

Hünig • Kreitmeier • Märkl • Sauer

Einführungspraktikum

zu den

Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie

Versuche und Übungen

Inhaltsverzeichnis

Die Angaben der Kapitel beziehen sich auf die „Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie“)

Vorwort	6
Kapitel 3: Klassische Methoden zur Charakterisierung organischer Verbindungen	8
Übungen 3.1-3.3	9
Untersuchungen zum Schmelzverhalten von reinen Verbindungen und Gemischen	
Versuch 3.1 Bestimmung der Schmelzpunkte reiner Verbindungen	10
Versuch 3.2 Identifizierung einer „unbekannten“ Substanz durch den Mischschmelzpunkt	10
Bestimmung des Siedepunkts organischer Verbindungen	
Versuch 3.3 Siedepunktbestimmung nach <i>Siwolobow</i>	11
Versuch 3.4 Charakterisierungen einer „unbekannten“ Substanz durch den Siedepunkt und den Brechungsindex	11
Versuch 3.5 Siedepunktbestimmung im Makromaßstab	12
Kapitel 4: Destillation	13
Übungen 4.1-4.7	14
Destillation unter Normaldruck	
Versuch 4.1 Reinigung flüssiger Verbindungen durch Destillation bei Normaldruck (Abtrennung von hochsiedenden und färbenden Verunreinigungen)	16
Versuch 4.2 Isolierung von festen Produkten aus Lösungen durch Abdestillieren des Lösungsmittels bei Normaldruck in einer einfachen Destillationsapparatur	17
Versuch 4.3 Isolierung flüssiger Verbindungen aus Lösungen niedrig siedender Solventien durch Abdestillieren des Lösungsmittels bei Normaldruck in einer einfachen Destillationsapparatur	18
Destillation unter vermindertem Druck	
Versuch 4.4 Isolierung von Festsubstanzen aus Lösungen durch Abziehen der Lösungsmittel am Rotationsverdampfer	19
Versuch 4.5 Isolierung von flüssigen Verbindungen aus Lösungen durch Abziehen der Lösungsmittel am Rotationsverdampfer	20
Versuch 4.6 Reinigung flüssiger Verbindungen durch Destillation unter vermindertem Druck – Wasserstrahl- bzw. Membranpumpenvakuum	21
Versuch 4.7 Destillative Reinigung von flüssigen Verbindungen im „Ölpumpenvakuum“ (Abtrennung von schwerflüchtigen Verunreinigungen)	22
Versuch 4.8 Destillative Reinigung von festen Verbindungen	23
Rev. 1.01 (20.06.06)	2

Mehrstufigendestillation

Versuch 4.9	Siedepunktbestimmung idealer und nicht idealer Mischungen	24
Versuch 4.10	Destillative Trennung binärer Mischungen	25

Destillation azeotroper Gemische

Versuch 4.11	Reinigung von <i>p</i> -Benzochinon durch Wasserdampfdestillation	27
Versuch 4.12	Trennung eines Gemisches aus <i>o</i> - und <i>p</i> -Nitrophenol durch Wasserdampfdestillation	28
Versuch 4.13	Isolierung des etherischen Öls aus Kümmel durch Wasserdampfdestillation	29

Kapitel 6: Umkristallisation 31

Versuch 6.1	Umkristallisation von Benzoesäure aus Wasser (Makromaßstab)	32
Versuch 6.2	Umkristallisation im Makromaßstab	33
Versuch 6.3	Umkristallisation im Halbmikromaßstab	35
Versuch 6.4	Umkristallisation im Mikromaßstab	36

Kapitel 7: Sublimation 37

Übung 7.1		38
Versuch 7.1	Vorproben	38
Versuch 7.2	Reinigung kristalliner Stoffe durch Sublimation	39

Kapitel 8: Extraktion 40

Versuch 8.1	Extraktion von Crotonsäure oder Malonsäure aus wässrigen Lösungen mit <i>tert</i> -Butylmethylether, Toluol oder Essigsäureethylester – Bestimmung der <i>k</i> -Werte	41
Versuch 8.2	Mehrfach-Extraktion von Crotonsäure aus einer wässrigen Lösung mit Cyclohexan	42
Versuch 8.3	Extraktive Trennung eines Gemisches aus 4-Methylbenzoesäure und <i>rac</i> -Borneol	43
Versuch 8.4	Extraktive Trennung eines Gemisches aus Benzoesäure, 4'-Aminoacetophenon und Naphthalin	45
Versuch 8.5	Extrahierende Umkristallisation von 9,10-Dibromanthracen	46
Versuch 8.6	Isolierung von Trimyristin aus Muskatnuss durch kontinuierliche Extraktion mit dem Soxhlet-Extraktor	47

