden.

Folgende Abfälle werden getrennt gesammelt und entsorgt:

- Lösungsmittel werden in 10 l-Einwegbehältern gesammelt. Die zugehörige Betriebsanweisung ist zu beachten!
- Feststoffabfälle in PE-Weithals-Behältern
- Schwermetalle in wässriger, saurer Lösung
- Spitze und scharfkantige Gegenstände (z.B. Kanülen oder Glasbruch) in durchstichsicheren Behältern, Entsorgung als Sondermüll (Aufschrift „Spritzen, Kanülen, Pipetten mit schädlichen Verunreinigungen“, Kennzeichnung als „giftig“ und „brennbar“)
- Gebrauchtes Kieselgel in alten Kieselgel-Fässern
- Altglas (kein Laborglas!) chemikalienfrei und unetikettiert im Altglascontainer

⁸ Die den Praktikanten zur Verfügung gestellten Kittel bestehen zu 65% aus Baumwolle und 35% aus synthetischen Fasern. Die schwere Entflammbarkeit dieses Mischgewebes ist nachgewiesen.

Verhalten in Gefahrensituationen

Beim Auftreten gefährlicher Situationen, z.B. Feuer, Austreten gasförmiger Schadstoffe, Auslaufen von gefährlichen Flüssigkeiten, sind die folgenden Anweisungen einzuhalten:

- › **Ruhe bewahren und überstürztes, unüberlegtes Handeln vermeiden!**
- › Gefährdete Personen warnen, gegebenenfalls zum Verlassen der Räume auffordern.
- › Aufsichtsperson und/oder den Praktikumsleiter unverzüglich benachrichtigen.
- › Versuche abstellen, Gas, Strom und ggf. Wasser abstellen (Kühlwasser muss weiterlaufen!).
- › Beim Ausfall von Lüftungsanlagen ist das Arbeiten mit Gefahrstoffen, die in die Atemluft eintreten können, einzustellen. Nach dem Abschalten der Geräte ist das Labor unverzüglich zu verlassen und die Praktikumsleitung zu benachrichtigen.
- › Bei Unfällen mit Gefahrstoffen, die Langzeitschäden auslösen können, oder die zu Unwohlsein oder Hautreaktionen geführt haben, ist ein Arzt aufzusuchen. Die Praktikumsleitung oder stellvertretend der Assistent sind darüber zu informieren. Eine Unfallmeldung ist möglichst schnell aus versicherungstechnischen Gründen bei der zuständigen Stelle zu erstellen.
- › Auch kleine, vermeintlich harmlose Verletzungen (z.B. Schnitt- und Stichwunden) müssen in das Verbandbuch im Geschäftszimmer eingetragen werden.

Erste Hilfe

Ein Erste-Hilfe-Kasten befindet sich in der Mitte des Flurs an der Wand gegenüber den Praktikumssälen.

Bei allen Hilfeleistungen auf die eigene Sicherheit achten!

So schnell wie möglich einen notwendigen **NOTRUF** tätigen.

Personen aus dem Gefahrenbereich bergen und an die frische Luft bringen.

Kleiderbrände löschen.

Notduschen benutzen; mit Chemikalien verschmutzte Kleidung vorher entfernen, notfalls bis auf die Haut ausziehen; mit Wasser und Seife reinigen.

Bei Augenverätzungen sofort die Augenduschen an den Eingängen der Praktikumsräume benutzen! Mindestens 10 min spülen!!

Atmung und Kreislauf prüfen und überwachen.

Beim Verschlucken ätzender Stoffe kein Erbrechen herbeiführen. Statt dessen sehr viel Wasser zu trinken geben. Falls spontan erbrochen wird, Kopf tief legen, damit Erbrochenes nicht in die Luftröhre gelangt; eventuell: stabile Seitenlage.

Beim Verschlucken nicht ätzender Giftstoffe ebenfalls viel Wasser zu trinken geben und feststellen, welche Chemikalien inkorporiert wurden. Sicherheitsdatenblätter zu diesen Substanzen sind beim Assistenten erhältlich und sollten dem Notarzt mitgegeben werden.

Bei Bewusstsein gegebenenfalls Schocklage erstellen; Beine nur leicht (max. 10 cm) über Herzhöhe mit entlasteten Gelenken lagern.

Bei Bewusstlosigkeit und vorhandener Atmung in die stabile Seitenlage bringen. Bei fehlender Atmung sofort mit der Beatmung beginnen. Tubus benutzen und auf Vergiftungsmöglichkeiten achten. (Bei Herzstillstand: Herz-Lungen-Wiederbelebung durch ausgebildete Personen; siehe Aushang an den Aufzügen).

Blutungen stillen, Verbände anlegen, dabei Einmalhandschuhe benutzen.

Verletzte Person bis zum Eintreffen des Rettungsdienstes nicht allein lassen.

Informationen für den Arzt sicherstellen. Angabe der Chemikalien möglichst mit Hinweisen für den Arzt aus entsprechenden Büchern und Vergiftungsregistern.

Erbrochenes und Chemikalien sicherstellen.

