

Organische Chemie 2: Grundpraktikum

Teil Methodenhandbuch

Index der Methoden	2
Weitere Ressourcen.....	4
Aufbau	5
Durchführung	11
Chromatographie	13
Andere Methoden der Reaktionskontrolle	21
Aufarbeitungsmethoden.....	23
Analytische Methoden (primär für Produkte)	34

Teil Versuche

Index der Versuche	40
Grundoperationen G1-G6	41
Präparate P1-P20.....	52
Sicherheitsinformationen zur Versuche	78
Schlusswort.....	105

Forschungsgruppe Thorn-Seshold

TU Dresden, Organische Chemie

Labormethoden, Tipps & Tricks

Vorwort: Methodenhandbuch	3
weitere Ressourcen	4
Aufbau	5
Wiegen.....	5
Äquivalente	6
Kühlen und Heizen	6
Reinigung von Edukten und Lösungsmitteln	8
Trocknung (Wasserentfernung) von Lösungsmitteln, Lösungen	9
Durchführung	11
Kontrollierte Zugabe von Reagenzien (auch bei Quenching).....	11
Verschiebung des Gleichgewichts: Wasserabscheider	12
Chromatographie	13
Dünnschichtchromatographie (DC)	13
Säulenchromatographie.....	15
Auswahl des richtigen Laufmittels ("Eluents")	16
Chromatographie Tipps & Hintergrund	17
Reverse-Phase-Chromatographie und HPLC	19
GC(-MS)	20
Andere Methoden der Reaktionskontrolle	21
„Mini-workup“ / mini-Quench.....	21
pH-Bestimmung	22
Aufarbeitungsmethoden	23
"Quenching" (Reaktionsterminierung)	23
Flussigphase-Extraktion (durch Phasentrennung)	24
Filtrieren.....	25
Zentrifugation als Alternative zu Filtration.....	25
Trocknung von Produkten (von Lösungsmitteln & Wasser)	26
Kurzanleitung Trockenbaum.....	28
Trituration - Lösungsmittel- sowie Verunreinigungsentfernung	29
Umkristallisation.....	30
Destillation (Normaldruck, Vakuum, Azeotrop, Wasserdampf).....	31
Rotationsverdampfer (Abdestillieren von Lösungsmitteln)	32
Vakuumpumpen.....	33
Analytische Methoden (primär für Produkte)	34
Schmelzpunktbestimmung.....	34
Siedepunktbestimmung	35
Brechungsindex	36
NMR Spektroskopie.....	38
Organoleptische Analytik	39

Vorwort: Methodenhandbuch

Liebe Studierende,

Ziel des Praktikums und der begleitenden theoretischen Ausbildung (Vorlesung, Übung, Seminar) ist es, Ihnen grundlegende Kenntnisse und praktische Skills in der Organischen Chemie zu vermitteln.

Ab 2025 haben wir das Praktikum zur Hälfte neu konzipiert (Art der Experimente, Auswahl und Umfang der Arbeitstechniken und Geräte), und auch die Vorgehensweise geändert (Einzelversuche, optionale Erweiterung der Versuche zum Ausprobieren von Methoden, Versuche im großen und kleinen Maßstab, usw.).

Durch diese Änderungen werden die gängigen und aktuellen **Labormethoden**, d.h. (1) Aufbau und Durchführung, (2) Reaktionskontrolle, (3) Aufarbeitung, (4) Reinigung/Trennung und (5) Produktanalytik, deutlich stärker betont. Wir wissen nicht, ob zu eurem späteren chemischen Alltag auch radikalische Halogenierungen gehören werden. Aber wenn Sie später Labortätigkeiten in der Industrie oder im akademischen Bereich ausüben oder anderweitig mit chemischer Forschung&Entwicklung zu tun haben (sei es in der Fein- oder Großchemie, in der Pharma- oder Lebensmittelchemie oder in verwandten Bereichen wie Biochemie, Biotechnologie usw.) - dann wird ihr Alltag sicherlich mit diesen Methodenbereichen zu tun haben, vor allem mit der Aufreinigung und Analytik.

