

Universität Regensburg
Institut für Organische Chemie
Prof. Dr. O. Reiser
Dr. P. Kreitmeier

Organisch-Chemisches Praktikum I für Studierende der Chemie B.Sc., Wirtschaftschemie B.Sc. und der Biochemie B.Sc.

Allgemeine Hinweise zum Praktikum und Versuchsvorschriften zum apparativen Vorpraktikum

Informationen zum Praktikum finden Sie im WWW unter:

<https://www-oc.chemie.uni-regensburg.de/ocp/ocp1.php>

Verantwortlicher Dozenten:	Prof. Dr. Oliver Reiser, Raum CH 33.1.80, Tel. 4631
Organisation und Leitung:	Dr. Peter Kreitmeier, Raum CH 33.1.83, Tel. 4648
Technische Leitung:	Klaus Döring, Raum CH 33.0.83 (Tel. 4659)

Allgemeine Hinweise für Studenten im Praktikum OC I

ZULASSUNGSBEDINGUNGEN

- Voraussetzung zur Zulassung zum Praktikum ist die erfolgreich bestandene Klausur „Reaktionsmechanismen, 3. Sem.“ und die Teilnahme an der Sicherheitseinführung. Die Anwesenheit wird anhand einer Unterschriftenliste kontrolliert.
- Um am Hauptpraktikum teilzunehmen, ist der erfolgreiche Abschluss des Vorpraktikums (Testat aller Versuche) Voraussetzung.
- Melden Sie sich unbedingt in FlexNow zum Praktikum an!

PLATZÜBERNAHME

- Zu Beginn des Praktikums muß ein Laborplatz übernommen werden, die Arbeitsplätze werden zugewiesen. Auf Ihrem Arbeitsplatz finden Sie ein Übernahmeformular, die Platzausstattungsliste und natürlich die zugehörigen Schlüssel.
- Anhand der Platzausstattungsliste überprüfen Sie Ihren Arbeitsplatz auf Vollständigkeit der aufgeführten Geräte. Fehlende, beschädigte oder defekte Geräte können nur in der ersten Woche ergänzt oder ersetzt werden. Besonderes Augenmerk ist auf Stativklammern, Stative, Hebebühnen zu richten, bei elektrischen Geräten auf spröde, gequetschte oder angeschmorte Kabel. Schäden an der Möblierung, Glasplatten, Fenster, Beleuchtung etc. sind dem Assistenten mitzuteilen.
- Mit der Unterschrift auf der Platzausstattungsliste bestätigen Sie die Vollständigkeit des Arbeitsplatzes und die Kenntnisnahme der Laboratoriumsordnung und die Einverständniserklärung zum Vertrag mit dem Freistaat Bayern über die unentgeltliche Überlassung der Arbeitsgeräte. Die unterschriebenen Inventarlisten werden vom Assistenten wieder eingesammelt.
- Jedem Arbeitsplatz ist in den Garderoberäumen ein Spind zugeordnet. Chemikalien dürfen in den Garderoberäumen prinzipiell nicht aufbewahrt werden!

PLATZAUSRÜSTUNG - SAAL AUSLEIHE - VERBRAUCHSMATERIAL

- Die Arbeitsplätze sind mit den gebräuchlichsten Geräten in ausreichender Stückzahl ausgestattet. In jedem Saal sind Membranpumpen, Rotationsverdampfer, Refraktometer, Waagen, Ölpumpe mit Dewars, Wasserdampfgeneratoren, Ultraschallbad sowie Klammer etc. als Saalausrüstung vorhanden. Die Saalausrüstung ist für jedes Labor identisch.
- Falls darüber hinaus weitere Geräte zur Durchführung eines Versuchs benötigt werden, können Sie diese in der Saalausleihe erhalten. Da nur eine sehr begrenzte Stückzahl von Zusatzgeräten vorhanden ist, sollten Sie die entliehenen Geräte möglichst rasch und in sauberen Zustand wieder zurückgeben. Die auf Ihren Namen eingetragenen Geräte werden spätestens am Praktikumsende zurückgefordert. Bei Verlust oder Beschädigung werden die Geräte demjenigen berechnet, der sie zuletzt ausgeliehen hatte. Von der Weitergabe entliehener Geräte untereinander ist aus diesem Grund dringend abzuraten!
- Verbrauchsmaterial (Filterpapiere, Schläuche, Schliff fett, Tropfpipetten etc.) ist nicht in der Platzausrüstung enthalten, sondern steht in den einzelnen Sälen zur Selbstbedienung aus. Der Verbrauch ist zwar nicht limitiert, jedoch sollte es im Sinne eines jeden einzelnen sein, diesen Verbrauch möglichst gering zu halten, da die Gesamtmenge anteilig auf den "Normwert" verrechnet wird. Das "Horten" von Verbrauchsmaterial ist völlig unnötig, da der Bestand bei Bedarf aufgefüllt wird!
- Lösungsmittel sowie Standardchemikalien (Trockenmittel) stehen im Labor auf. Am Ende des Praktikums sind die Vorratsbehälter wieder in die vorgesehenen Regale zu stellen!
- Alle Ölbäder sind mit Siliconöl gefüllt. Die obere Temperaturgrenze dieser Ölbäder ist 180 °C, kurzfristig auch 200 °C. Vor Benutzung der Ölbäder ist unbedingt immer auf Wasserfreiheit zu prüfen! Siliconölbäder dürfen auf keinen Fall mit anderen Ölen vermischt werden. Sollte ein Wechsel des Öls notwendig sein wenden Sie sich an Herrn Döring. **Siedesteine etc. haben in einem Ölbad nichts zu suchen!**
- Geräte der Saalausrüstung sowie aufstehende Vorratsflaschen dürfen den jeweiligen Saal nicht verlassen und auch nicht in die Laborplätze eingeschlossen werden!
- Für einen zügigen Ablauf des Praktikums ist ein Mindestmaß an Geräten nötig. Deshalb sollten im Laufe des Praktikums alle eventuell beschädigten Geräte sofort repariert bzw. ersetzt werden.

Hinweis: Es besteht die Möglichkeit, angebrochene Glasgeräte durch die hauseigenen Glasbläser gegen Entgelt reparieren zu lassen. Im Zweifelsfall fragen sie ihren Assistenten, ob eine Reparatur sinnvoll ist.

- Weiterhin wird empfohlen, sich die folgende "persönliche Ausrüstung" zu besorgen: Alufolie, Tesafilm, wasserfeste Filzschreiber, Schreibzeug, Schere, Messer, Kleenextücher, Handtuch und evtl. etwas Verbandspflaster für kleinere Verletzungen.

VORPRAKTIKUM

- Im Vorpraktikum werden die Versuche unter Anleitung des Assistenten parallel als Einzel- und Gruppenversuche durchgeführt. In jedem Fall ist von allen Studierenden ein Protokoll zu führen, welches von den Assistenten korrigiert und ggf. zur Nachbesserung zurückgegeben wird.
- Die Versuchseinteilung ist gemäß dem Zeitplan bzw. nach Anweisung des Assistenten verbindlich. Alle an den entsprechenden Praktikumstagen benötigten Chemikalien und besondere Geräte werden in den einzelnen Sälen ausgestellt.

HAUPTPRAKTIKUM

- Im Hauptpraktikum werden keine Chemikalien und Geräte ausgestellt (außer Standard-Lösungsmittel, Trockenmittel, Spülaceton, Verbrauchsmaterial und zusätzliche Saalausrüstung). Darüber hinaus benötigte Geräte sind in der Saalausleihe erhältlich.
- Die für die einzelnen Versuche benötigten Chemikalien sind von jedem Studenten selbst zu besorgen:
 - Vor Beschaffung der Chemikalien müssen sich die Studenten über die möglicherweise ausgehenden Gefahren (H/P-Sätze, Gefahrensymbole, etc.) und sachgerechte Entsorgungsmöglichkeiten informieren, z.B. anhand der „Versuchsbezogenen Betriebsanweisungen“, Chemikalienkatalogen oder der einschlägigen Literatur.
 - Aggressive Chemikalien stehen im Nachraum auf. Die entnommenen Chemikalien bitte unverzüglich zurückstellen und nicht verunreinigen.
 - Für Chemikalien, die weder im Labor noch im Nachraum aufstehen (siehe aushängende Lagerliste!), werden am Vortag geeignete und vollständig beschriftete (mit Name, Platznummer, exakte chemische Bezeichnung, Menge (Gramm oder ml) und Gefahrensymbolen) Gefäße geeigneter Größe auf einen Tisch im Gang gestellt. Verwenden Sie dazu die Etikettenvordrucke, die an die „Versuchsbezogene Betriebsanweisung“ angehängt sind. Achtung: für Flüssigkeiten sind Enghals-, für Feststoffe Pulverflaschen zu verwenden!
 - Die abgefüllten Substanzen finden Sie am nächsten Praktikumstag im Nachraum.

Peter Kreilmeier	101
N,N-Dimethylformamid	
...	
0.8-ml	
 Gefahr	

PRÄPARATE

- Die "gemeinsame" Darstellung von Präparaten durch mehrere Studenten ist nicht erlaubt. Versuche betrügerischer Manipulationen (z.B. Kauf von Präparaten etc.) werden mit zusätzlichen Präparaten, in schweren Fällen mit Ausschluß vom Praktikum geahndet!
- Gegen die "gemeinsame" Darstellung von absoluten Lösungsmitteln bestehen keine Einwände!
- Im Hauptpraktikum sind etwa 9 Präparate mit insgesamt mindestens 18 Punkten anzufertigen. Die Präparate sollten alle Hauptkapitel des Praktikumsbuchs abdecken.
- Die ersten 4 der zu bearbeitenden Präparate werden zugeteilt, die folgenden können Sie selbst nach Rücksprache mit ihrem Assistenten selbst ausgewählt werden. Dabei sollte jeder im Laufe des Praktikums ein möglichst breites Spektrum der angebotenen Arbeitstechniken kennenlernen. Pro Saal soll das selbe Präparat in der Regel nur einmal ausgegeben werden!
- Jeder neue Versuch ist vom Studenten schriftlich im Laborjournal auszuarbeiten (Formelkopf, Ansatzgröße mit benötigten Chemikalienmengen):
 - **Formelkopf:** Versuchsnummer, Formelgleichung, Name der Edukte/Produkte, Summenformel und Molgewichte.
 - **Ansatzgröße:** eingesetzte Eduktmengen, alle Angaben in g/ml und mmol, Lösemittelmenge, Apparaturgröße; evtl. Abweichung von der Vorschrift.

