

Vorwort und Einführung

Arbeitsicherheit, Schutz der Menschen und der Umwelt vor Schäden und Gefahren, die von der Chemie verursacht werden können, sind große Herausforderungen für die Chemiker. Zahlreiche Gesetze, Verordnungen und Vorschriften sollen dazu beitragen, die Sicherheit beim Umgang mit Chemikalien weiter zu erhöhen und Vorbehalte abzubauen. Es ist Aufgabe der Lehre, die Studierenden mit diesem Regelwerk frühzeitig vertraut zu machen, um sie zu eigenständigem, verantwortungsbewußtem Experimentieren zu führen.

Solide, gründliche und zuverlässige Kenntnisse der experimentellen Arbeitstechniken bei präparativen chemischen Aufgabenstellungen sind eine unabdingbare Voraussetzung für Sicherheit und unfallfreies erfolgreiches Arbeiten im Labor.

Im ersten organisch-chemischen Praktikum (im Normalfall im 4. Semester) arbeiten die Studierenden erstmals mit Glasgeräten für die organische Synthese. Die Anfänger wissen meist nicht, welche Geräte zur Verfügung stehen und wann sie einzusetzen sind, was sie beim Aufbau funktionstüchtiger Apparaturen z.B. zur Synthese, zur Destillation, zur Umkristallisation usw. beachten müssen.

In den hier vorliegenden Arbeitsmethoden werden die Geräte und Apparaturen nicht nur – wie das meist der Fall ist – mehr oder weniger gut abgebildet. Sofern erforderlich und möglich, werden zunächst theoretische Grundlagen behandelt. Entsprechend werden die Apparaturen begründet und ihr Aufbau wird ebenso im Detail beschrieben wie ihre Inbetriebnahme. Für speziell entwickelte Geräte und Apparaturen, die nicht im Handel erhältlich sind, werden in den ‚Arbeitsmethoden im Internet‘ Konstruktionszeichnungen zur Verfügung gestellt.

Der Anfänger lernt zunächst das Arbeiten mit Standardgeräten für Versuchsansätze in der **normalen Größenordnung** (Flüssigkeitsvolumina > 10 ml, kristalline Produkte > 100 mg). Apparaturen für Arbeiten im **Halbmikromaßstab** (Flüssigkeitsvolumina 5–10 ml, kristalline Produkte 50–100 mg) und im **Mikromaßstab** (Flüssigkeitsvolumina < 5 ml, kristalline Produkte < 50 mg) schließen sich an.

Folgende Kapitel werden behandelt:

- 1 **Sicherheit im Labor – Allgemeine Hinweise zum chemischen Arbeiten**
- 2 **Glasgeräte und Reaktionsapparaturen**
- 3 **Klassische Methoden zur Charakterisierung organischer Verbindungen**
- 4 **Trennung, Reinigung und chemische Analytik organischer Verbindungen**
- 5 **Destillation**
- 6 **Filtration**
- 7 **Umkristallisation**

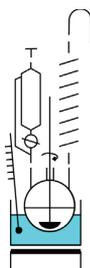
- 8 Sublimation
- 9 Extraktion
- 10 Chromatographie
- 11 Spezielle Methoden
- 12 Trocknen von Feststoffen, Lösungen und Lösungsmitteln
- 13 Molekülspektroskopie
- 14 Dokumentation – Literatur – Literaturrecherche

In den Arbeitsmethoden haben jahrzehntelange praktische Erfahrungen der Autoren Eingang gefunden.

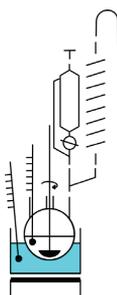
Die aufgeführten Methoden und Verfahren gehen zum Teil weit über die Bedürfnisse des ersten organisch-chemischen Praktikums hinaus. Die Intention ist, dass sie als „Vademecum“ generell für alle – auch spätere synthetisch organisch-chemischen Aufgabenstellungen – zu Rate gezogen werden können.

Um lange Beschreibungen der Apparaturen und ihres Aufbaus zu vermeiden, wurden von den Autoren bereits 1979 Apparatesymbole eingeführt, die für sich sprechen und die auch von den Studierenden relativ leicht skizziert werden können, z.B.:

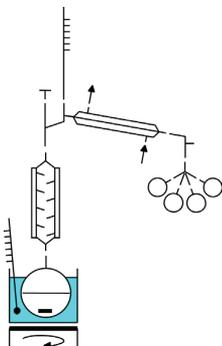
- Einfache 3-Halskolben-Reaktionsapparatur mit KPG-Rührer, Tropftrichter mit Druckausgleich und Rückflusskühler mit Trockenrohr:



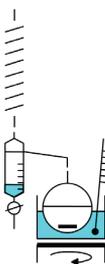
- 3-Halskolben-Reaktionsapparatur mit KPG-Rührer, Innenthermometer und *Anschütz*-Aufsatz mit Rückflusskühler, Trockenrohr und Tropftrichter mit Druckausgleich:



- Einfache Destillationsapparatur mit *Vigreux*-Kolonne, absteigendem (*Liebig*-)Kühler und ‚Spinne‘ zum Auffangen von Fraktionen mit unterschiedlichen Siedepunkten:



- Apparatur zur azeotropen Abtrennung von Reaktionswasser (z.B. bei Acetalisierungen und der Darstellung von Enaminen) mit NS 29-Rundkolben, graduiertem Wasserabscheider, Rückflusskühler und Heizbad mit Magnetrührer:



Die Apparatesymbole stehen auch im Internet zum Download zur Verfügung.

Neben den Techniken für das Arbeiten im Labor führen die Arbeitsmethoden auch in die Grundlagen der chemischen und spektroskopischen Analytik (UV/Vis, IR, $^1\text{H-NMR}$, $^{13}\text{C-NMR}$, MS) ein. Die dramatisch zunehmende Fülle wissenschaftlicher Literatur veranlasste die Autoren, das Kapitel Dokumentation, Literatur und elektronische Literaturrecherche gründlich zu überarbeiten.

Einführungspraktikum

Zum Einüben der Arbeitsmethoden wird ein 1–2-wöchiges Einführungspraktikum vorgeschlagen. Hier sollen die Studierenden die wichtigsten Methoden vor dem Ernstfall (Praktikum) kennen lernen. Das Einführungspraktikum mit zahlreichen Versuchen, Aufgaben und Übungen ist nur über das Internet zugänglich. Der Praktikumsleiter kann hieraus ein individuelles Einführungspraktikum mit spezifischen Schwerpunkten zusammenstellen.

Die Autoren hoffen und wünschen, dass Ihnen die Arbeitsmethoden auch nach dem Grundpraktikum bei allen experimentellen Aufgabenstellungen eine gute und zuverlässige Hilfe sind.

Karlsruhe, Regensburg, Würzburg im Februar 2014

Siegfried Hünig
Peter Kreitmeier
Alfons Ledermann
Gottfried Märkl
Joachim Podlech