Aus diesem Grund haben wir diesen kurzen **Leitfaden für Labormethoden** als Ergänzung zum normalen Versuchsskriptum (Präparationsbeschreibungen) eingeführt. Es soll kein Lehrbuch sein. Auch kann kein Lehrbuch die Notwendigkeit einer praktischen Ausbildung ersetzen - es braucht einfach die Zeit im Labor. Wenn dieser Leitfaden Ihnen ein tieferes theoretisches Verständnis ermöglicht, so dass Sie ihre praktische Arbeit schneller selbstständig und adaptiv durchführen können, statt nur "Rezepte nachzukochen"; und wenn er Ihnen nützliche Tipps und hilfreiche Begleitung gibt, so dass Sie jetzt schneller im Labor erfolgreich sind, später konkurrenzfähiger sind, und vor allem immer mehr Spaß an der OC haben - dann hat er sein Zweck erfüllt.

Am Ende des Semesters sollten Sie das Gefühl bekommen, dass Sie sicher und kompetent mit theoretischen Problemstellungen und praktischen Experimenten in der Organischen Chemie umgehen können.

Wir freuen uns auf das kommende Semester zusammen.

Forschungsgruppe Thorn-Seshold

weitere Ressourcen

1. Online-Ressourcen für praktische Organische Synthese

- unsere Ressourcen: <https://tu-dresden.de/mn/chemie/oc/chembio/resources>
[Web-Ressourcen](#); [Sicherheit](#); [Chemikalien](#)
- LMU München: Zipse's OC Videothek: <https://zipse.cup.uni-muenchen.de/vidbibocp/>
- Not Voodoo: <https://www.chem.rochester.edu/notvoodoo/>
- Zubrick OC Survival Manual: archive.org/details/TheOrganicChemLabSurvivalManual
- Practical Techniques by Kanny Wan: <https://shenvilab.org/education/>
- Organic Chemistry Portal: <https://www.organic-chemistry.org/>
- www.chemistry.mcmaster.ca/adronov/resources/Stains_for_Developing_TLC_Plates.pdf

2. Lehrbücher für praktische Organische Synthese

- **Organikum** (Wiley, 24. Auflage; TU Dresden)
- **Brückner et al** - Praktikum Preparative Organische Chemie (Spektrum; Uni Freiburg)
- Tietze & Eicher - Reaktionen und Synthesen im organisch - chemischen Praktikum

3. Software

- ACD ChemsSketch, Chemdraw
- ACD/Labs (chemische Eigenschaften)
- NMR Software: Bruker TopSpin, MestreNova
- TU Dresden [Fakultät Chemie & Lebensmittelchemie - Software](#)

4. Literatur, Suchmaschine, Datenbanken

- [Scifinder](#) & [Reaxys](#) (Struktur- und Reaktionssuchen durch wissenschaftliche Zeitschriften)
- [Google Scholar](#) (Text Search durch wissenschaftliche Zeitschriften)
- [NIST Chemistry Webbook](#) Database (Molekulare Eigenschaften)
- [SDBS Spectral Database](#) (NMR, UV-Vis, etc)
- [Zotero](#) (Citation Manager, zum generieren und verwalten von Bibliographien & Zitate)

Aufbau

Wiegen

1. Vorbereitung

Wann wiegen? Immer bei Feststoffen, aber **manchmal auch bei Flüssigkeiten / Lösungen** besonders wenn kleinere Mengen gebraucht sind (<0.5 mL) und/oder wenn ein genaue Stoichiometrie wichtig ist (z.B. genau 0.95 Äquiv, und kein Überschuss). Siehe unten.

Wahl der Waage: Verwenden Sie eine **Analysenwaage** für präzise Messungen; eine sogenannte „Kartoffelwaage“ eignet sich nur für Einwaagen im Bereich von 10-500 g.

2. Durchführung des Wägeprozesses

Tarieren: Legen Sie das leere Wägeschiffchen, Wägepapier oder anderweitiges Gefäß (z.B. Spritze in Becher) auf die Waage und tarieren Sie diese, sodass die Anzeige auf Null steht.