Auch bei kleineren Unfällen, bei denen kein Notarzt angefordert wurde, sollte der Praktikant zur Kontrolle und Nachuntersuchung in die Poliklinik gefahren werden. Dabei sollte mindestens ein Assistent mit zur Klinik fahren, während eine weitere Person auf den Verletzten achtet.

Notruf und Alarmierung

Telefon ***** 0-112 ***** von allen amtsberechtigten Anschlüssen innerhalb der Westfälischen Wilhelms-Universität Münster.

Setzen Sie einen **NOTRUF** gemäß folgendem Schema ab:

WO geschah der Unfall	Ortsangabe
WAS geschah	Feuer, Verätzung, Vergiftung, Sturz, usw.
WELCHE Verletzungen	Art und betroffener Körperteil
WIEVIELE Verletzte	Anzahl
WARTEN	niemals auflegen, bevor die Rettungsleitstelle das Gespräch beendet hat; es könnten wichtige Fragen zu beantworten sein.

Wichtige Rufnummern

Krankentransport	0-112
Chirurgische Klinik	0-56301/0-56302 (Pforte)
Augenklinik	0-56001/0-56002 (tagsüber, Pforte)
Poliklinik	0-56313 (8:15 Uhr – 15:30 Uhr) 0-57641 (15:30 Uhr – 8:15 Uhr) nachts nicht durchgehend besetzt, dann 0-56301 (Pforte)

Feueralarm (Sirene)

Entstehungsbrand mit Eigenmitteln löschen (Feuerlöscher, Löschdecken, Sand); dabei auf eigene Sicherheit achten; Panik vermeiden.

Wenn keine automatische Meldung erfolgt: den nächsten Feuermelder einschlagen (Flure und Treppenhäuser, siehe aushängende Pläne).

Wenn notwendig:

Arbeitsplatz sichern, Strom und Gas abschalten, Kühlwasser muss weiterlaufen! Gebäude auf dem kürzesten Weg über die **Außentreppenhäuser** verlassen, **keine Aufzüge benutzen**.

Vor dem Haus auf dem Parkplatz des Instituts sammeln, um zu ermitteln, ob Personen vermisst werden.

Personenschutz geht vor Sachschutz !

Besondere Sicherheitsbestimmungen

Lagerung von Chemikalien und Lösungsmitteln

- › Lösungsmittel, Chemikalien sowie Chemikalienabfälle werden **grundsätzlich** in den dafür vorgesehenen Sicherheitsschränken gelagert und nur zur Entnahme der benötigten Menge aus den Schränken geholt. Flaschen oder Kanister mit brennbaren und entzündlichen Chemikalien dürfen auf keinen Fall neben laufenden Reaktionen stehen.
- › Präparate müssen immer in dicht verschlossenen und beschrifteten Gefäßen (Schraubdeckelgläser für fertige Präparate, sonst Kolben mit Glasstopfen und HWS-Klemme) in den vorgesehenen Chemikalien- bzw. Kühlschränken gelagert werden. Kolben werden auf Korkringen in Schalen („Angstschalen“) gestellt, um ein Umkippen zu vermeiden. Zur Beschriftung gehören:
 - Name und Platznummer des Studenten
 - eindeutige Angabe des Inhalts (Name, bzw. Strukturzeichnung; die Präparatenummer reicht nicht!)

Unzureichend gesicherte oder nicht beschriftete Kolben werden entfernt!

- › Geringe Mengen Chemikalien können in Ausnahmefällen und in Absprache mit den Assistenten über Nacht im Abzug verbleiben, wenn die Gefäße wie beschrieben gesichert und beschriftet sind.

Ölbäder

- › Paraffinölbäder dürfen nicht über **160 °C** erhitzt werden.
- › Mit Chemikalien oder Wasser verunreinigte Ölbäder werden umgehen entsorgt (s.u.) und wieder befüllt.

Alkalimetalle und metallorganische Verbindungen




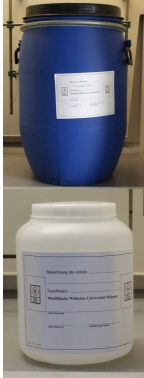






- › Beim Arbeiten mit diesen Stoffen muss darauf geachtet werden, dass die verwendeten Kühler unbeschädigt und dicht sind.

Entsorgung

- › Chemikalienreste, benutzte Verbrauchsmaterialien und sonstiger anfallender Abfall werden gemäß der Tabelle auf der nächsten Seite sortiert.
- › Achten Sie darauf, dass die Behälter nicht überlaufen oder überquellen!
- › Die Behälter müssen korrekt beschriftet sein (s. Tabelle). Angaben zur „Spezifikation“ sind nur notwendig, wenn die Abfälle noch zusätzlich sortiert würden, z.B. nach Filterpapieren, kontaminierten Wischtüchern oder kontaminierten Schutzhandschuhen.
- › Volle Abfallbehälter (außer den normalen Rollcontainern) werden vom entsprechenden Saaldienst (s. S. 44) zur Entsorgung gebracht.
 - Lösungsmittel-, Metallsalz-, Paraffinöl, Feststoff-, Kieselgel- und Spritzenabfälle: ins Säurehaus. Dazu müssen von den Saalassistenten entsprechende Formulare vorbereitet werden.
 - Laborglastonne: in den Restmüllcontainer (nicht Altglas!) auf dem Parkplatz des Instituts entleeren.
- › Ein Tipp zur Reduktion des Abfallaufkommens: Wischtücher, mit denen z.B. nur Glasgeräte getrocknet wurden, und die meisten Handschuhe – bei sauberer Arbeitsweise – können in aller Regel als nicht mit Chemikalien kontaminiert angesehen werden und daher im normalen Restmüll entsorgt werden.