- Vor Beginn des Versuches wird eine sog. "Versuchsbezogene Betriebsanweisung" mit Hilfe eines Formblatts erstellt (Link auf der Praktikumsseite) und gegebenenfalls ergänzt. Diese Betriebsanweisung ist Teil des Versuchsprotokolls! Darin sind Sicherheitsdaten der verwendeten Chemikalien, entsprechende Sicherheitsmaßnahmen und Verhaltensmaßregeln sowie Fragen der Entsorgung von Chemikalienabfällen zu behandeln. Die Betriebsanweisung wird im Gespräch mit Ihrem Assistenten besprochen und durch Unterschrift vom Assistenten testiert. Erst nach diesem "Vortestat" darf mit der Versuchsdurchführung begonnen werden. Das Absolutieren von Lösungsmitteln – soweit erforderlich – wird wie ein Versuch behandelt.
- Im weiteren Verlauf des Versuchs - auch im Blockpraktikum - ist ein genaues Protokoll zu führen (siehe Musterprotokoll).
- Sowohl die Präparatausbeute (mindestens 30% der Literatúrausbeute) als auch die Qualität unterliegt einer jeweiligen Untergrenze. Die Unterschreitung dieser Grenze führt zur Wiederholung des Versuchs.
- Die dargestellten **reinen** Präparate sind in ein Präparategläschen abzufüllen und vollständig zu etikettieren. Etikettenvordrucke für die Präparate finden Sie ebenfalls im Anhang der "Versuchsbezogenen Betriebsanweisung"

- Name, Vorname Platznummer
- Bezeichnung und Gefahrensymbole
- Versuchsnummer
- Zusätzlich: Schmp., Sdp., Ausbeute in g

Max Huber	101
1-Chloroctan □	
 Achtung	
IOC-1.1.3	

- Die Präparate werden zusammen mit den zugehörigen Protokollen an den Assistenten abgegeben. Nach Korrektur des Protokolls und Kontrolle der Daten des Präparats zeichnet der Assistent den Versuch ab oder gibt ihn ggf. zur Neufassung oder zur Wiederholung zurück.
- Für jedes abgegebene Präparat wird vom Assistenten ein neues Präparat ausgegeben und in die Praktikumskarte eingetragen. Es können von jedem Studenten maximal 3 Präparate gleichzeitig bearbeitet werden.
- Letzter Abgabetermin von Präparaten mit Protokollen ist der Tag der Platzabgabe. Evtl. Nachbesserungen müssen **spätestens 4 Wochen nach Praktikumsende** dem Assistenten vorgelegt werden.
- Aus Sicherheitsgründen können die im Praktikum dargestellten Präparate nicht herausgegeben werden. Überdies sind die Präparate im juristischen Sinn Bestandteil der Praktikumsleistung, deren Unterlagen im Institut verwahrt werden.
- Einige Präparate erfordern längere Reaktionszeiten (über Nacht). Solche Versuche dürfen ausschließlich im Nachraum durchgeführt werden. Bei geheizten Apparaturen muss eine zusätzliche Temperaturüberwachung (Kontaktthermometer) vorhanden sein. Zu jeder Apparatur wird ein ausgefülltes Formblatt "Nachtversuch" gelegt. Der Assistent zeichnet nach Abnahme der Apparatur das Formblatt ab. Nicht abgenommene oder unsichere Apparaturen werden am Abend abgeschaltet!

SPEKTROSKOPIE / GC

- Die IR-Spektren (und falls erforderlich auch UV-Messungen) werden von den Studentinnen und Studenten selbst aufgenommen. Voraussetzung ist eine Einführung in die Bedienung in die Geräte und in die Probenbereitung durch den jeweiligen Assistenten.
- Für NMR-Messungen werden die Proben selbst angesetzt. Diese werden dann im Praktikumsgang Bauteil CH 33.0 zur Messung bereitgestellt. Die Proben werden in der Regel über Nacht von der verantwortlichen SHK aufgesetzt werden. Die gemessenen Proben finden Sie anschließend wieder am selben Platz. NMR-Röhrchen können in der Saalausleihe entliehen werden, CDCl_3 steht in jedem Labor auf. Andere NMR-Lösungsmittel können nur in Ausnahmefällen und nur mit Rücksprache mit dem Assistenten verwendet werden. Bitte beachten Sie unbedingt die Anleitung zur korrekten Probenbereitung!

Die Auswertung der NMR-Spektren erfolgt am PC, das benötigte Programm SPINWORKS kann in den CIP-Pools über RZ-Setup, Kategorie Chemie installiert werden.

- In einigen Versuchen ist für die Auswertung eine GC-Messung notwendig. Dazu muss ein Auftragsformular ausgefüllt werden, das vom Assistenten unterschrieben werden muss und zusammen mit der Probe bei Herrn Döring abgegeben wird.

- Wegen der hohen Anschaffungs- und Reparaturkosten sind diese Geräte sehr sorgfältig zu behandeln, Schlampereien werden im Extremfall mit dem Entzug der Meßerlaubnis geahndet!

•

SICHERHEIT UND ABFALLBESEITIGUNG

- Prinzipiell gilt die Laboratoriumsordnung für die Naturwissenschaftliche Fakultät IV, Chemie und Pharmazie, der Universität Regensburg
- Vor Beginn des Praktikums erhalten Sie eine allgemeine Sicherheitsunterweisung, die Sie durch persönliche Unterschrift bestätigen. Ohne Sicherheitsunterweisung ist die Praktikumsteilnahme nicht möglich.
- Im Hauptpraktikum erhalten Sie vor Beginn jeden Versuches im Rahmen des Vortests eine weitere Sicherheitsunterweisung anhand der „Versuchsbezogenen Betriebsanweisung“. Hier werden spezifische Gefahren der verwendeten Chemikalien, Geräte oder Arbeitsmethoden behandelt.
- Der Assistent weist vor Praktikumsbeginn auf die örtlichen Sicherheitseinrichtungen hin:
 - Erste-Hilfe-Kasten, Löschbrause
 - Feuerlöscher (wann, wo, welcher Typ für welchen Brand?)
 - Telefon und Telefonnummer für Notruf im Haus und Rettungsdienste
- Die mutwillige Beschädigung, Mißbrauch oder Diebstahl von Sicherheitseinrichtungen führen zum Entzug des Arbeitsplatzes!
- Zur Aufbewahrung von Chemikalien dürfen ausschließlich geeignete Gefäße mit vollständiger Beschriftung (genauer chem. Name, bei Gefahrstoffen zusätzlich die Gefahrensymbole) verwendet werden.
- Schwere Verstöße gegen die Sicherheitsvorschriften der Laboratoriumsordnung bzw. der GefStoffV müssen mit Arbeitsplatzentzug geahndet werden!
- Gebrauchtes Spülaceeton ist in den extra aufgestellten Behältern zu sammeln. Es wird nach Redestillation dem Praktikum wieder zur Verfügung gestellt (Umweltschutz + Kostenreduzierung). In diesem Zusammenhang ist es wichtig, daß das Spülaceeton nicht übermäßig mit Chemikalienabfällen und Wasser verunreinigt wird!
- Auch Lösungsmittelabfälle werden recycelt. Dazu stehen besondere Sammelgefäße in jedem Labor aus. Beachten Sie die Entsorgungshinweise in den Versuchsvorschriften. Die gereinigten Lösungsmittel werden destillativ gereinigt und dem Praktikum wieder zur Verfügung gestellt. **Deshalb ist es außerordentlich wichtig, keine Spülaceeton-Reste in die Sammelgefäße für Recycling-Lösungsmittel zu geben!**
- Alle entstehenden chemischen Abfälle sind ordnungsgemäß zu beseitigen! Dazu stehen in den Abzügen bzw. im Nachraum Sondermüllbehälter für org. Lösungsmittel und Schwermetallabfälle auf. Beachten Sie unbedingt die Beschriftung! Die Behälter nicht zum Überlaufen füllen (max. zu 90%); rechtzeitig einen neuen Behälter bei Herrn Döring anfordern! In die Sondermüllbehälter für flüssigen Sonderabfall dürfen keine Feststoffe gegeben werden! Filterpapiere, Filterwatte, Trockenmittel, Kieselgel etc. wird in den Behälter für festen Sondermüll gegeben! Die sachgerechte Entsorgung kann im Allgemeinen den Versuchsvorschriften entnommen werden und ist Teil der sog. Betriebsanweisung, die Sie vor Beginn eines Versuchs erstellen und mit Ihrem Assistenten diskutieren werden. In Zweifelsfällen wenden Sie sich bitte an Ihren Assistenten.
- Glasabfälle von Pipetten, Reagensgläsern oder Apparateglas (gebrochene Apparaturen) werden möglichst sauber in den Abfallbehälter für "Hochschmelzendes Glas" gegeben, alle Glasabfälle aus Preßglas (Exsikkatoren, Flaschen etc.) können nach Reinigung in den Glascontainer in der Tiefstraße gegeben werden.
- Die Praktikumsräume, Nacht- und Spektroskopieraum sind mit allen Geräten sauber zu halten. Die Assistenten sind gehalten auf die Sauberkeit zu achten. Gegebenenfalls wird der Raum gesperrt und erst nach Reinigung durch die Studenten wieder geöffnet.

ALLGEMEINE ÖFFNUNGSZEITEN

- Das Praktikum ist an den Praktikumstagen von 13.00 bis 18.00 geöffnet.
- Die Saalausleihe hat Mo. bis Do. von 13.00 bis 14.00 geöffnet, am Freitag von 13.00 bis 13.30. Der Geräteschalter des Fachbereichs Chemie und Pharmazie hat Mo., Di., Do. und Fr. von 9.00 bis 11.00 und am Di., Mi. und Do. von 13.00 bis 14.00 geöffnet.

SCHEIN

- Die Bedingung für die Erlangung des Praktikumscheins ist die erfolgreiche Teilnahme (Testiertes Vorpraktikum und testierte Hauptpraktikumsversuche mit mindestens 18 Punkten) und die Teilnahme am Seminar zum Praktikum mit Kurzvorträgen.

PLATZABGABE

- Nach Praktikumsende wird der Arbeitsplatz in **sauberen Zustand** und mit **vollständiger Platzausrüstung** abgegeben. Dazu müssen alle Flaschen und Gefäße entleert (Sondermüll!), gereinigt und trocken sein; zusätzlich angebrachte Etiketten müssen vollständig entfernt werden. Unrat ist aus den Schränken zu entfernen, noch brauchbare Dinge, die nicht auf der Inventarliste stehen (Filterpapier, Schläuche etc.) werden vom Assistenten eingesammelt. Die Arbeitsplätze müssen nach dem ausliegenden Schema eingeräumt werden!
- Beschädigte oder fehlende Geräte sind - soweit möglich - vorher durch die Geräteausgabe zu ergänzen (fehlende Geräte werden individuell berechnet). Beachten Sie, dass keine quecksilberhaltigen Thermometer akzeptiert werden. Chemische, quecksilberfrei Thermometer (250 °C) sind in der Geräteausgabe erhältlich, quecksilberfreie Schliffthermometer nur in der Saalausleihe bei Herrn Döring.
- Zur Platzabgabe zählt auch die vollständige Abgabe aller aus der Saalausleihe entliehenen Gegenstände.
- Die Vollständigkeit und der ordnungsgemäße Zustand des Arbeitsplatzes wird vom Assistenten anhand der Platzausstattungsliste geprüft, fehlende Geräte in die dafür vorgesehene Abrechnungsliste eingetragen. Assistent und Student bestätigen die Richtigkeit der Mängelliste durch Unterschrift.
- Nach Praktikumsende müssen die Spinde geräumt werden (auch die Schlösser entfernen!). Nicht geräumte Spinde werden vom Institut geöffnet und eine Gebühr von 10,- Euro in Rechnung gestellt.
- Nicht termingerecht abgegebene Arbeitsplätze werden durch das Institut geöffnet und überprüft. In diesem Fall wird dem Studenten neben den fehlenden oder defekten Geräten eine zusätzliche Reinigungsgebühr in Höhe von 50,- Euro in Rechnung gestellt.