Einwiegen der Substanz: **Nehmen Sie das Wägegefäß aus der Waage**, legen Sie es auf ein Papiertuch an der Seite der Waage (verhindert eine Verunreinigung der Waage), und geben Sie dann die Substanz vorsichtig in das Wägegefäß. Kontrollieren Sie das Gewicht, bis die gewünschte Menge ungefähr erreicht ist. Schließen Sie dann die Schieber der Waage, um Luftströmungen zu vermeiden; lesen Sie das genaue Gewicht ab und notieren Sie es im Laborjournal.

Übertragung der Substanz: Nutzen Sie immer einen sauberen Trichter, um die Substanz verlustfrei in das Zielgefäß zu überführen. **Insbesondere bei viskose Flüssigkeiten** kann es sich anbieten, die Substanz mit geringen Mengen des Reaktionslösemittels aus dem Einwiege- in das Reaktionsgefäß quantitativ zu überführen.

3. Sauberkeit

Bei unsauberem Einwiegen, auch bei minimalem Verschütten sofort putzen!

Saubere Arbeitsbedingungen vermeiden Kreuzkontaminationen und schützen die Waage (und Laborkollegen!) vor eventuell korrosiven oder toxischen Substanzen.

Reinigen Sie die Waage regelmäßig, mindestens einmal pro Praktikumstag.

4. Zusatzinformationen und Sonderfälle

Exakte Edukteinwaage / "Wiegen nach Differenz": Vor allem bei Flüssigkeiten, aber auch bei Feststoffen, verbleibt ein Teil einer Verbindung immer in dem Gefäß, in das sie eingewogen wurde. Um genau zu bestimmen, wie viel von einer Verbindung zu einer Reaktion tatsächlich zugegeben wird, sollte die **Gewichtsveränderung** des Gefäßes, in das sie eingewogen wurde, gemessen werden (z.B. Wägeschiffchen mit Edukt 4.173 g, Wägeschiffchen nach Umfüllen von Edukt in den Kolben 3.013 g, genaue eingesetzte Menge: 1.160 g).

Einwiegen von Flüssigkeiten: Das Wiegen von Flüssigkeiten ist für Volumina unter 10 mL in der Regel oft genauer und sicherer als die Volumenmessung. Dies kann entweder durch vorsichtiges Pipettieren der Flüssigkeit in ein tariertes Schnappdeckelglas/einen Kolben, oder durch Aufziehen der Substanz in eine vor-tarierte Spritze erfolgen.

Exakte Produkteinwaage: Um nach Isolation einer Zielverbindung eine möglichst genaue Ausbeute zu bestimmen, lohnt es sich die saubere Substanz zu lösen, in einen tarierten Kolben zu überführen und dann sämtliches Lösemittel wieder zu entfernen.

Einwiegen von gefährlichen und flüchtigen Substanzen: Hier sollte nur mit geschlossenen Gefäßen an der Waage hantiert werden, das Überführen der Substanz erfolgt zügig und nur im Abzug. Der **Stopfen** des entsprechenden Gefäßes beim Tarieren mitgewogen werden. Neben Kolben mit Stopfen eignen sich insbesondere **Schnappdeckelgläschen**.

Leergewicht: **Tariere** die Waage jedes Mal mit dem leeren Kolben, da unterschiedliche Gefäße variieren können, auch wenn es die dieselbe Modelle sind (selber probieren mit Schnappdeckelgläschen und Rundkolben!). Notiere das Gewicht mit einem **Bleistift** entweder

auf dem **Etikett des Gefäßes** oder in einem **Wägebuch** (nicht mit Markerstiften auf dem Glas - löst sich im organischen Labor schnell vom Glas ab). Manchmal wird des Leergewicht mit Bleistift am Glasschliff (Innenseite der Hals) von Rundkolben notiert.

Elektrostatistische Aufladung: Vermeiden Sie das Tragen von Kleidung aus synthetischen Materialien (am besten nur Baumwolle, Leinen etc. auch aus Brandschutzgründen), die elektrostatische Aufladungen verursachen können (→unreproduzierbares Einwiegen). Gegebenenfalls kann eine Anti-Statik-„Pistole“ verwendet werden um organische Verbindungen oder die Glasgefäße von elektrostatischer Aufladung zu befreien; die Außenseite der Glasgefäße mit einem leicht feuchten Papiertuch abzuwischen reicht oft aus. Auch kann man sich an Wasserhähnen oder Heizkörpern erden.