Vor der Entsorgung sind Reste von reaktiven Substanzen (z.B. Brom, *n*BuLi, Peroxide, Alkylierungsreagenzien) **immer** entsprechend den Vorgaben (Betriebsanweisung!) **neutralisieren!!!**

Welcher Abfall?	Wohin?	Art des Behälters	Beschriftung („Bezeichnung des Abfalls“)	Gefahrensymbole
Lösungsmittel, Chemikalienreste in Lösung, wässrige Phasen (z.B. nach Ausschüteln)	Lösungsmittelkanister NIEMALS in den Ausguss!!		Etikett „ Organische halogenierte Lösungsmittel “	(sind auf dem Etikett aufgedruckt)
Metallsalz-haltige Lösungen (z.B. Cu, Fe, Mn) ⇒ vorher Ansäuern	Metallsalzkanister		Schwermetallhaltige Lösungen	
verschmutztes Paraffinöl	Paraffinölkanister		Paraffinöl mit schädlichen Verunreinigungen	
feste Chemikalienreste, verschmutztes Laborglas, verschmutzte Chemikalienbehälter, kontaminierte Verbrauchsmaterialien (Handschuhe, Wischpapier, Filterpapiere, größere Spritzen)	Feststofftonne		Feststoffabfälle	
benutztes Kieselgel (ACHTUNG: nicht versehentlich in die Tonne mit dem sauberen Silica schütten!)	Kieselgeltonne		Kieselgel mit schädlichen Verunreinigungen	
Kanülen, Pasteurpipetten und Spritzen	Spritzenabwurfboxen („Rigi-Boxen“)		Spritzen, Pipetten und Kanülen mit schädlichen Verunreinigungen	
Laborglas (Kolben, etc.), <u>ohne</u> Chemikalienreste	Laborglas-tonne			
Wischtücher u. Handschuhe ohne Kontaminationen, Verpackungen, leere Chemikalienbehälter (ohne Chemikalienreste und unbeschriftet!)	„normale“ Restmüll / Glas / Papier Container			

Hinweise auf besondere Gefahren und Sicherheitsratschläge

(H- und P-Sätze nach GHS)

Gefahrenhinweise (H-Sätze)

Gefahrenhinweise für physikalische Gefahren

H200	Instabil, explosiv
H201	Explosiv, Gefahr der Massenexplosion.
H202	Explosiv; große Gefahr durch Splitter, Spreng- und Wurfstücke.
H203	Explosiv; Gefahr durch Feuer, Luftdruck oder Splitter, Spreng- und Wurfstücke.
H204	Gefahr durch Feuer oder Splitter, Spreng- und Wurfstücke.
H205	Gefahr der Massenexplosion bei Feuer.
H220	Extrem entzündbares Gas.
H221	Entzündbares Gas.
H222	Extrem entzündbares Aerosol.
H223	Entzündbares Aerosol.
H224	Flüssigkeit und Dampf extrem entzündbar.
H225	Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H226	Flüssigkeit und Dampf entzündbar.
H228	Entzündbarer Feststoff.
H240	Erwärmung kann Explosion verursachen.
H241	Erwärmung kann Brand oder Explosion verursachen.
H242	Erwärmung kann Brand verursachen.
H250	Entzündet sich in Berührung mit Luft von selbst.
H251	Selbsterhitzungsfähig; kann in Brand geraten.
H252	In großen Mengen selbsterhitzungsfähig; kann in Brand geraten.
H260	In Berührung mit Wasser entstehen entzündbare Gase, die sich spontan entzünden können.
H261	In Berührung mit Wasser entstehen entzündbare Gase.
H270	Kann Brand verursachen oder verstärken; Oxidationsmittel.
H271	Kann Brand oder Explosion verursachen; starkes Oxidationsmittel.
H272	Kann Brand verstärken; Oxidationsmittel.
H280	Enthält Gas unter Druck; kann bei Erwärmung explodieren.
H281	Enthält tiefkaltes Gas; kann Kälteverbrennungen oder -Verletzungen verursachen.
H290	Kann gegenüber Metallen korrosiv sein.