Kapitel 9: Chromatographie 48

Dünnschichtchromatographie (DC)

Versuch 9.1	DC-Trennung von <i>cis</i> - und <i>trans</i> -Azobenzol. Isomerisierung von <i>trans</i> -Azobenzol in <i>cis</i> -Azobenzol	49
Versuch 9.2	DC-Trennung eines Gemisches von synthetischen Farbstoffen	50

Versuch 9.3	DC-Chromatographie von Pflanzenfarbstoffen – Spinat-Extrakt	51
Versuch 9.4	DC-Trennung und Nachweis von Aminosäuren	52
Versuch 9.5	DC-Trennung von Fumarsäure und Maleinsäure	53

Säulenchromatographie

Versuch 9.6	Säulenchromatographische Trennung von 2,4-Dinitrophenol und Tetraphenylcyclopentadienon	54
Versuch 9.7	Säulenchromatographische Trennung eines Gemisches von <i>trans</i> -Azobenzol, 4-Methoxyazobenzol und Sudan I	56
Versuch 9.8	Säulenchromatographische Trennung von <i>trans</i> -Azobenzol und 2,4-Dinitrophenol	57

Kapitel 12: Chemische Analytik organischer Verbindungen (Identifizierung von Verbindungen mit funktionellen Gruppen durch die Darstellung von Derivaten) **59**

Identifizierung von Alkoholen

Versuch 12.1	Darstellung von Phenylurethanen
Versuch 12.2	Darstellung von 3,5-Dinitrobenzoesäureestern

Identifizierung von Aldehyden und Ketonen

Versuch 12.3	Darstellung von 2,4-Dinitrophenylhydrazonen
Versuch 12.4	Darstellung der Semicarbazone

Identifizierung von primären und sekundären Aminen

Versuch 12.5	Darstellung von Acetamiden
Versuch 12.6	Darstellung von Benzamiden

Identifizierung von Carbonsäuren

Versuch 12.7	Darstellung von Carbonsäureamiden
Versuch 12.8	Darstellung von Carbonsäureaniliden

Identifizierung von Phenolen

Versuch 12.9	Darstellung von Phenylurethanen
Versuch 12.10	Darstellung von Benzoesäure- bzw. 2,4-Dinitrobenzoesäureestern

Kapitel 13: Molekülspektroskopie **62**

Übung 13.1	UV/Vis-Spektroskopie	63
Übung 13.2	IR-Spektroskopie	65
Übung 13.3	¹ H-NMR-Spektroskopie	66

Musterpräparat

Acetylierung von Salicylsäure zu Acetylsalicylsäure	67
Muster für eine versuchsbezogene Betriebsanweisung nach §20 GefStoffV	70

Verbundversuche

Versuch 4.3	Isolierung flüssiger Verbindungen aus Lösungen niedrig siedender Solventien durch Abdestillieren des Lösungsmittels bei Normaldruck in einer einfachen Destillationsapparatur
Versuch 4.5	Isolierung von flüssigen Verbindungen aus Lösungen durch Abziehen der Lösungsmittel am Rotationsverdampfer
Versuch 4.6	Reinigung flüssiger Verbindungen durch Destillation unter vermindertem Druck – Wasserstrahl- bzw. Membranpumpenvakuum

Versuch 4.2	Isolierung von festen Produkten aus Lösungen durch Abdestillieren des Lösungsmittels bei Normaldruck in einer einfachen Destillationsapparatur
Versuch 4.4	Isolierung von Festsubstanzen aus Lösungen durch Abziehen der Lösungsmittel am Rotationsverdampfer
Versuch 6.2	Umkristallisation im Makromaßstab

Versuch 8.3	Extraktive Trennung eines Gemisches aus 4-Methylbenzoesäure und <i>rac</i> -Borneol
Versuch 6.3	Umkristallisation im Halbmikromaßstab (4-Methylbenzoesäure)
Versuch 7.2	Reinigung kristalliner Stoffe durch Sublimation (<i>rac</i> -Borneol)

Vorwort

Mit dem „**Apparativen Einführungspraktikum**“ sollen die Studierenden die in den „**Arbeitsmethoden in der organischen Chemie**“ vorgestellten experimentellen Methoden in selbst durchgeführten Versuchen kennen lernen.