SKRIPTEN

- Die begleitenden Skripten sind bei der Buchhandlung Lehmanns erhältlich:
"Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie", 3. Auflage, Lehmanns Media, Berlin 2014, € 19,95; als eBook € 17,99
"Integriertes organisch-chemisches Praktikum (I.O.C.-Praktikum), Versuche auf CD-ROM, Lehmanns Media, Berlin 2007, € 17,95.

Beide Skripten sind auch über das Internet verfügbar (die „Arbeitsmethoden“ in einer älteren Version):

<http://www.ioc-praktikum.de>

Versuche zum apparativen Vorpraktikum

für Studierende der Chemie (Bachelor) und der Biochemie (Bachelor)

Die Versuche wurden ausgearbeitet und zusammengestellt von P. Kreitmeier,
Universität Regensburg, Institut für Organische Chemie

März 2002

Begleitendes Material:

"Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie", 3. Auflage Verlag Lehmanns
Media, Berlin 2014. Das Skript ist in einer älteren Version auch unter der Adresse

<http://www.ioc-praktikum.de>

frei verfügbar.

Allgemeine Hinweise zu den Versuchen zum apparativen Vorpraktikum

Im Rahmen dieses Vorpraktikum sollen die grundlegenden Methoden der präparativen Organischen Chemie in einem Kurspraktikum erlernt werden. Die Beherrschung dieser Methoden ist die Voraussetzung zur erfolgreichen und sicheren Durchführung von Organisch-Chemischen Präparaten.

Dieses Vorpraktikum löst bewusst die einzelnen Arbeitsschritte einzeln heraus. Es ist dadurch möglich, alle Methoden unter intensiver Anleitung durch den Assistenten zu erlernen und einzuüben. Die Gefahr des Mislingens eines Präparates durch unzureichende Erfahrung - und die Wiederholung des gesamten Versuchs - besteht somit nicht. Dennoch werden die Zusammenhänge durch die Verknüpfung von einzelnen Versuchen (Arbeitsschritten) deutlich. Den Abschluss des Vorpraktikums bildet ein erstes, einfaches Präparat.

Im Rahmen des Vorpraktikums ist es aus Zeitgründen nicht möglich, auf die physikalisch-chemischen Grundlagen der verschiedenen Methoden oder auf spezielle Varianten bzw. Apparaturen einzugehen. Hierzu werden die "Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie" im WWW zur Verfügung gestellt. Die Lektüre dieses Manuskripts wird dringend empfohlen!

Hinweise zur Sicherheit im Labor

Für das Arbeiten im Chemischen Labor sind die Beachtung und Einhaltung der gültigen Sicherheitsvorschriften zwingend erforderlich. Eine grobe Mißachtung dieser Vorschriften führt zum sofortigen Ausschluss aus dem Praktikum!

Die wichtigsten allgemeinen Sicherheitshinweise werden in der Sicherheitseinführung vor Beginn des Praktikums besprochen. Zur Erinnerung nochmals einige wichtige Punkte:

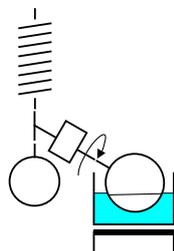
- Im Labor ist stets die Schutzbrille und ein Laborkittel (100% Baumwolle) zu tragen
- Essen, Trinken und Rauchen ist im Labor untersagt.
- Die Mitnahme von Lebensmitteln in das Labor ist untersagt
- Chemikalien dürfen nur in dafür vorgesehene und vollständig beschriftete Gefäße gelagert werden. Die Lagerung in Gefäßen, die mit Lebensmittelpackungen verwechselt werden könnten ist untersagt!
- Die Mitnahme von Chemikalien aus dem Labor ist verboten.

Darüber hinaus wird nochmals auf die Laboratoriumsordnung der Universität und auf die einschlägigen Unfallverhütungsvorschriften hingewiesen. Sie liegen in den Praktikumssälen auf.

Spezielle Gefahren der verwendeten Chemikalien und Apparaturen sind unter "Sicherheitshinweise" bei jedem Versuch aufgeführt.

Versuch 2: Isolierung schwerflüchtiger Flüssigkeiten aus Lösungen (Abdestillation von Lösungsmittel am Rotationsverdampfer)

Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, Kap. 4.2.7



Apparatur: Rotationsverdampfer, 250 ml NS 29 Destillationskolben

Aufbau: Der Rotationsverdampfer ist fest aufgebaut. Das Heizbad (Wasserbad) wird auf 60 °C eingestellt. Am Vakuumcontroller wird der Solldruck so gewählt, dass das zu destillierende Lösungsmittel einen Siedepunkt von etwa 40 °C erreicht.

Durchführung:

Ein 250 ml NS 29-Rundkolben wird leer gewogen. Anschließend werden 100 ml einer Lösung aus Tabelle 2 mit Hilfe eines Trichters in den Kolben gefüllt (mit Messzylinder abmessen!). Es ist darauf zu achten, dass keine Substanzreste auf die Schlifffläche gelangen.

Der Auffangkolben des Rotationsverdampfers muss vor Beginn der Destillation leer sein, um die Vermischung der destillierten Lösungsmittel zu verhindern.

Der Destillationskolben wird am Steigrohr des Rotationsverdampfers mit einer Schliffklemme befestigt (Schliff nicht fetten!), der Motor eingeschaltet und am Vakuumcontroller der gewünschte Solldruck eingestellt. Danach wird der Controller gestartet und der Destillationskolben in das Heizbad abgesenkt.

Das Ende der Destillation ist erreicht wenn kein Destillat mehr übergeht.

Zum Abschalten wird zuerst der Destillationskolben aus dem Heizbad gefahren, der Motor abgeschaltet und der Vakuumcontroller gestoppt. Anschließend wird das Belüftungsventil eingeschaltet. Nach vollständigem Druckausgleich (Druckanzeige beachten!) wird der Destillationskolben abgenommen und der Auffangkolben geleert.

Der Destillationskolben wird zurück gewogen und die erhaltene Masse berechnet.

Protokollführung: Die Kolbengröße, eingesetzte Menge (hier in ml mit Konzentrationsangabe) sowie die relevanten Parameter der Destillation (Badtemperatur, Druck) sind anzugeben.

Vergleichen Sie die erhaltene Ausbeute mit der zu erwartenden Menge! Folgerungen? Warum darf der Druck nicht niedriger eingestellt werden?

Tabelle 2: Lösungen zur Destillation am Rotationsverdampfer.

Verbindung	Sdp. [°C] bei Normaldruck	Gefahrensymbol	Sicherheitsdaten (H- und P-Sätze)
Benzylalkohol	205		H332-H302 P271
in Cyclohexan	81		H225-H304-H315-H336-H410 P210-P240-P273-P301+P310-P331- P403+P235
Benzoesäureethylester	214		H315-H319 P302+P352-P305+P351+P338-P313
in Ethanol	78		H225 P210

Recycling und Entsorgung:

Das abdestillierte Lösungsmittel wird in den entsprechenden Sammelbehälter für Recycling-Lösungsmittel gegeben. Der erhaltene Destillationsrückstand wird für Versuch 3 aufbewahrt.

Sicherheitshinweise:

Vor Beginn des Versuchs muss eine Einweisung in die Bedienung des Rotationsverdampfers durch den Assistent erfolgen. Der verwendete Glaskolben darf keine Sprünge oder Schläge aufweisen: Gefahr der Implosion beim Arbeiten unter Vakuum!

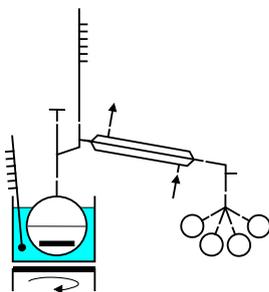
Alle verwendeten Lösungsmittel sind leichtentzündlich. Cyclohexan reizt die Haut, ist sehr giftig für Wasserorganismen und kann in Gewässern längerfristig schädliche Wirkungen haben. Cyclohexan kann beim Verschlucken Lungenschäden verursachen, seine Dämpfe können Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen. Benzylalkohol ist gesundheitsschädlich beim Einatmen und bei Berührung mit der Haut. Benzoessäureethylester reizt die Augen und die Haut.

Mögliche Zündquellen entfernen, keine offenen Flammen! Schutzbrille tragen, alle Gefäße sofort wieder verschließen, Substanzen nicht in offenen Gefäßen erhitzen. Hautkontakt vermeiden. Cyclohexan darf auf keinen Fall in das Abwasser gelangen.

Bei Berührung mit den Augen sofort mit der Augendusche spülen (mindestens 15 Minuten). Assistent verständigen und Arzt konsultieren. Beim Verschlucken von Substanzen ebenfalls Assistent verständigen und sofort Arzt hinzuziehen und die Vorschrift mit diesen Hinweisen vorzeigen.

Versuch 3: Fraktionierende Destillation unter vermindertem Druck

Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, Kap. 4.2



Apparatur: NS 14-Destillationsapparat mit 50 ml Destillationskolben mit Magnetrührstab, Claisenbrücke mit Schlifftthermometer, Spinne und vier 25 ml Vorlagekolben; Magnetrührer mit Heizbad und Heizbadthermometer, Hebebühne, Vakuummessgerät im Seitenschluss.

Aufbau: Die 4 Vorlagekolben werden nummeriert und leer gewogen. Der Destillationskolben wird zusammen mit dem Magnetrührstab gewogen, anschließend wird die aus Versuch 2 erhaltene Flüssigkeit mit Hilfe eines Trichters eingefüllt und der volle Kolben nochmals gewogen.

Die Destillationsapparatur wird aufgebaut und auf Spannungsfreiheit überprüft. Dabei wird der Destillationskolben in einer Höhe befestigt, so dass bei heruntergefahrener Hebebühne der Magnetrührer mit Heizbad gerade darunter geschoben werden kann. Anschließend werden bei entferntem Heizbad die Wasserschläuche angeschlossen, gesichert und auf Dichtigkeit überprüft.

Anschließend wird die Destillationsapparatur mit einem Vakuumschlauch an die Vakuumleitung angeschlossen (Sicherheitswaschflasche mit Belüftungshahn dazwischenschalten, Vakuummessgerät mit Hilfe eines T-Stückes im Seitenschluss).

Durchführung: Zuerst wird das **kalte** Heizbad an den Destillationskolben herangefahren und der Magnetrührer eingeschaltet. Erst dann wird der Absperrhahn zur Vakuumleitung langsam geöffnet. Das Destillationsgut darf nicht zu heftig aufschäumen (Lösungsmittelreste!). Erst wenn das Sieden im Destillationskolben nachlässt und sich ein Enddruck < 25 hPa einstellt wird der Destillationskolben vollständig in das Ölbad getaucht und langsam erhitzt.

Die Ölbadtemperatur sollte etwa $20-30$ °C über den nach der Faustregel abgeschätzten Siedepunkt der zu destillierenden Substanz liegen.