Gefahrenhinweise für Gesundheitsgefahren

H300	Lebensgefahr bei Verschlucken.
H301	Giftig bei Verschlucken.
H302	Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H304	Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein.
H310	Lebensgefahr bei Hautkontakt.
H311	Giftig bei Hautkontakt.
H312	Gesundheitsschädlich bei Hautkontakt.
H314	Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
H315	Verursacht Hautreizungen.
H317	Kann allergische Hautreaktionen verursachen.
H318	Verursacht schwere Augenschäden.
H319	Verursacht schwere Augenreizung.
H330	Lebensgefahr bei Einatmen.
H331	Giftig bei Einatmen.
H332	Gesundheitsschädlich bei Einatmen.
H334	Kann bei Einatmen Allergie, asthmaartige Symptome oder Atembeschwerden verursachen.
H335	Kann die Atemwege reizen.
H336	Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.
H340	Kann genetische Defekte verursachen <Expositionsweg angeben, sofern schlüssig belegt ist, dass diese Gefahr bei keinem anderen Expositionsweg besteht>.
H341	Kann vermutlich genetische Defekte verursachen <Expositionsweg angeben, sofern schlüssig belegt ist, dass diese Gefahr bei keinem anderen Expositionsweg besteht>.
H350	Kann Krebs erzeugen <Expositionsweg angeben, sofern schlüssig belegt ist, dass diese Gefahr bei keinem anderen Expositionsweg besteht>.
H351	Kann vermutlich Krebs erzeugen <Expositionsweg angeben, sofern schlüssig belegt ist, dass diese Gefahr bei keinem anderen Expositionsweg besteht>.
H360	Kann die Fruchtbarkeit beeinträchtigen oder das Kind im Mutterleib schädigen <konkrete Wirkung angeben, sofern bekannt> <Expositionsweg angeben, sofern schlüssig belegt ist, dass die

- Gefahr bei keinem anderen Expositionsweg besteht>.
Kann vermutlich die Fruchtbarkeit beeinträchtigen oder das Kind im Mutterleib schädigen <konkrete Wirkung angeben, sofern bekannt> <Expositionsweg angeben, sofern schlüssig belegt ist, dass die Gefahr bei keinem anderen Expositionsweg besteht>
- H361 Kann Säuglinge über die Muttermilch schädigen.
Schädigt die Organe <oder alle betroffenen Organe nennen, sofern bekannt> <Expositionsweg angeben, sofern schlüssig belegt ist, dass diese Gefahr bei keinem anderen Expositionsweg besteht>.
- H370 Kann die Organe schädigen <oder alle betroffenen Organe nennen, sofern bekannt> <Expositionsweg angeben, sofern schlüssig belegt ist, dass diese Gefahr bei keinem anderen Expositionsweg besteht>.
- H371 Schädigt die Organe <alle betroffenen Organe nennen> bei längerer oder wiederholter Exposition <Expositionsweg angeben, wenn schlüssig belegt ist, dass diese Gefahr bei keinem anderen Expositionsweg besteht>.
- H372 Kann die Organe schädigen <alle betroffenen Organe nennen, sofern bekannt> bei längerer oder wiederholter Exposition <Expositionsweg angeben, wenn schlüssig belegt ist, dass diese Gefahr bei keinem anderen Expositionsweg besteht>.

Gefahrenhinweise für Umweltgefahren

- H400 Sehr giftig für Wasserorganismen.
H410 Sehr giftig für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung.
H411 Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
H412 Schädlich für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
H413 Kann für Wasserorganismen schädlich sein, mit langfristiger Wirkung.

EUH-Sätze – Ergänzende Gefahrenmerkmale und ergänzende Kennzeichnungselemente

Physikalische Eigenschaften

- EUH 001 In trockenem Zustand explosionsgefährlich.
EUH 006 Mit und ohne Luft explosionsfähig.
EUH 014 Reagiert heftig mit Wasser.
EUH 018 Kann bei Verwendung explosionsfähige / entzündbare Dampf/Luft-Gemische bilden.
EUH 019 Kann explosionsfähige Peroxide bilden.
EUH 044 Explosionsgefahr bei Erhitzen unter Einschluss.

Gesundheitsgefährliche Eigenschaften

- EUH 029 Entwickelt bei Berührung mit Wasser giftige Gase.
EUH 031 Entwickelt bei Berührung mit Säure giftige Gase.
EUH 032 Entwickelt bei Berührung mit Säure sehr giftige Gase.
EUH 066 Wiederholter Kontakt kann zu spröder oder rissiger Haut führen.
EUH 070 Giftig bei Berührung mit den Augen.
EUH 071 Wirkt ätzend auf die Atemwege.

Umweltgefährliche Eigenschaften

- EUH 059 Die Ozonschicht schädigend.

Gefahrenhinweise für physikalische Gefahren

- EUH 201/201A Enthält Blei. Nicht für den Anstrich von Gegenständen verwenden, die von Kindern gekaut oder gelutscht werden könnten. Achtung! Enthält Blei.
EUH 202 Cyanacrylat. Gefahr. Klebt innerhalb von Sekunden Haut und Augenlider zusammen. Darf nicht in die Hände von Kindern gelangen.
EUH 203 Enthält Chrom (VI). Kann allergische Reaktionen hervorrufen.
EUH 204 Enthält Isocyanate. Kann allergische Reaktionen hervorrufen.
EUH 205 Enthält epoxidhaltige Verbindungen. Kann allergische Reaktionen hervorrufen.
EUH 206 Achtung! Nicht zusammen mit anderen Produkten verwenden, da gefährliche Gase (Chlor) freigesetzt werden können.
EUH 207 Achtung! Enthält Cadmium. Bei der Verwendung entstehen gefährliche Dämpfe. Hinweise des Herstellers beachten. Sicherheitsanweisungen einhalten.
EUH 208 Enthält <Name des sensibilisierenden Stoffes>. Kann allergische Reaktionen hervorrufen.
EUH 209/209A Kann bei Verwendung leicht entzündbar werden. Kann bei Verwendung entzündbar werden.
EUH 210 Sicherheitsdatenblatt auf Anfrage erhältlich.
EUH 401 Zur Vermeidung von Risiken für Mensch und Umwelt die Gebrauchsanleitung einhalten.