Diese Versuche sollten deshalb vor Beginn des Praktikums („Nullte Woche“) stattfinden. Damit soll auch vermieden werden, dass die Studierenden im „Ernstfall“ im Praktikum bei der Darstellung der Präparate Schiffbruch erleiden. Die Versuchsnummern entsprechen den Kapitelnummern in den Arbeitsmethoden.

Voraussetzung für den Erfolg des **Vorpraktikums** ist die Bearbeitung der jeweiligen Kapitel in den „**Arbeitsmethoden**“, auf die im Text des Vorpraktikums nochmals explizit verwiesen wird. Bei der Durchführung der Versuche im „Integrierten organisch-chemischen Praktikum (I.O.C-Praktikum)“ ist vorauszusetzen, dass die einschlägigen Kapitel aus den Arbeitsmethoden bearbeitet werden. Erfolge im Praktikum sind auch ein Ergebnis der engen Verknüpfung mit den Arbeitsmethoden. Die Darstellung der Präparate ist nicht Selbstzweck, sie dient dem Kennen lernen der organischen Chemie und den damit verbundenen experimentellen Methoden.

Im Vorpraktikum werden für die jeweiligen Arbeitsmethoden mehrere Versuche mit verschiedenen Substanzen angeboten, so dass die Praktikumsleiter hieraus Vorpraktika mit spezifischen Schwerpunkten zusammenstellen können. Grundsätzlich bieten sich folgende Möglichkeiten an:

- Alle Studierenden bearbeiten die gleichen Versuche, eine Auswahlmöglichkeit besteht nicht. Die Studierenden erhalten ein Manuskript mit den durchzuführenden Versuchen.
- Die Zahl der angebotenen Versuche ist so bemessen, dass die Studierenden eine einfache Wahlmöglichkeit haben.
- Die Studierenden können aus dem gesamten Vorpraktikum frei wählen, hier muss der Praktikumsleiter aber den Arbeitsumfang definieren.

In einigen Fällen können die Versuche so miteinander kombiniert werden (Verbundversuche), dass ihre Bearbeitung dem Ablauf regulärer Praktikumsversuche entspricht und reine, den Literaturangaben entsprechende Produkte erhalten werden.

Die bearbeiteten Versuche müssen generell durch eine saubere und lückenlose Protokollführung zusammen mit den Skizzen der eingesetzten Apparaturen dokumentiert werden.

Der Praktikumsleiter muss dafür Sorge tragen, dass die für die Versuche benötigten Chemikalien rechtzeitig im Praktikum ausstehen.

Da das Vorpraktikum das erste organisch-chemische Praktikum im Chemiestudium ist, ist eine intensive Betreuung durch die Assistenten besonders wichtig. Sie soll auch helfen, Unfälle, z. B. durch den falschen Aufbau der Reaktionsapparaturen, zu vermeiden. Deshalb müssen die Assistenten alle Reaktionsapparaturen der Studierenden vor Reaktionsbeginn überprüfen.

Die Assistenten sollten sich auch vergewissern, dass die Praktikanten die einschlägigen Kapitel in den „Arbeitsmethoden“ studiert haben.

Unter diesen Voraussetzungen ist zu erwarten, dass Laborunfälle und Umweltbelastungen vermieden werden können und das experimentelle Arbeiten nachhaltig Freude macht.

Sicherheit und Nachhaltigkeit

In den Vorschriften werden die aktuellen Gefahrstoffestufungen mit R- und S-Sätzen angegeben. Für die im Vorpraktikum eingesetzten Chemikalien müssen die jeweiligen Betriebsanweisungen als Einzel- oder Gruppenbetriebsanweisungen vom Praktikumsleiter zur Verfügung gestellt werden.

Die verwendeten Lösungsmittel sollten in gesonderten, besonders gekennzeichneten Behältern gesammelt werden. Sie können durch einfache Destillation gereinigt und wieder im Vorpraktikum eingesetzt werden. Die verwendeten (gereinigten) Chemikalien werden ebenfalls gesammelt. Durch diese Maßnahmen kann der finanzielle Aufwand für die Chemikalien und die Entsorgung des Sonderabfalls gering gehalten werden.