Kontrolle der Waage: Stellen Sie sicher, dass die Waage waagrecht steht, indem Sie die integrierte Wasserwaage überprüfen. Gegebenenfalls muss die Waage mit den drehbaren Füßen an den Ecken der Waage eingestellt werden.

5. Selbsttest

Üben Sie das Abwiegen von 10 mg, 100 mg und 1 g typischer Substanzen (Pulver sowie dichteres kristallines Material), um ein Gefühl dafür zu entwickeln, wie viel bei jeder Substanzart ausreichend ist.

Überzeugen Sie sich selbst davon, dass Wiegen genauer ist als das Messen von Volumen: Üben Sie, mit einer Spritze oder Pipette 0.10 mL, 1.0 mL und 5.0 mL in einen Kolben (verwenden Sie Wasser oder Aceton) zu geben und die tatsächlichen Mengen abzuwiegen (achten Sie sowohl auf die Genauigkeit als auch auf die Präzision).

Äquivalente

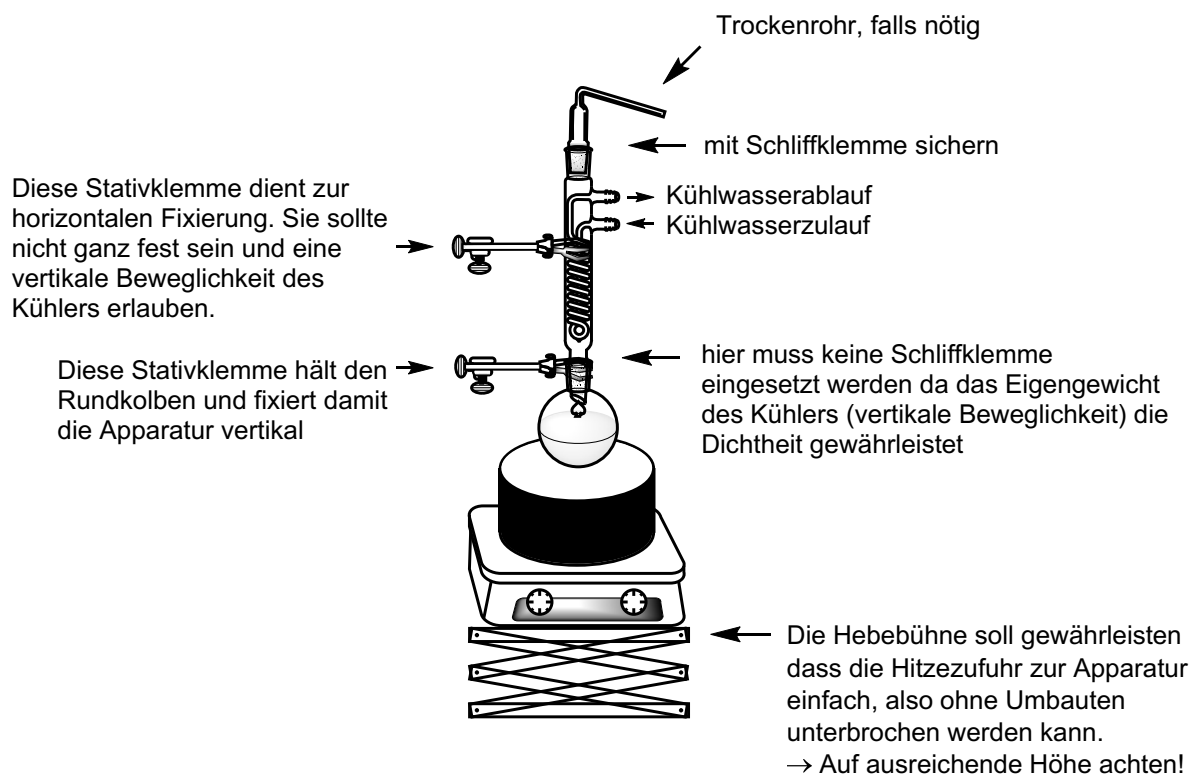
Die Reaktionsstöchiometrie ergibt ein Edukt/Reagenz als limitierende Menge für die Reaktion. Andere Reagenzien/Edukte werden gegebenenfalls im Überschuss zugegeben, um die Ausbeute zu erhöhen und/oder die Reaktionszeit zu verkürzen. *Nachteil: Überschuss muss nach der Reaktion abgetrennt werden.*