Sicherheitshinweise (P-Sätze)

Allgemein

- P101 Ist ärztlicher Rat erforderlich, Verpackung oder Kennzeichnungsetikett bereithalten.
P102 Darf nicht in die Hände von Kindern gelangen.
P103 Vor Gebrauch Kennzeichnungsetikett lesen.

Prävention

- P201 Vor Gebrauch besondere Anweisungen einholen.
P202 Vor Gebrauch alle Sicherheitshinweise lesen und verstehen.
P210 Von Hitze / Funken / offener Flamme / heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen.
P211 Nicht gegen offene Flamme oder andere Zündquelle sprühen.
P220 Von Kleidung / ... / brennbaren Materialien fernhalten/entfernt aufbewahren.
P221 Mischen mit brennbaren Stoffen / ... unbedingt verhindern.
P222 Kontakt mit Luft nicht zulassen.
P223 Kontakt mit Wasser wegen heftiger Reaktion und möglichem Aufflammen unbedingt verhindern.
P230 Feucht halten mit ...
P231 Unter inertem Gas handhaben.
P232 Vor Feuchtigkeit schützen.
P233 Behälter dicht verschlossen halten.
P234 Nur im Originalbehälter aufbewahren.
P235 Kühl halten.
P240 Behälter und zu befüllende Anlage erden.
P241 Explosionsgeschützte elektrische Betriebsmittel / Lüftungsanlagen / Beleuchtung / ... verwenden.
P242 Nur funkenfreies Werkzeug verwenden.
P243 Maßnahmen gegen elektrostatische Aufladungen treffen.
P244 Druckminderer frei von Fett und Öl halten.
P250 Nicht schleifen / stoßen / ... / reiben.
P251 Behälter steht unter Druck: Nicht durchstechen oder verbrennen, auch nicht nach der Verwendung.
P260 Staub / Rauch / Gas / Nebel / Dampf / Aerosol nicht einatmen.
P261 Einatmen von Staub / Rauch / Gas / Nebel / Dampf / Aerosol vermeiden.
P262 Nicht in die Augen, auf die Haut oder auf die Kleidung gelangen lassen.
P263 Kontakt während der Schwangerschaft/und der Stillzeit vermeiden.
P264 Nach Gebrauch ... gründlich waschen.
P270 Bei Gebrauch nicht essen, trinken oder rauchen.
P271 Nur im Freien oder in gut belüfteten Räumen verwenden.
P272 Kontaminierte Arbeitskleidung nicht außerhalb des Arbeitsplatzes tragen.
P273 Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P280 Schutzhandschuhe / Schutzkleidung / Augenschutz / Gesichtsschutz tragen.
P281 Vorgeschriebene persönliche Schutzausrüstung verwenden.
P282 Schutzhandschuhe / Gesichtsschild / Augenschutz mit Kälteisolierung tragen.
P283 Schwer entflammbare / flammhemmende Kleidung tragen.
P284 Atemschutz tragen.
P285 Bei unzureichender Belüftung Atemschutz tragen.

Kombinationen

- P231 + P232 Unter inertem Gas handhaben. Vor Feuchtigkeit schützen.
P235 + P410 Kühl halten. Vor Sonnenbestrahlung schützen.

Reaktion

- P301 BEI VERSCHLUCKEN:
P302 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT:
P303 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar):
P304 BEI EINATMEN:
P305 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN:
P306 BEI KONTAMINierter KLEIDUNG:
P307 BEI Exposition:
P308 BEI Exposition oder falls betroffen
P309 BEI Exposition oder Unwohlsein:
P310 Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P311 GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P312 Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P313 Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.
P314 Bei Unwohlsein ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.
P315 Sofort ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.