Wenn der erste Tropfen in den Vorlagekolben fällt, wird die Siedetemperatur und die Ölbadtemperatur abgelesen. Sobald die Siedetemperatur konstant bleibt wird der nächste Vorlagekolben eingedreht und das Destillat so lange gesammelt wie der Siedepunkt konstant bleibt (innerhalb eines Intervalls von 2 °C). Ändert sich die Siedetemperatur muss auf den nächsten Vorlagekolben gewechselt werden usw. Dabei wird immer auch die Siede- und Ölbadtemperatur sowie der Druck abgelesen.

Während der Destillation sollte die Ölbadtemperatur möglichst konstant bleiben, eventuell kann sie gegen Ende der Destillation leicht erhöht werden. Druckschwankungen führen zu schwankenden Siedepunkten, im Zweifelsfall wird eine neue Fraktion geschnitten.

Die Destillation ist beendet wenn kein Destillat mehr übergeht. Das Ölbad kann dann entfernt und die Wasserkühlung abgestellt werden.

Nach dem Abkühlen der Apparatur wird durch Rückwiegen des Destillationskolbens die Masse des Destillationsrückstandes bestimmt. Die Masse der erhaltenen Fraktionen wird ebenfalls durch Rückwiegen bestimmt. Von allen Fraktionen wird der Brechungsindex am Refraktometer gemessen.

Protokollführung: Der Aufbau ist kurz zu beschreiben, insbesondere Apparatur- und Kolbengrößen. Die Einwaage wird angegeben, der Destillationsverlauf wird tabellarisch in einem Destillationsprotokoll zusammengestellt. Die Massen und Brechungsindices der erhaltenen Fraktionen werden ebenfalls in das Destillationsprotokoll eingetragen.

Aus Differenz zwischen der Einwaage und der Summe der Massen aller Fraktionen und des Destillationsrückstandes wird der Destillationsverlust errechnet.

Abschließend wird unter Heranziehung aller erhaltenen Daten aus dem Destillationsprotokoll und den Literaturwerten (Tabelle 2, Versuch 2) der Hauptlauf bestimmt.

Destillationsprotokoll:

Destillation von: _____

Eingewogene Masse: _____ g

Fraktion	Zeit	Ölbad	Siedetemperatur	Druck	Masse	n_D^{20}
1						
2						
3						
4						

Destillationrückstand: _____ g
Summe der Massen: _____ g
Destillationsverlust: _____ g

Recycling und Entsorgung:

Die Fraktionen mit der reinen Substanz (Hauptlauf) werden in die entsprechenden Sammelflaschen gegeben. Der Destillationsrückstand, verunreinigte Fraktionen und in der Apparatur verbliebene Reste werden mit wenig Aceton in den Sammelbehälter für halogenfreien organischen Sondermüll **A2** gespült.

Sicherheitshinweise:

Vor Beginn des Versuchs muss die Apparatur vom Assistent abgenommen werden. Die verwendeten Glasgeräte dürfen keine Sprünge oder Schläge aufweisen: Gefahr der Implosion beim Arbeiten unter Vakuum!

Benzylalkohol ist gesundheitsschädlich beim Einatmen und bei Berührung mit der Haut. Benzoesäureethylester reizt die Augen und die Haut.

Schutzbrille tragen, alle Gefäße sofort wieder verschließen, Substanzen nicht in offenen Gefäßen erhitzen. Hautkontakt vermeiden.

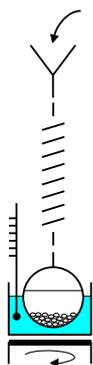
Bei Berührung mit den Augen sofort mit der Augendusche spülen (mindestens 15 Minuten). Assistent verständigen und Arzt konsultieren. Beim Verschlucken von Substanzen ebenfalls Assistent verständigen und sofort Arzt hinzuziehen und die Vorschrift mit diesen Hinweisen vorzeigen.

Versuch 6: Umkristallisation im Makromaßstab

Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, Kap. 6.2

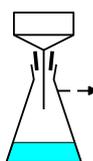
Apparatur: 100 ml NS 29 Rundkolben, NS 29 Rückflusskühler, Magnetrührstab und Magnetrührer mit Hebebühne.

Aufbau: Der Rundkolben mit Magnetrührstab wird in einer Höhe befestigt, so dass bei heruntergefahrener Hebebühne der Magnetrührer mit Heizbad gerade darunter geschoben werden kann. Anschließend wird mit Hilfe eines Pulvertrichters die abgewogene Festsubstanz (etwa 8 g, Tabelle 6) eingefüllt. Der Rückflußkühler wird aufgesetzt und bei entferntem Heizbad die Wasser-schläuche angeschlossen, gesichert und auf Dichtigkeit überprüft.



Durchführung: Es werden hier etwa 2 ml Lösungsmittel pro g Substanz benötigt. Über einen Trichter wird etwa zwei Drittel der voraussichtlich benötigten Menge an Lösungsmittel zugegeben. Das Heizbad wird unter die Apparatur geschoben und der Kolben bis knapp unter den Flüssigkeitsspiegel eingetaucht. Das Heizbad wird bis etwa 20 °C über den Siedepunkt des Lösungsmittels erhitzt, das Lösungsmittel muss refluxieren. Hat sich auch nach 5-10 Minuten unter Rückfluss noch keine klare Lösung gebildet wird weiteres Lösungsmittel in kleinen Portionen zugegeben. Dazwischen muss stets einige Minuten refluxiert werden. Wenn sich alles gelöst hat notiert man die Menge an benötigtem Lösungsmittel. Das Heizbad wird abgeschaltet und entfernt. Die heiße Lösung lässt man ohne Rühren langsam auf Raumtemperatur abkühlen, dabei scheiden sich Kristalle ab. Die Kristallisation wird durch etwa halbstündiges Kühlen im Eisbad vervollständigt.

Der erhaltene Kristallbrei wird auf einem Büchnertrichter ($\varnothing \sim 5$ cm) aus Porzellan mit eingelegtem Rundfilter (vorher mit etwas Lösungsmittel anfeuchten!) mit Hilfe einer Absaugflasche am Vakuum abgesaugt, nochmals mit wenig eiskaltem Lösungsmittel gewaschen und trocken gesaugt. Die Mutterlauge wird zunächst aufbewahrt (Beschriftet und Verschllossen!) und erst nach der Bestimmung der Ausbeute verworfen! Die erhaltenen Kristalle werden möglichst quantitativ in eine tarierte Porzellanschale überführt und gründlich im Vakuum-Exsikkator bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Zum Schluss wird der Schmelzpunkt des umkristallisierten Feststoffs bestimmt.



Protokollführung: Die verwendeten Geräte (Art und Größe), die eingesetzten Mengen (Substanz in g, benötigtes Lösungsmittel in ml), erhaltenen Mengen, Farbe und Aussehen sowie der Schmelzpunkt des umkristallisierten Produkts sind anzugeben.

Entscheiden Sie anhand der Massenbilanz, ob eine weitere Aufarbeitung der Mutterlauge nötig wäre. Wie würden Sie diese Aufarbeitung durchführen?

Vergleichen Sie den Schmelzpunkt der Substanz vor und nach der Umkristallisation!

Recycling und Entsorgung:

Die Mutterlauge (= Filtrat beim Absaugen) wird in den Sammelbehälter für halogenfreien organischen Sonderabfall **A2** gegeben. Die erhaltenen reinen Feststoffe werden in die aufstehenden Sammel-flaschen gegeben.

Tabelle 6: Substanzen und Lösungsmittel zur Umkristallisation im Makromaßstab.

Verbindung	Schmp. / Sdp.	Gefahrensymbol	Sicherheitsdaten (H- und P-Sätze)
Benzil	Schmp. 94–95 °C	 Achtung	H315-H319 P302+P352-P305+P351+P338
Cyclohexan	Sdp. 81	    Gefahr	H225-H304-H315-H336-H410 P210-P240-P273-P301+P310-P331- P403+P235
9-Fluorenon	Schmp. 81–83 °C	----	----
Ethanol	Sdp. 78	 Gefahr	H225 P210

Sicherheitshinweise:

Vor Beginn des Versuchs muss die Apparatur vom Assistenten abgenommen werden. Keine offenen Flammen in der Umgebung. Lösungsmittel dürfen nur Apparaturen mit Rückflusskühler erhitzt werden.

Alle verwendeten Lösungsmittel sind leichtentzündlich. Cyclohexan reizt die Haut und ist sehr giftig für Wasserorganismen, es kann in Gewässern längerfristig schädliche Wirkungen haben. Benzil reizt die Augen und die Haut.

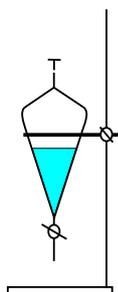
Mögliche Zündquellen entfernen, keine offenen Flammen! Schutzbrille tragen, alle Gefäße sofort wieder verschließen, Substanzen nicht in offenen Gefäßen erhitzen. Hautkontakt vermeiden, gegebenenfalls Einmal-Schutzhandschuhe verwenden.

Bei Berührung mit den Augen sofort mit der Augendusche spülen (mindestens 15 Minuten). Assistent verständigen und Arzt konsultieren. Beim Verschlucken von Substanzen ebenfalls Assistent verständigen und sofort Arzt hinzuziehen. und die Vorschrift mit diesen Hinweisen vorzeigen.

Cyclohexan darf auf keinen Fall in das Abwasser gelangen.

Versuch 7: Trennung eines Substanzgemisches durch Extraktion, Trocknen von organischen Lösungen

Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, Kap. 8

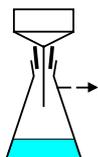


Apparatur: Scheidetrichter, Becherglas, Erlenmeyerkolben, 250 ml NS 29 Rundkolben, Büchnertrichter mit Absaugflasche und Rotationsverdampfer.

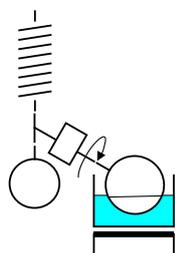
Die aufstehende Lösung enthält je 2.00 g 4-Methylbenzoesäure und rac. Borneol pro 100 ml Essigsäureethylester (Ethylacetat).

Durchführung: Von der aufstehenden Lösung des Substanzgemisches werden mit einem Messzylinder 100 ml Lösung abgemessen und über einen Trichter in einen 250 ml Scheidetrichter gegeben. Anschließend werden 25 ml 2 M Natronlauge hinzu gegeben, der Scheidetrichter mit einem Kunststoffstopfen verschlossen und gut geschüttelt. Man wartet die Phasentrennung ab und trennt die wässrige Phase (untere Phase) in ein 250 ml Becherglas ab. Die im Scheidetrichter verbliebene organische Phase wird nochmals mit 25 ml 2 M Natronlauge extrahiert und die wässrige Phase abgetrennt.

Die organische Phase wird in einen Erlenmeyerkolben abgelassen und mit Natriumsulfat getrocknet. Dazu wird portionsweise solange wasserfreies Natriumsulfat zugegeben bis sich beim Umschütteln keine Klumpen bilden. Der Erlenmeyerkolben wird mit einem Uhrglas abgedeckt, beschriftet und etwa 2 h zum Trocknen beiseite gestellt, gelegentlich kann umgeschüttelt werden.