Kühlen und Heizen

Kühlbad: Das Kühlbad wird mit Eis und Wasser gefüllt. Das Reaktionsgefäß wird so weit in das Eisbad gegeben, dass die Füllhöhe unterhalb des Eis/Wasser Pegels ist. Das komplette Eintauchen ermöglicht eine maximale Kühlwirkung. Für Temperaturen unter 0 °C werden andere Kühlmittel verwendet z.B. Salzlösung/Eis, usw. (siehe Tabelle).

Ölbad: Das Reaktionsgefäß wird so weit in das Ölbad gegeben, dass die Füllhöhe oberhalb des Ölpegels ist. Dies sorgt für eine konstante Temperatur des Reaktionsgemischs ohne erhöhte Temperaturen am Überstand. Die Temperatur des Ölbad kann ca. 5-10 °C über dem Siedepunkt gewählt werden (Temperatur der Heizplatte hängt von der jeweiligen Bauart ab: mit Thermometer Kontrolle oder ohne). Dabei muss das Temperaturlimit des verwendeten Öls beachtet werden.

Rückfluss: Ein Reaktionsgemisch wird in einer Apparatur mit Rückflusskühler unter Rühren zum Siedepunkt erhitzt. Das verdampfte Lösemittel kondensiert am Rückflusskühler und tropft anschließend in das Reaktionsgemisch zurück, sodass die Reaktion bei konstantem Volumen und Temperatur durchgeführt wird.



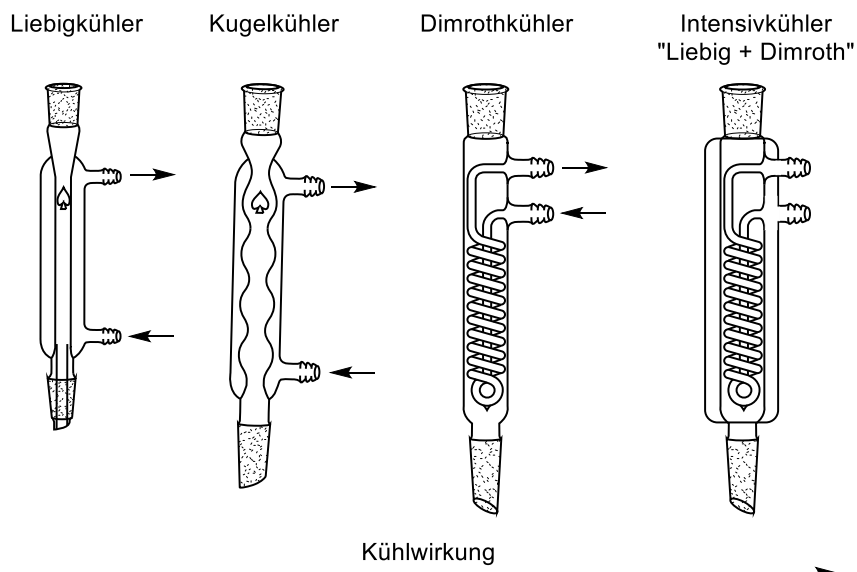
Kühlerarten

Liebigkühler: Der Liebigkühler (benannt nach Justus von Liebig) besteht aus einem geraden Glasrohr mit Wassermantel. Er wird im Wesentlichen als Destillationsbrücke in Destillationen, die auch unter Hochvakuum erfolgen können, eingesetzt.

Kugelkühler (auch Allihnkühler): Das Rohr des Allihnkühlers ist weiter als beim Liebigkühler und in Abständen kugelförmig eingeschnürt. Daraus resultiert eine deutlich größere Kühlfläche und stärkere Verwirbelung des Dampfs. Im Wesentlichen Verwendung als Rückflusskühler.

Dimrothkühler: Der Dimrothkühler besteht aus einer Kühlspirale, die sich innerhalb eines Rohres befindet. Dieser Kühlertyp hat eine große Kühlfläche und wird hauptsächlich als Rückflusskühler verwendet.