- P320 Besondere Behandlung dringend erforderlich (siehe ... auf diesem Kennzeichnungsetikett).
P321 Besondere Behandlung (siehe ... auf diesem Kennzeichnungsetikett).
P322 Gezielte Maßnahmen (siehe ... auf diesem Kennzeichnungsetikett).
P330 Mund ausspülen.
P331 KEIN Erbrechen herbeiführen.
P332 Bei Hautreizung:
P333 Bei Hautreizung oder -ausschlag:
P334 In kaltes Wasser tauchen/nassen Verband anlegen.
P335 Lose Partikel von der Haut abbürsten.
P336 Vereiste Bereiche mit lauwarmem Wasser auftauen. Betroffenen Bereich nicht reiben.
P337 Bei anhaltender Augenreizung:
P338 Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter ausspülen.
P340 Die betroffene Person an die frische Luft bringen und in einer Position ruhigstellen, die das Atmen erleichtert.
P341 Bei Atembeschwerden an die frische Luft bringen und in einer Position ruhigstellen, die das Atmen erleichtert.
P342 Bei Symptomen der Atemwege:
P350 Behutsam mit viel Wasser und Seife waschen.
P351 Einige Minuten lang behutsam mit Wasser ausspülen.
P352 Mit viel Wasser und Seife waschen.
P353 Haut mit Wasser abwaschen/duschen.
P360 Kontaminierte Kleidung und Haut sofort mit viel Wasser abwaschen und danach Kleidung ausziehen.
P361 Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen.
P362 Kontaminierte Kleidung ausziehen und vor erneutem Tragen waschen.
P363 Kontaminierte Kleidung vor erneutem Tragen waschen.
P370 Bei Brand:
P371 Bei Großbrand und großen Mengen:
P372 Explosionsgefahr bei Brand.
P373 KEINE Brandbekämpfung, wenn das Feuer explosive Stoffe/Gemische/Erzeugnisse erreicht.
P374 Brandbekämpfung mit üblichen Vorsichtsmaßnahmen aus angemessener Entfernung.
P375 Wegen Explosionsgefahr Brand aus der Entfernung bekämpfen.
P376 Undichtigkeit beseitigen, wenn gefahrlos möglich.
P377 Brand von ausströmendem Gas:
Nicht löschen, bis Undichtigkeit gefahrlos beseitigt werden kann.
P378 ... zum Löschen verwenden.
P380 Umgebung räumen.
P381 Alle Zündquellen entfernen, wenn gefahrlos möglich.
P390 Verschüttete Mengen aufnehmen, um Materialschäden zu vermeiden.
P391 Verschüttete Mengen aufnehmen.

Kombinationen

- P301 + P310 BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P301 + P312 BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P301 + P330 + P331 BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen.
P302 + P334 BEI KONTAKT MIT DER HAUT: In kaltes Wasser tauchen/nassen Verband anlegen.
P302 + P350 BEI KONTAKT MIT DER HAUT: Behutsam mit viel Wasser und Seife waschen.
P302 + P352 BEI KONTAKT MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen.
P303 + P361 + P353 BEI KONTAKT MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle beschmutzten, getränkten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen/duschen.
P304 + P340 BEI EINATMEN: An die frische Luft bringen und in einer Position ruhigstellen, die das Atmen erleichtert.
P304 + P341 BEI EINATMEN: Bei Atembeschwerden an die frische Luft bringen und in einer Position ruhigstellen, die das Atmen erleichtert.
P305 + P351 + P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
P306 + P360 BEI KONTAKT MIT DER KLEIDUNG: Kontaminierte Kleidung und Haut sofort mit viel Wasser abwaschen und danach Kleidung ausziehen.
P307 + P311 BEI Exposition: GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P308 + P313 BEI Exposition oder falls betroffen: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.
P309 + P311 BEI Exposition oder Unwohlsein: GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P332 + P313 Bei Hautreizung: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.
P333 + P313 Bei Hautreizung oder -ausschlag: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.
P335 + P334 Lose Partikel von der Haut abbürsten. In kaltes Wasser tauchen/ nassen Verband anlegen.
P337 + P313 Bei anhaltender Augenreizung: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.
P342 + P311 Bei Symptomen der Atemwege: GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P370 + P376 Bei Brand: Undichtigkeit beseitigen, wenn gefahrlos möglich.

- P370 + P378 Bei Brand: ... zum Löschen verwenden.
P370 + P380 Bei Brand: Umgebung räumen.
P370 + P380
+ P375 Bei Brand: Umgebung räumen. Wegen Explosionsgefahr Brand aus der Entfernung bekämpfen.
P371 + P380
+ P375 Bei Großbrand und großen Mengen: Umgebung räumen. Wegen Explosionsgefahr Brand aus der Entfernung bekämpfen.

Aufbewahrung

- P401 ... aufbewahren.
P402 An einem trockenen Ort aufbewahren.
P403 An einem gut belüfteten Ort aufbewahren.
P404 In einem geschlossenen Behälter aufbewahren.
P405 Unter Verschluss aufbewahren.
P406 In Korrosionsbeständigem / ... Behälter mit korrosionsbeständiger Auskleidung aufbewahren.
P407 Luftspalt zwischen Stapeln/Paletten lassen.
P410 Vor Sonnenbestrahlung schützen.
P411 Bei Temperaturen von nicht mehr als ... °C / ... aufbewahren.
P412 Nicht Temperaturen von mehr als 50 °C aussetzen.
P413 Schüttgut in Mengen von mehr als ... kg bei Temperaturen von nicht mehr als ... °C aufbewahren.
P420 Von anderen Materialien entfernt aufbewahren.
P422 Inhalt in/unter ... aufbewahren.

Kombinationen

















- P402 + P404 In einem geschlossenen Behälter an einem trockenen Ort aufbewahren.
P403 + P233 Behälter dicht verschlossen an einem gut belüfteten Ort aufbewahren.
P403 + P235 Kühl an einem gut belüfteten Ort aufbewahren.
P410 + P403 Vor Sonnenbestrahlung geschützt an einem gut belüfteten Ort aufbewahren.
P410 + P412 Vor Sonnenbestrahlung schützen und nicht Temperaturen von mehr als 50 °C aussetzen.
P411 + P235 Kühl und bei Temperaturen von nicht mehr als ... °C aufbewahren.