Die wässrigen Phasen werden vereinigt und vorsichtig mit halbkonzentrierter Salzsäure angesäuert, dabei bildet sich ein farbloser Niederschlag. Zur Vervollständigung der Abscheidung wird etwa 30 Minuten im Eisbad gekühlt, anschließend wird der Niederschlag über einen kleinen Büchnertrichter oder einen Hirschtrichter abgesaugt, mit wenig Eiswasser gewaschen und nochmals gut trocken gesaugt. Der Filterrückstand (die rohe 4-Methylbenzoesäure) wird in eine tarierte Porzellanschale überführt und im Exsikkator über Kieselgel (Orange-Gel) bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.



Von der organischen Phase (sie darf nicht mehr trübe sein) wird mit Hilfe eines Alihn'schen Rohrs und Witt'schen Topfes vom Trockenmittel direkt in einen tarierten 250 ml Rundkolben abfiltriert und anschließend das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer abdestilliert.

Zur Entfernung von Lösungsmittelresten wird der Destillationskolben mit Hilfe eines Hahn-Aufsatzes direkt an die Vakuumleitung angeschlossen und der Destillationsrückstand etwa 1 h im Vakuum (ca. 16 hPa) getrocknet. Anschließend wird der Kolben zurück gewogen und Masse der erhaltenen Substanz (= rohes Borneol) berechnet.

Von den beiden erhaltenen Produkten wird jeweils der Schmelzpunkt bestimmt. Die 4-Methylbenzoesäure wird durch Umkristallisation weiter gereinigt (Versuch 8), das Borneol wird im Versuch 9 durch Sublimation gereinigt.

Protokollführung: Die verwendeten Geräte (Art und Größe), die eingesetzten Mengen (Substanz in g, benötigtes Lösungsmittel in ml), erhaltenen Mengen, Farbe und Aussehen sowie der Schmelzpunkt der erhaltenen Produkte sind anzugeben.

Entscheiden Sie anhand der Massenbilanz, ob die Trennung erfolgreich war. Erklären Sie den Ablauf der Trennung. Wie würden Sie vorgehen, wenn die Mischung als weitere Komponente eine basische Substanz (z.B. ein Amin) enthalten würde?

Recycling und Entsorgung:

Das abdestillierte Lösungsmittel wird in den Sammelbehälter für Recycling-Ethylacetat gegeben. Das Trockenmittel wird in den Sonderabfallbehälter für Feststoffe gegeben. Die Mutterlauge (= Filtrat beim Absaugen) wird in den Sammelbehälter für wässrigen, halogenhaltigen organischen Sonderabfall **B1** gegeben. Die erhaltenen Feststoffe werden in den Versuchen 8 und 9 weiter verwendet.

Tabelle 7: Substanzen zur Extraktion.

Verbindung	Schmp., Sdp.	Gefahrensymbol	H- und P-Sätze
4-Methylbenzoesäure	Schmp. 180–183 °C	 Achtung	H302-H319 P305+P351+P338
<i>rac</i> -Borneol	Schmp. 205–208 °C	 Achtung	H228
Essigsäureethylester	Sdp. 77 °C	 Gefahr	H225-H319-H336-EUH066 P210-P240-P305+P351+P338
Natronlauge (2 M)		 Gefahr	H314-H290 P280-P301+P330+P331- P305+P351+P338
Salzsäure (konz.)		 Gefahr	H314-H335-H290 P280-P301+P330+P331- P305+P351+P338

Sicherheitshinweise:

Das Ausschütteln erfolgt im Abzug. Beim Belüften des Scheidetrichters den Auslauf immer gegen die Prallwand des Abzugs richten. Der verwendete Glaskolben zum Abrotieren darf keine Sprünge oder Schläge aufweisen: Gefahr der Implosion beim Arbeiten unter Vakuum!

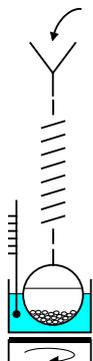
Essigsäureethylester ist leicht entzündlich, reizt die Augen und kann beim Verschlucken Lungenschäden verursachen, seine Dämpfe können Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen. 4-Methylbenzoesäure ist gesundheitsschädlich beim Verschlucken und reizt die Augen. Die verwendete 2 M Natronlauge und die Salzsäure sind ätzend.

Mögliche Zündquellen entfernen, keine offenen Flammen beim Umgang mit Essigsäureethylester! Schutzbrille tragen, alle Gefäße sofort wieder verschließen, Substanzen nicht in offenen Gefäßen erhitzen. Hautkontakt vermeiden, gegebenenfalls Einmal-Schutzhandschuhe verwenden.

Bei Berührung mit den Augen sofort mit der Augendusche spülen (mindestens 15 Minuten). Assistent verständigen und Arzt konsultieren. Beim Verschlucken von Substanzen ebenfalls Assistent verständigen und sofort Arzt hinzuziehen. und die Vorschrift mit diesen Hinweisen vorzeigen.

Versuch 8: Umkristallisation im Halbmikromaßstab

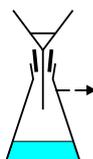
Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, Kap. 6



Apparatur: 25 ml NS 14 Rundkolben, NS 14 Rückflusskühler, Magnetührstab und Magnetührer mit Hebebühne.

Aufbau: Der Rundkolben mit Magnetührstab wird in einer Höhe befestigt, so dass bei heruntergefahrener Hebebühne der Magnetührer mit Heizbad gerade daruntergeschoben werden kann. Anschließend wird mit Hilfe eines Pulvertrichters die abgewogene rohe 4-Methylbenzoesäure aus Versuch 7 eingefüllt. Der Rückflusskühler wird aufgesetzt und bei entferntem Heizbad die Wasserschläuche angeschlossen, gesichert und auf Dichtigkeit überprüft.

Durchführung: Über einen Trichter wird etwa zwei Drittel der voraussichtlich benötigten Menge an Ethanol zugegeben (benötigte Menge: ca 3 ml/g Rohprodukt). Das Heizbad wird unter die Apparatur geschoben und der Kolben bis knapp unter den Flüssigkeitsspiegel eingetaucht. Das Heizbad wird bis etwa 20 °C über den Siedepunkt des Lösungsmittels erhitzt (Das Lösungsmittel muss am Rückflusskühler kondensieren und zurücktropfen). Hat sich auch nach 5-10 Minuten unter Rückfluss noch keine klare Lösung gebildet wird weiteres Lösungsmittel in kleinen Portionen zugegeben. Dazwischen muss stets einige Minuten zum Rückfluss erhitzt werden. Wenn sich eine klare Lösung gebildet hat notiert man die Menge an benötigtem Lösungsmittel. Das Heizbad wird abgeschaltet und entfernt. Die heiße Lösung lässt man ohne Rühren langsam auf Raumtemperatur abkühlen, dabei scheiden sich Kristalle ab. Die Kristallisation wird durch etwa halbstündiges Kühlen im Eisbad vervollständigt.



Hinweis: Falls sich auch nach Zugabe von 4 ml Ethanol/g Rohprodukt keine klare Lösung gebildet hat, enthält das Rohprodukt wahrscheinlich NaCl (woher?). In diesem Fall muss heiß filtriert werden. Bei nur leichter Trübung hilft meist auch die Zugabe von 0.51 ml Wasser.

Der erhaltene Kristallbrei wird auf einem Hirschtrichter aus Porzellan mit eingelegtem Rundfilter (vorher mit etwas Lösungsmittel anfeuchten!) mit Hilfe einer Absaugflasche am Vakuum abgesaugt, nochmals mit wenig eiskaltem Lösungsmittel gewaschen und trocken gesaugt. Die Mutterlauge wird zunächst aufbewahrt (Beschriftet und Verschluss!) und erst nach der Bestimmung der Ausbeute verworfen! Die erhaltenen Kristalle werden möglichst quantitativ in eine tarierte Porzellanschale überführt und gründlich im Vakuum-Exsikkator bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

Zum Schluss werden Ausbeute und Schmelzpunkt der umkristallisierten 4-Methylbenzoesäure bestimmt.

Protokollführung: Die verwendeten Geräte (Art und Größe), die eingesetzten Mengen (Substanz in g, benötigtes Lösungsmittel in ml), erhaltenen Mengen, Farbe und Aussehen sowie der Schmelzpunkt des umkristallisierten Produkts sind anzugeben.

Entscheiden Sie anhand der Massenbilanz, ob eine weitere Aufarbeitung der Mutterlauge nötig wäre. Wie würden Sie diese Aufarbeitung durchführen?

Vergleichen Sie den Schmelzpunkt der Substanz vor und nach der Umkristallisation. Folgerung?

Recycling und Entsorgung:

Die Mutterlauge (= Filtrat beim Absaugen) wird in den Sammelbehälter für halogenfreien, organischen Sonderabfall **A2** gegeben (Falls bei der Umkristallisation Wasser zugegeben wurde: halogenhaltiger, wässriger organischer Sonderabfall **B2**). Die erhaltene reine 4-Methylbenzoesäure wird in den aufstehenden Sammelbehälter gegeben.

Sicherheitshinweise:

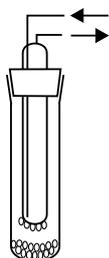
Ethanol ist leicht entzündlich. 4-Methylbenzoesäure ist gesundheitsschädlich beim Verschlucken und reizt die Augen.

Mögliche Zündquellen entfernen, keine offenen Flammen beim Umgang mit Ethanol! Schutzbrille tragen, alle Gefäße sofort wieder verschließen, Substanzen nicht in offenen Gefäßen erhitzen. Hautkontakt vermeiden, gegebenenfalls Einmal-Schutzhandschuhe verwenden.

Bei Berührung mit den Augen sofort mit der Augendusche spülen (mindestens 15 Minuten). Assistent verständigen und Arzt konsultieren. Beim Verschlucken von Substanzen ebenfalls Assistent verständigen und sofort Arzt hinzuziehen. und die Vorschrift mit diesen Hinweisen vorzeigen.

Versuch 9: Sublimation

Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, Kap. 7



Apparatur: Einfache Sublimationsapparatur, Heizbad mit Hebebühne.

Aufbau: In das tarierte Sublimationsgefäß wird das aus Versuch 7 erhaltene rohe Borneol eingewogen und mit etwas Glaswolle abgedeckt. Das Sublimationsgefäß wird in einer Höhe befestigt, so dass bei heruntergefahrener Hebebühne der Magnetprüber mit Heizbad gerade darunter geschoben werden kann. Der Kühlfinger wird eingesetzt. Achten Sie darauf, dass der Kühlfinger möglichst weit in das Sublimationsgefäß ragt, die Glaswolle aber nicht berührt! Bei entferntem Heizbad werden die Wasserschläuche angeschlossen, gesichert und auf Dichtigkeit überprüft.

Anschließend wird die Destillationsapparatur mit einem Vakuumschlauch an die Vakuumleitung angeschlossen (Sicherheitswaschflasche mit Belüftungshahn dazwischenschalten, Vakuummessgerät mit Hilfe eines T-Stückes im Seitenschluss).