Intensivkühler: Ein Intensivkühler ist eine Kombination aus Liebigkühler (äußerer Kühlmantel) und Dimrothkühler (Kühlspirale im Inneren). Dieser Kühlertyp hat die größte Kühlfläche. Er ist besonders geeignet für Arbeiten mit niedrig siedenden Medien (z.B. Diethylether oder DCM).



Reinigung von Edukten und Lösungsmitteln

Die Reinigung von Edukten und Lösungsmitteln im chemischen Labor ist entscheidend für die Genauigkeit und Sicherheit von Experimenten.

Beispielsweise neigen Ether dazu, mit Luftsauerstoff Peroxide zu bilden, die potenziell explosiv sind (*Nachweis z.B. durch Iodid-Test: Schütteln Sie 1–2 mL Ether mit 1 mL einer essigsäuren Kaliumiodid-Lösung. Eine Braunfärbung deutet auf die Anwesenheit von Peroxiden hin, da Iodid zu Iod oxidiert wird. Alternativ: Peroxid-Teststreifen.*).

Außerdem können sich organische Substanzen während der Lagerung (partiell) zersetzen (z.B. Oxidation von Aldehyden, Anilinen). Diese sollten vor Benutzung ggf. analysiert (z.B. NMR-Spektroskopie) und gereinigt werden (Destillation/Säulenchromatographie/...).

Wasser in Lösungsmitteln und Edukten kann den Reaktionsverlauf beeinträchtigen, z.B. bei Metallorganischen Reaktionen, welche mit Wasser protoniert werden und dann nicht mehr als Nukleophil reagieren können. Deshalb sollten bei entsprechenden Reaktionen die Edukte und/oder Lösungsmittel vor Gebrauch getrocknet werden (siehe unten).

Literatur:

Organikum Kapitel 1.10 – Trocknen.

W.L.F. Armarego, D.D. Perrin: **Purification of Laboratory Chemicals**, Oxford, 1996.

Trocknung (Wasserentfernung) von Lösungsmitteln, Lösungen

Ein wirksames Trockenmittel muss neben einer guten Trocknungsintensität auch eine hohe Trocknungskapazität besitzen. Die maximal mit einem Trockenmittel erreichbare **Trocknungsintensität** wird von seinem **Wasserdampfdruck** bestimmt. Die Hydrate der Trockenmittel, die mit zunehmender Wasseraufnahme entstehen, besitzen ein geringeres Trocknungsvermögen als die wasserfreien Verbindungen (vgl. $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$ in der Tabelle). Je mehr Wasser ein Trockenmittel bei ausreichender Trocknungsintensität aufnehmen kann, desto größer ist seine **Trocknungskapazität**.

Trockenmittel	Wasserdampfdruck (kPa bei 20°C)	Mittel	Wdd (kPa)	Mittel	Wdd (kPa)
P_4O_{10}	$3 \cdot 10^{-6}$	KOH (geschm.)	$3 \cdot 10^{-4}$	Silicagel	$8 \cdot 10^{-4}$
$\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$ (Anhyd.)	$7 \cdot 10^{-5}$	Al_2O_3	$4 \cdot 10^{-4}$	NaOH	0.02
$\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	$3 \cdot 10^{-4}$	CaSO_4 (Drierite)	$5 \cdot 10^{-4}$	CaCl_2	0.03

Ein kurze Auswahl der Trockenmitteln für Stoffklassen die wir in der OC GP einsetzen:

Trockenmittel	Anwendbar für	Nicht anwendbar für	Bemerkungen
Molekularsiebe (Na-Al- und Ca-Al-Silicate)	strenge (End)Trocknung von fast allen organische Lösungsmittel	ungesättigte Kohlenwasserstoffe	regenerierbar durch Erhitzen im Vakuum (150°C) oder Luftdruck (300°C); hohe Trocknungskapazität
Na_2SO_4 , MgSO_4	grobe (Vor)Trocknung von organischen Lösungen fast aller Arten , empfindlicher Stoffe, Ester	-	billig, hohe Kapazität , aber niedrige Intensität
CaCl_2	Kohlenwasserstoffe, Olefine , Aceton, Ether, neutrale Gase, Chlorwasserstoff (Exsikkator)	Alkohole, Ammoniak, Amine	billiges Trockenmittel, basische Verunreinigungen
NaOH, KOH	Amine , Ammoniak, Ether, Kohlenwasserstoffe	Aldehyde, Ketone, saure Stoffe	zerfließlich
Natrium	Ether , Kohlenwasserstoffe	chlorierte Kohlenwasserstoffe (Vorsicht Ex.-Gefahr!), Alkohole, H^+ Donor	Vorsicht bei der Vernichtung des Trockenmittels nach der Trocknung (nie Wasser: Explosionsgefahr!)
CaH_2	Kohlenwasserstoffe, Ketone, Ether, Tetrachlorkohlenstoff, Dimethylsulfoxid, Acetonitril, Ester	saure Stoffe, Alkohole, Ammoniak, Nitroverbindungen	Gasableitung ermöglichen (H_2 Freisetzung)
Kieselgel (anhyd!)	grobe Trocknung von organische Lösungen fast alle Arten	-	nimmt Lösungsmittelreste auf
K_2CO_3	Aceton, Amine (OK)	saure Stoffe	zerfließlich
P_4O_{10}	Schwefelkohlenstoff, Kohlenwasserstoffe, Halogenkohlenwasserstoffe	basische Stoffe, Alkohole, Ether	zerfließlich (Exsikkator)

Für die Trocknung von Lösungen unbekannter Substanzen verwendet man stets ein chemisch indifferentes Trockenmittel, wie z. B. Magnesiumsulfat oder Natriumsulfat. Man lässt die zu trocknende Lösung mit dem fein verteilten Trockenmittel stehen, wobei man ab und zu kräftig durchschüttelt. Bei stark wasserhaltigen Flüssigkeiten ist es immer zweckmäßig, stufenweise zu trocknen, indem man kleine Portionen des Trockenmittels so oft durch neues ersetzt (dekantieren), bis keine merkliche Wasseraufnahme mehr feststellbar ist (Calciumchlorid bleibt körnig, Kupfersulfat farblos, Natrium-/Magnesiumsulfat und Phosphor(V)-oxid klumpen nicht mehr).

Molekularsiebe (Molsiebe): Lösungsmittel fast aller Arten können auch mit geeigneten Molsieben getrocknet werden. Nach der *statischen Methode* wird das Lösungsmittel mit dem

Molsieb über Nacht stehen gelassen (oder gerührt und dann filtriert). Bei der *dynamischen Methode* filtriert man das Lösungsmittel über eine mit dem Molsieb gefüllte Säule.

3Å-Molekularsiebe können mit 100-200 g/L jedes gängige Lösungsmittel *außer Aceton* genauso gut oder deutlich besser als ein Destilliergerät trocknen. Eine Flasche mit Sieben/Lösungsmittel ist auch weitaus weniger feuergefährlich und viel billiger in der Wartung als Destilliergeräte (keine Argon- oder Wasserleitungen). Leider werden die Siebe mit Wasser gesättigt versandt und müssen vor der Verwendung getrocknet werden. Molsiebe nehmen bis 120 Grad Celsius Wasser auf, so dass ein herkömmlicher Trockenofen dieser Aufgabe nicht schafft. Zur Aktivierung wird am einfachsten das Molsieb in einem Schlenk-kolben in einem 300°C-Ofen über Nacht gelassen; oder das Molsieb im Vakuum hoch erhitzt, abgekühlt und über ein Trockenrohr belüftet. Alternativ kann es auch [in der Mikrowelle](#) aktiviert werden (doch: Haushalts-Mikrowelle!).