Entsorgung

- P501 Inhalt/Behälter ... zuführen.

Gefahrensymbole

Das **Global harmonisierte System zur Einstufung und Kennzeichnung von Chemikalien (GHS, Globally Harmonized System of Classification and Labelling of Chemicals)** der Vereinten Nationen ist ein weltweit einheitliches System zur Einstufung von Chemikalien sowie deren Kennzeichnung auf Verpackungen und in Sicherheitsdatenblättern. Stoffe dürfen seit dem 20.01.2009 nach dem neuen System gekennzeichnet werden, die Übergangszeit endet im Dezember 2010. (Für Lagerbestände gilt eine Frist von 2 Jahren, für Stoffgemische das Jahr 2015).

GHS-Kennzeichnung				EU-Kennzeichnung		
Pikto-gramm	Kodierung	Gefahrenklasse	Signalwort	Symbol	Gefahrenbezeichnung	Ken- nung
	GHS01	Instabile explosive Stoffe, Gemische und Erzeugnisse mit Explosivstoff(en), selbstzersetzliche Stoffe und Gemische, Organische Peroxide	Gefahr		Explosionsgefährlich	E
	GHS02	Entzündbar, selbsterhitzungsfähig, selbstzersetzlich, pyrophor, Organische Peroxide	Gefahr		Hochentzündlich	F+
					Leichtentzündlich	F
	GHS03	Entzündend (oxidierend) wirkend	Gefahr		Brandfördernd	O
	GHS04	Gase unter Druck, verdichtete, verflüssigte, tiefgekühlt verflüssigte, gelöste Gase	Achtung			
	GHS05	Auf Metalle korrosiv wirkend, hautätzend, schwere Augenschädigung	Gefahr/ Achtung		Ätzend	C
	GHS06	Akute Toxizität	Gefahr		Sehr giftig	T+
					Giftig	T
keine direkte Entsprechung					Gesundheitsschädlich	Xn
					Reizend	Xi
	GHS07	div. Gesundheitsgefahren: cancerogen, mutagen, reproduktionstoxisch, Zielorgantoxizität, Aspirationsgefahr, Atemwegs-sensibilisierung	Gefahr	keine direkte Entsprechung		
	GHS08	Akute Toxizität in den unteren Kategorien (ehemals: "gesundheitsschädlich"), Haut- und Augenreizung	Achtung			
	GHS09	Gewässergefährdend	Gefahr/ Achtung		Umweltgefährlich	N

VIII. TESTATE

(Vor die Protokolle heften! Nach dem Praktikum bitte beim Organisationsassistenten vorlegen!)

Name: _____

Kurs-Nr.: _____ Platz-Nr.: _____ Saal: _____

Präparat	Betriebsanweisung	Antestat	Abtestat für Präparat	Abtestat für Protokoll
A.1–A.8				
1				
2				
3				
P.1 / P.2				
4				
5				
6				
7				
P.3				
8				
9				
10				
11				
12				

IX. ERKLÄRUNG

Organisch-Chemisches Institut

Grundpraktikum OC

Saal/Platz-Nr.: _____ / _____

Name und Anschrift: (bitte in Druckschrift!)

Vor- u. Nachname: _____

Straße u. Hausnummer: _____

PLZ: _____ Stadt: _____

Ich habe von der Allgemeinen Laborordnung (Betriebsanweisung nach §14 GefStoffV) sowie der Hausordnung des Organisch-Chemischen Instituts Kenntnis genommen und verpflichte mich, diese bei allen Arbeiten zu beachten. Vor dem erstmaligen Arbeiten mit einem der dort aufgeführten Geräte muss ich die Betriebsanweisung lesen und mich bei ggf. auftretenden Fragen und Problemen durch einen Assistenten in die Bedienung einweisen lassen. Mir ist bekannt, dass ich für Schäden, die durch die Nichteinhaltung dieser Vorschriften entstehen, voll haftpflichtig bin.

Ich verpflichte mich ferner, die im Praktikum verwendeten Materialien und Chemikalien nur innerhalb des Organisch-Chemischen Instituts und nur für die vorgesehenen Praktikumszwecke zu verwenden.

Ich verpflichte mich, die Kosten aller von mir während des Praktikums vom Organisch-Chemischen Institut verursachten Schäden an Glasgeräten und sonstiger Ausrüstung zu begleichen.

Die zur Verfügung gestellte Grundausstattung (siehe Liste Platzausrüstung) werde ich am Ende des Praktikums vollständig und in ordnungsgemäßem Zustand zurück geben.

Münster, den _____

Unterschrift

X. PLATZAUSRÜSTUNG

Organisch-Chemisches Institut

Grundpraktikum OC

Name: _____

Saal/Platz-Nr.: _____ / _____

Spind-Nr.: _____

Ich bestätige die Übernahme eines Laborplatzes mit der auf der Liste vermerkten fehlenden Ausrüstung im Organisch-Chemischen Grundpraktikum sowie eines (oben aufgeführten) Spind- und Schrankschlüssels. Alle weiteren Geräte sind vollständig und in einwandfreiem Zustand vorhanden, soweit sie nicht unter „Fehlende oder defekte Ausrüstung“ aufgeführt sind. Die persönliche Haftung für die ordnungsgemäße Rückgabe am Semesterende erkenne ich an.