Durchführung: Das Sublimationsgefäß wird soweit wie möglich in das kalte Heizbad getaucht. Der Absperrhahn zur Vakuumleitung wird langsam geöffnet. Erst wenn sich ein Enddruck < 25 hPa eingestellt hat, wird das Heizbad langsam erhitzt bis die Substanz zu sublimieren beginnt. Die Ölbadtemperatur darf auf keinen Fall den Schmelzpunkt der zu sublimierenden Substanz erreichen!

Im Verlauf der Sublimation scheidet sich die zu sublimierende Substanz kristallin am Kühlfinger ab. Die Sublimation ist beendet, wenn sich im Sublimationsgefäß nur noch Verunreinigungen befinden.

Das Heizbad wird entfernt und die Sublimationsapparatur nach dem Abkühlen vom Vakuum getrennt und vorsichtig belüftet. Der Sublimationsfinger wird vorsichtig herausgezogen und die abgeschiedene Substanz mit Hilfe eines Spatels sorgfältig in eine tarierte Porzellanschale abgeschabt. Von der gereinigten Substanz werden Ausbeute und Schmelzpunkt bestimmt. Das Sublimationsgefäß wird zusammen mit dem verbliebenen Rückstand zurück gewogen und eine Massenbilanz der Sublimation erstellt.

Ist der Endpunkt der Sublimation nur schwer zu erkennen wird die Sublimation nach einiger Zeit unterbrochen, die bis dahin abgeschiedene Substanz isoliert und weiter sublimiert. Die Sublimation ist beendet, wenn sich keine weitere Substanz mehr abscheidet.

Protokollführung: Die verwendeten Geräte (Art und Größe), die eingesetzten Mengen (Substanz in g, benötigtes Lösungsmittel in ml), erhaltenen Mengen, Farbe und Aussehen sowie der Schmelzpunkt des sublimierten Produkts sind anzugeben.

Vergleichen Sie den Schmelzpunkt und Aussehen der Substanz vor und nach der Sublimation!

Recycling und Entsorgung:

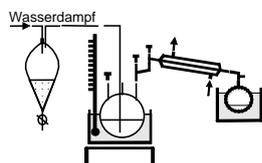
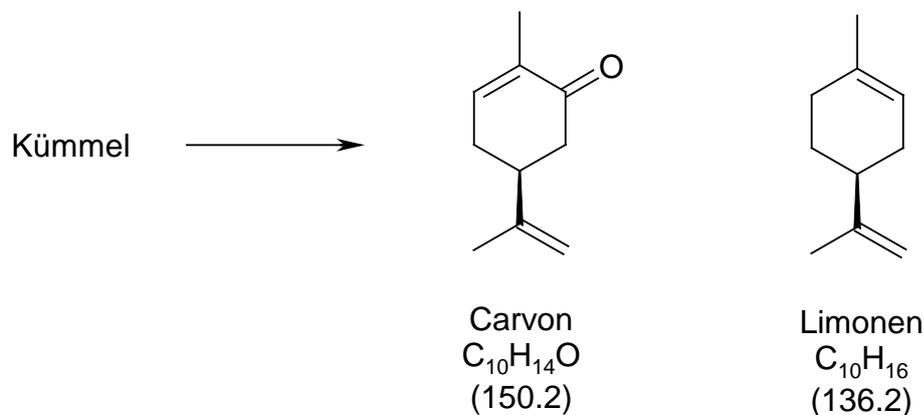
Das erhaltene reine Borneol wird in den aufstehenden Sammelbehälter gegeben. Der Sublimationsrückstand wird mit etwas Aceton in den Sammelbehälter für halogenfreien organischen Sonderabfall A2 gespült.

Sicherheitshinweise:

Vor Beginn des Versuchs muss die Apparatur vom Assistent abgenommen werden. Die verwendeten Glasgeräte dürfen keine Sprünge oder Schläge aufweisen: Gefahr der Implosion beim Arbeiten unter Vakuum!

Versuch 10: Wasserdampfdestillation: Isolierung des etherischen Öls aus Kümmel

Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, Kap. 4.4



Apparatur: Wasserdampfgenerator, 500 ml Scheidetrichter, NS29-Destillationsapparat mit Dampfeinleitungsrohr

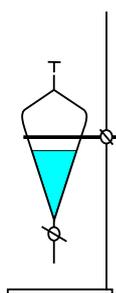
Aufbau: In einem 500 ml NS29-3-Halskolben werden 50.0 g gemahlener Kümmel in 150 ml Wasser suspendiert. Auf die rechte Schlifföffnung wird eine NS29-Destillationsbrücke mit absteigendem Kühler und 250 ml Vorlagekolben aufgesetzt (ohne Thermometer und Rührstab!). Die linke Schlifföffnung wird verschlossen, durch die mittlere Schlifföffnung wird das Dampfeinleitungsrohr durch einen Gummistopfen oder Quickfit geführt.

Der Destillationskolben wird so befestigt, dass eine elektrische Heizplatte mit Wasserbad darunter geschoben werden kann. Die Wasserschläuche werden angeschlossen, gesichert und auf Dichtigkeit überprüft. Der Vorlagekolben wird mit einer Eis/Wassermischung gut gekühlt. Zwischen Dampferzeuger und Einleitungsrohr wird ein Scheidetrichter geschaltet, unter den Auslasshahn wird ein 1 l Erlenmeyerkolben gestellt.

Durchführung: Der Auslasshahn des Scheidetrichters wird geöffnet und das Wasserbad zum erhitzt. Erst wenn das Wasserbad siedet wird der Dampferzeuger eingeschaltet. Wenn sich ein ausreichender starker Dampfstrom entwickelt hat, wird der Auslasshahn am Scheidetrichter geschlossen, der Dampf strömt jetzt durch den Destillationskolben.

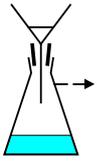
Es wird solange destilliert, bis kein Öl mehr übergeht. (Das übergehende Destillat muss klar werden, es werden 100 - 150 ml Destillat gesammelt).

Der Ablasshahn am Scheidetrichter wird wieder geöffnet (**Achtung: Verbrühungsgefahr!**), danach das Heizbad und der Wasserdampferzeuger abgeschaltet.

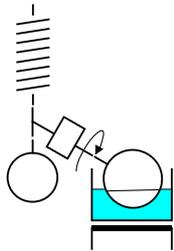


Nach dem Abkühlen werden ca. 5 g Natriumchlorid (Kochsalz, zur besseren Phasentrennung) in das übergegangene Destillat gegeben und gelöst, danach wird das Destillat in einen 250 ml Scheidetrichter überführt. Der Vorlagekolben wird mit 20 ml Cyclohexan ausgespült, das Cyclohexan wird ebenfalls in den Scheidetrichter gegeben. Es wird kräftig geschüttelt. Nach der Phasentrennung wird die wässrige Phase (untere Phase) in einen 250 ml Erlenmeyerkolben abgelassen.

Die organische Phase wird in einem 100 ml Erlenmeyerkolben abgelassen, mit einem Uhrglas abgedeckt und beiseite gestellt.



Die wässrige Phase wird wieder in den Scheidetrichter gegeben, der Erlenmeyerkolben mit 20 ml Cyclohexan nachgespült und das Cyclohexan ebenfalls in den Scheidetrichter überführt. Nun wird nochmals ausgeschüttelt, nach der erfolgten Trennung der Phasen wird die Wasserphase wieder abgelassen, die organische Phase wird zur 1. Fraktion im 100 ml Erlenmeyerkolben gegeben.



Zur organischen Phase gibt man etwas Natriumsulfat, deckt den Erlenmeyerkolben wieder mit einem Uhrglas ab und lässt ihn unter gelegentlichem Umschwenken 2 h stehen. Die so getrocknete organische Phase wird vom Natriumsulfat über einen Hirschtrichter abgesaugt (Das Natriumsulfat mit ca. 10 ml Cyclohexan nachwaschen!), in einen tarierten 100 ml NS 29-Rundkolben überführt und das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer abdestilliert.

Der verbleibende Rückstand ist das Kümmelöl. Bestimmen Sie die Ausbeute in g!

Protokollführung: Die verwendeten Geräte (Art und Größe), die eingesetzten Mengen (in g, benötigtes Lösungsmittel in ml), erhaltene Menge (in g), Farbe und Aussehen sind anzugeben.

Recycling und Entsorgung:

Der Destillationsrückstand (Kümmel in Wasser) kann in das Abwasser gegeben werden. Die wässrige Phase der Extraktion enthält Cyclohexan und Natriumchlorid, sie wird deshalb in den Sammelbehälter für wässrigen, halogenhaltigen organischen Sonderabfall **B1** gegeben. Das abdestillierte Cyclohexan wird in den Sammelbehälter für Recycling-Cyclohexan gegeben.

Sicherheitshinweise:

Cyclohexan ist leichtentzündlich und reizt die Haut. Limonen ist entzündlich, reizt die Haut und kann durch Hautkontakt sensibilisierend wirken.

Carvon ist gesundheitsschädlich beim Verschlucken. Cyclohexan kann beim Verschlucken Lungenschäden verursachen, die Dämpfe können Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.

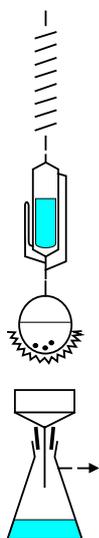
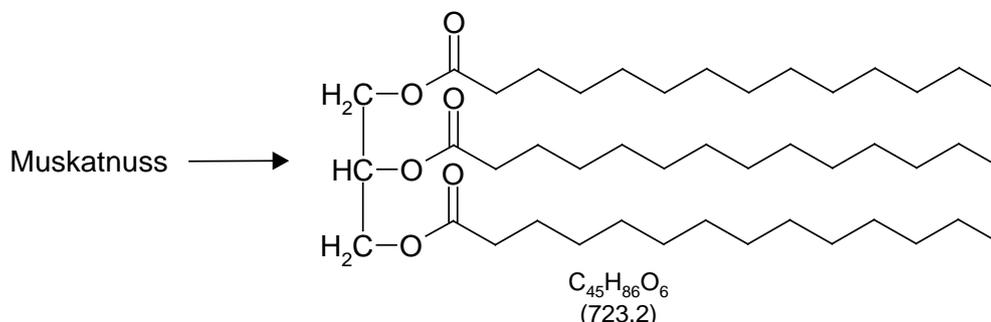
Cyclohexan und Limonen sind sehr giftig für Wasserorganismen, sie können in Gewässern längerfristig schädliche Wirkungen haben.

Mögliche Zündquellen entfernen, keine offenen Flammen beim Umgang mit Cyclohexan! Zum Ausschütteln unbedingt im Abzug arbeiten. Schutzbrille tragen, alle Gefäße sofort wieder verschließen, Substanzen nicht in offenen Gefäßen erhitzen. Hautkontakt vermeiden, gegebenenfalls Einmal-Schutzhandschuhe verwenden. Cyclohexan und Limonen darf auf keinen Fall in das Abwasser gelangen.