Fehlende oder defekte Ausrüstung:	Ersatz erhalten

Münster, den _____

Unterschrift

ALLGEMEINES		FLASCHEN	
	Ölbadaufsatz (mit Paraffinöl)		1 Laborflasche Weithals, 250 ml, klar, schwarzer Deckel (DC-Glas)
	2 Kristallisierschalen (ø 14 cm)		2 Schraubflaschen (Sovirel/Duran) 50 ml
	1 Topf		2 Schraubflasche (Sovirel/Duran) 100 ml
	1 Aluminiumtopf, Plastik- oder Metallschüssel		2 Weithalsflaschen 250 ml PE
	2 Laborboys		1 Standflasche 500 ml PE
	2 Magnetrührer mit Kabel, davon 1 moderner	SCHLIFFGERÄTE	
	2 Rührfische (2 bzw. 4 cm)		1 Chromatographie Säule mit/ohne Fritte mit Hahn, div. Größen
	3 Rührfische 1 cm		1 Chromatographiesäule mit Fritte und Hahn, 300 x 20 mm
	1 Pinzette 145 mm		1 Säulenaufsatz 500 ml NS 29 für die Chromatographiesäule
	1 Reagenzglasgestell (Edelstahl, 4x10)		4 Rundkolben 25 ml (NS 14.5)
	9 kleine HWS-Klammern NS 14.5, mind. 2 Kunststoff		3 Rundkolben 50 ml (NS 14.5)
	7 große HWS-Klammern NS 29, mind. 2 Kunststoff		2 Rundkolben 100 ml (NS 14.5)
	1 Dreiweghahn mit passendem Hahnküken		1 Spitzkolben 50 ml (NS 29)
	1 Saugflasche 1000 ml		3 Rundkolben 100 ml (NS 29)
	1 Büchner-Trichter (ø 5–9 cm)		3 Rundkolben 250 ml (NS 29)
	1 Satz Gummimanschetten (7 Stück)		2 Rundkolben 500 ml (NS 29)
	1 Thermometer (0–250 °C) ohne Schliff		2 Rundkolben 1000 ml (NS 29)
	1 Glasfritte		1 Dreihalskolben 100 ml (1 NS 29, 2 NS 14.5)
	5 Schlauchschellen		1 Dreihalskolben 500 ml (3 NS 29)
	1 100 ml Messzylinder aus Glas (darf vom Glasbläser bis auf 70ml verkleinert sein)		1 Erlenmeyerkolben 100 ml (NS 29)
	1 Sicherheitsspritzflasche ACETON 500 ml		1 Erlenmeyerkolben 250 ml (NS 29)
	1 Pipettensauger		1 Claisenbrücke (NS 29, 3 NS 14.5)
	1 Becherglas 100–250 ml		1 Mikrodestillationsapparatur mit Kühlfinger (3 NS 14.5)
	1 Becherglas 400–800 ml		1 Vigreuxkolonne mit Claisenbrücke (3 o. 4 NS 14.5)
	4 Korkringe		1 Vakuumvorstoß (2 NS 14.5)
	1 Glastrichter (ø 8–11 cm)		1 Spinne mit Vakuumansatz (4 NS 14.5)
	1 Pulvertrichter (ø 8 cm, Auslauf für NS 29)		1 Rückflusskühler (2 NS 14.5)
	1 Pulvertrichter (ø 8 cm, Auslauf für NS 14.5)		1 Rückflusskühler (2 NS 29)
	1 Schlauchklemme		1 Thermometer (NS 14.5, 0–250 °C)
	1 T-Stück		1 Absaugstutzen (NS 29)
	1 5 ml Kolbenpipette		1 Reduzierstück (NS 29/14.5)
	1 Spatel		1 Reduzierstück (NS 14.5/29)
	1 Erlenmeyer Kolben 100–250 ml		1 CaCl ₂ -Rohr (NS 29)
	3 Polystopfen NS 29		3 Glasstopfen (NS 14.5)
	2 Polystopfen NS 14.5		3 Glasstopfen (NS 29)
	1 Porzellanschale		1 Gärröhrchen (NS 14.5)
STATIVMATERIAL			1 Gärröhrchen (NS 29)
	2 Ringe		1 Gaswaschflasche mit Einsatz
	11 Klammern, davon mind. 2 Vierfingerklammern		1 Quickfit-Aufsatz mit Teflondichtung (NS 14.5)
	1 Kettenklammer		1 Gasableitungsrohr mit Hahn NS 14.5
	1 Mikroklammer		1 Gasableitungsrohr mit Hahn NS 29
	13 Muffen		1 Tropftrichter mit Druckausgleich 100 ml (2 NS 29) und passendem Hahnküken
			1 kleiner Scheidetrichter (25–100ml) mit passendem Polystopfen und Hahnküken
ABZÜGE			
	Alle Hähne und Anschlüsse auf Funktion geprüft		1 Scheidetrichter 250 ml mit passendem Polystopfen und Hahnküken
			1 Scheidetrichter 1000 ml mit passendem Polystopfen und Hahnküken