Bei Berührung mit den Augen sofort mit der Augendusche spülen (mindestens 15 Minuten). Assistent verständigen und Arzt konsultieren. Beim Verschlucken von Substanzen ebenfalls Assistent verständigen und sofort Arzt hinzuziehen. und die Vorschrift mit diesen Hinweisen vorzeigen.

Versuch 11: Kontinuierliche Extraktion (Soxleth): Isolierung Trimyristin aus Muskatnuss

Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, Kap. 8



Apparatur: Soxleth-Extraktor, Rundkolben, Rückflusskühler

Aufbau: In einem 250 ml NS29-Rundkolben mit Magnetrührstab werden 250 ml Diethylether vorgelegt. Ein Soxlethaufsatz wird aufgesetzt und in die Extraktionshülse 25 g fein gemahlene Muskatnuss gefüllt und mit Glaswolle abgedeckt. Zuletzt wird ein NS29-Rückflusskühler über ein Reduzierstück aufgesetzt und die Wasserkühlung angeschlossen und überprüft.

Durchführung: Der Rundkolben wird mit einem Heizmantel ("Heizpilz") erhitzt und 8 Stunden extrahiert (evtl. am Abend ausschalten und am nächsten Tag weiter extrahieren!). Es ist unbedingt darauf zu achten, dass stets eine ausreichende Menge an Lösungsmittel im Kolben verbleibt und die Kühlleistung des Rückflusskühlers ausreichend ist. Der Heizmantel sollte einen Luftspalt zum Kolben haben und nur auf Stufe 1-2 betrieben werden.

Nach Beendigung der Extraktion wird das Extrakt über etwas Natriumsulfat getrocknet, über einen Büchnertrichter vom Trockenmittel abfiltriert. Das Filtrat wird in einen 250 ml NS-29-Rundkolben überführt und der Ether am Rotationsverdampfer bei Normaldruck abdestilliert. Zuletzt wird der Vorlagekolben mit dem Ether geleert (der abdestillierte Ether wird in den Sammelbehälter für Recycling-Diethylether gegeben) und noch einige Minuten Vakuum angelegt.

Der breiartige Rückstand wird mit 25 ml kaltem Ethanol versetzt, mit einem Spatel oder Glasstab gut durchgearbeitet und zur Kristallisation 1-2 Stunden in ein Eisbad oder über Nacht in den Kühlschrank gestellt. Anschließend wird über einen Büchnertrichter abgesaugt, 2-3-mal mit je 10 ml eiskaltem Ethanol nachgewaschen und im Vakuum-Exsikkator getrocknet.

Es sind etwa 5 g reines Trimyristin, Schmp. 54-55 °C zu erwarten.

Protokollführung: Die verwendeten Geräte (Art und Größe), die eingesetzten Mengen (in g, benötigtes Lösungsmittel in ml), Dauer der Extraktion, erhaltene Menge (in g), Schmelzpunkt, Farbe und Aussehen sind anzugeben.

Recycling und Entsorgung:

Der Filterhülse mit dem Extraktionsrückstand lässt man über Nacht im Abzug ausdampfen, danach kann sie in den normalen Abfall gegeben werden. Das abfiltrierte Trockenmittel wird in den Sammelbehälter für Feststoffe gegeben. Der am Rotationsverdampfer abdestillierte Ether wird in den Sammelbehälter für Recycling-Diethylether gegeben. Die ethanolischen Filtrate werden in den Sammelbehälter für halogenfreien organischen Sonderabfall **A2** gegeben.

Sicherheitshinweise:

Diethylether ist hochentzündlich. Nur im Abzug handhaben! Ethanol ist leichtentzündlich. Das Extrakt, Rohprodukt und die Mutterlauge enthalten auch Myristicin: Myristicin ist ein toxischer Inhaltsstoff der Muskatnuss mit narkotischer Wirkung und wird deshalb nicht isoliert.

Mögliche Zündquellen entfernen, keine offenen Flammen beim Umgang mit Diethylether und Ethanol! Schutzbrille tragen, alle Gefäße sofort wieder verschließen, Substanzen nicht in offenen Gefäßen erhitzen. Hautkontakt vermeiden, gegebenenfalls Einmal-Schutzhandschuhe verwenden.

Bei Berührung mit den Augen sofort mit der Augendusche spülen (mindestens 15 Minuten). Assistent verständigen und Arzt konsultieren. Beim Verschlucken von Substanzen ebenfalls Assistent verständigen und sofort Arzt hinzuziehen. und die Vorschrift mit diesen Hinweisen vorzeigen.

Versuch 19: Säulenchromatographische Trennung eines Farbstoffgemisches

Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, Kap. 9.3

Eine Mischung von 100 mg Tetraphenylcyclopentadienon und 100 mg 2,4-Dinitrophenol, gelöst in 2 ml Ethylacetat soll chromatographisch getrennt werden.

Verwendete Chemikalien

2,4-Dinitrophenol	R 23/24/25-33-50/53, S 28-37-45-61. Schmp. 114 °C
Tetraphenylcyclopentadienon	R -, S -. Schmp. 219-221 °C
Cyclohexan	R 11-38-50/53-65-67, S 9-16-33-60-61-62 Sdp. 81 °C
Ethylacetat (Essigsäureethylester)	R 11-36-66-67, S 16-26-33. Sdp. 77 °C

Vorbereitung: Die Chromatographiesäule mit Hahn (Ø 2cm, Länge 30 cm) wird mit einer NS 14-Klammer senkrecht mit dem Hahn nach unten so an einer Stativstange befestigt, dass man noch bequem einen 250 ml Erlenmeyerkolben darunter stellen kann. In die Verjüngung der Säule zum Hahn wird ein kleiner Wattebausch eingebracht, der das Auslaufen der Säulenfüllung verhindern soll. Dazu wird der Wattebausch oben mit einem Glasstab in die Säule gestopft und durch kurzes Anlegen eines Wasserstrahlvakuum über den geöffneten Hahn und Verschießen der oberen Öffnung mit dem Handballen, der dann mehrmals ruckartig entfernt wird, nach unten gebracht. Danach wird der Auslaufhahn geschlossen und die Säule zu etwa 1/3 mit der aufstehenden Laufmittelmischung (Cyclohexan/Ethylacetat 1:1) gefüllt und ein leerer 250 ml Erlenmeyerkolben untergestellt. Es muss darauf geachtet werden, dass sich keine Luftblase im Wattebausch oder am Auslauf festsetzt.

In einem 250 ml Becherglas wird nun aus 30 g Kieselgel (=75 ml, mit dem Messzylinder abmessen!) und 70 ml der Laufmittelmischung (Cyclohexan/Ethylacetat 1:1) durch Rühren mit dem Glasstab eine Suspension hergestellt.

Dieser dünne Brei wird nun langsam durch einen Trichter (mit breitem Auslauf) in die zu 1/3 gefüllte Säule eingegossen, dabei wird der Auslaufhahn soweit geöffnet, dass das Laufmittel in dem Maß ausläuft, wie die Suspension oben zufließt. Dabei darf die Säule nie trocken laufen! Das ausgeflossene Laufmittel kann zum Ausspülen des Becherglases verwendet werden.

Um Risse und Luftblasen in der Säule zu verhindern, wird während des Absetzens der Säulenfüllung gleichmäßig von allen Seiten an die Säule geklopft.

Zum Schluss wird die Säulenfüllung vorsichtig mit einer etwa 0.5–1 cm dicken Seesandschicht abgedeckt.

Durchführung: Zur eigentlichen Chromatographie wird das Laufmittel in der Säule langsam soweit abgelassen, dass die Oberkante des Flüssigkeitsspiegels bündig mit der Oberkante der Seesandschicht ist. Danach werden 2 ml des aufstehenden Farbstoffgemisches mit der Messpipette entnommen, in ein Präparategläschen gegeben und von dort mit einer Tropfpipette vorsichtig rundum entlang der Innenwand der Säule auf die Seesandschicht aufgetragen. Das Präparateglas und die Tropfpipette werden zum Schluss mit etwas Laufmittel nachgespült.

Nun wird der Säulenhahn vorsichtig geöffnet und das Laufmittel tropfenweise abgelassen bis der Flüssigkeitsspiegel gerade wieder die Seesandoberkante erreicht hat. Dann wird mit etwa 2 Pipettenfüllungen nachgespült, wieder abgelassen und nochmals nachgespült, bis die Substanz völlig auf die Säule aufgezogen ist.

Zur Entwicklung des Chromatogramms werden nun etwa 75 ml Laufmittel (Cyclohexan/ Ethylacetat 1:1) portionsweise nachgefüllt und ein konstanter Auslauf von etwa 2 - 3 ml/ Minute eingestellt. Dabei darf die Säule nie trocken laufen!

Die auf der Säule zuerst laufende weinrote Bande enthält das Tetraphenylcyclopentadienon. Das zunächst farblose Eluat wird in einem Erlenmeyerkolben aufgefangen und verworfen. Sobald die

weinrote Zone in die Nähe des Auslaufs kommt, wird auf ein neues Auffanggefäß gewechselt und diese Fraktion aufgefangen.

Das 2,4-Dinitrophenol wird gleichzeitig als gelbe Bande entwickelt: Sobald eine Farbänderung am Auslauf beobachtet werden kann (nach etwa 50 ml weinroter Fraktion), wechselt man auf ein neues Auffanggefäß und eluiert das Dinitrophenol mit ca. 200 ml reinem Ethylacetat. Bei Unsicherheit beim Fraktionswechsel kann auch ein "Zwischenlauf" genommen werden. Nach dem Verbrauch der 200 ml Ethylacetat wird die Entwicklung der Chromatographie abgebrochen.

Die beiden erhaltenen Fraktionen werden in je einen tarierten NS 29-Rundkolben geeigneter Größe (100 oder 250 ml) gefüllt und jeweils das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer abdestilliert. Zur Entfernung von Lösungsmittelresten wird der Destillationskolben am Arbeitsplatz direkt an die Vakuumentleitung angeschlossen und der Destillationsrückstand etwa 1 h im Vakuum getrocknet. Anschließend werden die Kolben zurück gewogen und Masse der erhaltenen Produkte berechnet.

Protokollführung: Die verwendeten Geräte und Mengen (Substanz, Kieselgel, Laufmittel), erhaltenen Mengen, Farbe und Aussehen sowie der Schmelzpunkt des getrennten Produkts sind anzugeben. Beschreiben Sie den Verlauf der Trennung.

Recycling und Entsorgung:

Die abdestillierten und übrig gebliebenen Lösungsmittel (Etylacetat und die Mischung Cyclohexan/Ethylacetat) werden in den aufgestellten Recycling-Sammelbehälter "Lösungsmittel Chromatographie" gegeben.

Die Chromatographiesäule lässt man trocken laufen und stellt sie mit geöffneten Hahn nach oben senkrecht in den Abzug, darunter wird eine Kristallisierschale gestellt. Das belegte Kieselgel rieselt beim Trocknen in die Kristallisierschale und kann danach in den aufgestellten Sammelbehälter für "Kieselgelabfall aus der Chromatographie" gegeben werden. Das Teträphenylcyclopentadienon und Dinitrophenol wird mit etwas Aceton in den Sammelbehälter für halogenfreien organischen Sondermüll A2 gespült.

Sicherheitshinweise:

Vor Beginn des Versuchs muss darauf geachtet werden, dass alle offenen Flammen (Bunsenbrenner) abgeschaltet werden! Die Rundkolben zum Abdestillieren am Rotationsverdampfer dürfen keine Sprünge oder Schläge aufweisen: Gefahr der Implosion beim Arbeiten unter Vakuum!

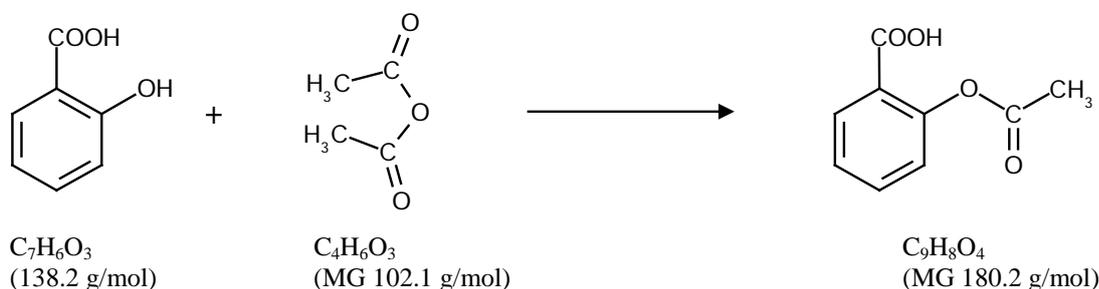
Cyclohexan und Ethylacetat ist leichtentzündlich, sie können die Atmungsorgane reizen. 2,4-Dinitrophenol ist giftig beim Einatmen, Verschlucken und Berührung mit der Haut. Es besteht die Gefahr kumulativer Wirkungen. Cyclohexan und Ethylacetat können beim Verschlucken Lungenschäden verursachen, die Dämpfe können Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen. Wiederholter Hautkontakt mit Ethylacetat kann zu spröder und rissiger Haut führen. Cyclohexan ist sehr giftig für Wasserorganismen und kann in Gewässern längerfristig schädliche Wirkungen haben.

Beim Arbeiten mit 2,4-Dinitrophenol Einmal-Schutzhandschuhe tragen. Hautkontakt mit Ethylacetat ebenfalls vermeiden. Alle Vorratsflaschen sofort nach Gebrauch wieder verschließen. Die Substanzen und Lösungsmittel dürfen auf keinen Fall in das Abwasser gelangen.

Bei Berührung von Substanzen mit den Augen sofort mit viel Wasser ausspülen (Augendusche). Wenn 2,4-Dinitrophenol auf die Haut gelangt sofort mit viel Wasser abwaschen. Beim Verschlucken von Substanzen kein Erbrechen auslösen. Bei Unfall sofort Arzt hinzuziehen und diese Vorschrift vorzeigen.

Versuch 20: Präparat: Acetylierung von Salicylsäure zu Acetylsalicylsäure (Standard-Reaktionsapparatur mit mechanischem Rührer)

Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, Kap. 2.2.6 und 2.3



Eigenschaften und Kennzeichnung der Edukte, Reagenzien und Produkte

Salicylsäure:	Schmp. 157-160 °C; Sdp. 211 °C/27 hPa.
Acetylsalicylsäure:	Schmp. 136 °C.
Eisessig: (= Essigsäure 99-100 %)	Schmp. 17 °C; Sdp. 118 °C; Dampfdruck (20 °C) 16 hPa.
Essigsäureanhydrid:	Schmp. -73 °C; Sdp. 140 °C; Dampfdruck (20 °C) 4 hPa; $d=1.08$ g/ml.
Ethanol	Sdp. 78 °C; Dampfdruck (20 °C) 59 hPa.

Durchführung der Reaktion

Betriebsanweisung beachten!



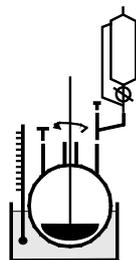
In einer trockenen Reaktionsapparatur aus 250 ml-Dreihalskolben mit KPG-Rührer, Anschützaufsatz, und Rückflusskühler werden mit einem Messzylinder und Trichter (185 mmol) 17.5 ml Essigsäureanhydrid und 15 ml Eisessig eingefüllt.

Unter Rühren wird nun bei Raumtemperatur 20.8 g (150 mol) Salicylsäure mit einem Hornlöffel portionsweise über einen aufgesetzten Pulvertrichter eingetragen.

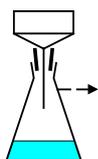
Der Pulvertrichter wird entfernt, die Schlifföffnung mit einem Schliffstopfen verschlossen und 2 h unter Rühren im siedenden Wasserbad erhitzt; nach dieser Zeit ist die Acetylierungsreaktion beendet.

Man lässt die Apparatur abkühlen und ersetzt anschließend den Rückflusskühler durch einen Tropftrichter mit Druckausgleich. Danach werden 75 ml dest. Wasser innerhalb von etwa 10 Minuten zugetropft.

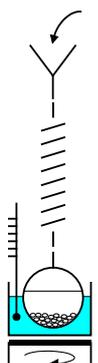
Der Reaktionskolben wird nun im Eisbad gekühlt und etwa 30 Minuten weitergerührt. Nach dieser Zeit hat sich die rohe Acetylsalicylsäure als farbloser Niederschlag abgeschieden.



Isolierung und Reinigung



Der Niederschlag wird auf einem Büchnertrichter abgesaugt und auf dem Trichter zweimal mit je 50 ml kaltem dest. Wasser nachgewaschen; das Filtrat wird verworfen ($\rightarrow E_1$). Der Rückstand wird mit einem breiten Spatel oder mit dem flachen Kopf eines Glasstöpsels fest auf die Filterplatte gepresst und durch längeres Durchsaugen von Luft weitgehend getrocknet. Danach wird das Rohprodukt in eine tarierte Porzellanschale überführt und nach dem Trocknen im Exsikkator die Rohausbeute (in g und %) sowie der Schmelzpunkt bestimmt.



Zur Umkristallisation wird die rohe Acetylsalicylsäure in einem 500 ml-NS-29-Rundkolben mit aufgesetztem NS-29-Rückflusskühler unter Erhitzen in wenig Ethanol (für 10 g Rohprodukt etwa 20 ml Ethanol) gelöst, danach wird vorsichtig über den Rückflusskühler heißes dest. Wasser zugegeben (für 10 g Rohprodukt etwa 40 ml Wasser). Nun wird das Heizbad entfernt und langsam abgekühlt, zur Vervollständigung der Kristallisation wird zum Schluss noch mit einem Eisbad gekühlt (etwa 15 Minuten).

Das Kristallisat wird wieder über einen Büchnertrichter abgesaugt, mit etwa 50 ml kalter Mischung Ethanol/Wasser (1:2) nachgewaschen und scharf abgepresst ($\rightarrow E_2$). Nach dem Trocknen werden Ausbeute und Schmelzpunkt bestimmt.

Reinprodukt: Ausb. 19.7 g , 0.11 mol (73%), farblose Nadeln, Schmp. 136 °C.

Recycling und Entsorgung

- E₁:** Die Waschwasser enthalten im wesentlichen verdünnte Essigsäure und können mit Wasser in den Abfluss gespült werden.
- E₂:** Die Mutterlauge der Umkristallisation (wässrige ethanolische Lösung) sowie übriggebliebener wässriger Ethanol wird in den Sammelbehälter für wässrigen, organischen Sonderabfall **B1** gegeben.

Das erhaltene Reinprodukt wird zusammen mit dem Protokoll dem Assistenten übergeben.

Protokollführung: Zeichnen Sie den Formelkopf mit Summenformeln und Molmassen. Beschreiben Sie kurz den Apparaturaufbau (mit Kolbengrößen) und alle verwendeten Chemikalien mit genauen Mengenangaben. Beschreiben Sie die Durchführung des Versuchs. Geben Sie dabei alle Arbeitsschritte mit Zeit- und Temperaturangaben sowie allen Beobachtungen an. Protokollieren Sie die erhaltene Menge an Rohprodukt zusammen mit dem Schmelzpunkt. Geben Sie auch die Art und Weise der Trocknung (Trockenmittel, Zeitangabe) an.

Protokollieren Sie die Reinigung des Rohprodukts: Menge an eingesetzter Substanz, benötigtes Lösungsmittel, Isolierung und Trocknung des Kristallisats. Erstellen Sie eine Massenbilanz.

Geben Sie abschließend die Ausbeute an Reinprodukt in g, mol und % der Theorie sowie die physikalischen Daten des Produkts (Schmp., Aussehen) an. Vergleichen Sie die Daten mit den Literaturangaben (= Vorschrift)

Hinweise:

Bei diesem Präparat wird mit einem "KPG-Rührer" (kerngezogenes Präzisions-Glasgerät) gearbeitet (siehe *Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie*, Kap. 2.2.6) Gegenüber einem Magnetrührer besitzt der KPG-Rührer eine deutlich höhere Durchzugskraft. Daraus ergeben sich folgende Einsatzgebiete:

- Intensive Durchmischung bei Mehrphasensystemen
- Durchmischung von schwer rührbaren Mischungen (unlösliche Feststoffe in Suspension)
- Bei der Notwendigkeit eines intensiven Wärmeaustausches (z.B. exotherme Reaktionen)
- Durchmischen großer Reaktionsvolumina.

Ein KPG-Rührer besteht aus einem Glasrohr, das im Mittelteil einen etwa 10 - 20 cm langen genormten Präzisions-Zylinderschliff besitzt und drehbar in einer dazu exakt passend geschliffenen Hülse (Schaft) sitzt. Die Rührhülse besitzt im allgemeinen einen NS 29-Kern-Schliff und kann somit einfach auf den zentralen Schliff eines Kolbens aufgesetzt werden.

KPG-Rührer können mit verschiedenen Rührblättern ausgestattet sein, in der Regel werden heute auswechselbare Teflon- oder Porzellanrührblätter eingesetzt.

Der Antrieb erfolgt durch einen Motor, dessen Antriebswelle über eine flexible Kupplung (im einfachsten Fall ein Stück dickwandiger Gummischlauch) mit dem oberen Ende der KPG-Rührwelle verbunden wird. Der Gummischlauch wird durch Schlauchschellen gegen „Durchrutschen“ gesichert.

Rührer und Rührmotor müssen unbedingt in Achse liegen, um das „Ausschlagen“ des Rührers und der Hülse zu vermeiden. Durch Vibrationen kann sich die Rührhülse während des Versuchs lockern und muss deshalb fest geklammert werden.

Sehr wichtig ist auch die richtige Schmierung des Kernschliffes: Am besten eignen sich dazu spezielle Fette (z.B. „Stirr-Öl“). Auf keinen Fall geeignet ist „normales“ Schliiffett, Exsikkatorfett oder Glycerin!

Lassen Sie Ihre Apparatur vor der Inbetriebnahme von Ihrem Assistenten überprüfen!

Der Anschützaufsatz in der oben genannten Reaktionsapparatur kann auch entfallen wenn der Rückflusskühler und Tropftrichter auf den seitlichen Schliff aufgesetzt und geklammert werden können, ohne dass der Rührmotor stört.