1. Für 3 Å oder 4 Å Molekularsieben wiegt man 50-55 g Molekularsiebe in einem 250-mL-Rundkolben mit großem Schliff. (Der Kolben muss auf die Seite gelegt werden können).
2. Legen Sie den Kolben abseits der Mitte in den Mikrowellenherd und erhitzen Sie 2 Minuten lang bei 50 % Leistung erhitzen.
3. VORSICHT! WÄRMEHANDSCHUHE TRAGEN, DA DER KOLBEN SEHR HEISS IST! Nehmen Sie den Kolben heraus und wirbeln Sie die Siebe etwa 30 Sekunden lang umher (es kann eine Menge sehr heißer Wasserdampf austreten).
4. Erneut 2 Minuten lang bei 50 % Leistung erhitzen.
5. VORSICHT! WÄRMEHANDSCHUHE! Nehmen Sie den Kolben heraus und wirbeln Sie die Siebe etwa 30 Sekunden lang umher (es kann sehr heißer Wasserdampf austreten). Wischen Sie Wassertröpfchen im Kolbenhals mit einem Papiertuch ab.
6. Schließen Sie einen gut gefetteten Vakuumadapter an und setzen Sie den Kolben unter Hochvakuum. Während die Siebe unter Vakuum stehen, entfernen Sie Wasser(dampf) aus der Mikrowelle.
7. Schwenken Sie die Siebe unter Vakuum, bis keine Kondensation mehr sichtbar ist und halten Sie das Vakuum aufrecht, bis die Siebe wieder Raumtemperatur erreicht haben und das Vakuum auf seinen Minimalwert gesunken ist (5-10 Minuten). Dann den Kolben mit Stickstoff auffüllen und den Vakuumadapter entfernen.
8. Wiederholen Sie die Schritte 2-7, indem Sie zunächst 3 und dann 2 Minuten lang aufheizen, bis nach dem Aufheizen kein Wasser mehr sichtbar ist.
9. Nach der letzten Vakuumrunde wird der Rundkolben wieder mit Stickstoff gefüllt und die Molekularsiebe unter Stickstoff verschlossen gehalten.
10. Testen Sie die Aktivität der Molekularsiebe: Nehmen Sie eine Perle in die Hand und geben Sie einen Tropfen Wasser hinzu. Ordnungsgemäß getrocknete Molekularsiebe sollten sich erwärmen, wenn Wasser hinzugefügt wird.

Metallisches Natrium als Trockenmittel wird vor dem Einlegen von Krusten befreit (Schutzbrille!). Eine effektive Methode der Trocknung von Kohlenwasserstoff- und Ether-Lösungsmitteln ist die *Ketyl-Trocknung*, bei der metallisches Natrium in Gegenwart von kleinen Mengen Benzophenon in Lösungsmittel-Umlaufapparaturen verwendet wird.

Durchführung

Kontrollierte Zugabe von Reagenzien (auch bei Quenching)

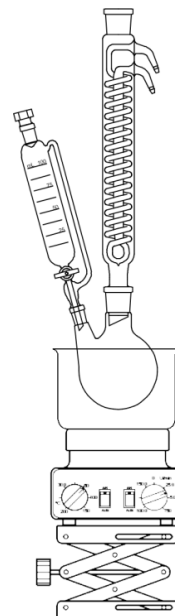
Bevor Sie einfach A zu B kippen, fragen Sie sich zuerst:

Was passiert wenn der erste Tropfen von A auf die volle Menge von B trifft?

Im chemischen Labor ist die präzise und kontrollierte Zugabe von Reagenzien oft entscheidend für den erfolgreichen Verlauf schneller chemischer Reaktionen.

Dies betrifft insbesondere Reaktion die sehr **exotherm** verlaufen und bei höheren Temperaturen unerwünschte Nebenprodukte entstehen lassen. In diesem Fall sollte die Zugabe langsam erfolgen.

Ein gängiges Gerät zur kontrollierten Zugabe von Flüssigkeiten/Lösungen ist der **Tropftrichter**, alternativ kann bei kleineren Mengen auf eine Spritzenpumpe zurückgegriffen werden. Bei der Verwendung des Tropftrichters wird je nach Reaktionsanforderung ein Mehrhalskolben verwendet, sodass ohne Umbau der Apparatur eine Zugabe über den Tropftrichter sowie (späteres) Erhitzen zum Rückfluss möglich ist. Das Druckausgleichrohr sollte bei geneigtem Aufbau (siehe Bild) nach oben ausgerichtet werden, da sonst Flüssigkeit beim Zutropfen dort hineinlaufen kann. Für die Zugabe wird der Auslasshahn vorsichtig so eingestellt, dass die Zugabe tropfenweise in der gewünschten Geschwindigkeit erfolgt.



Kontrollierte Zugabe kann auch dazu dienen, die **Stoichiometrie** innerhalb eines Reaktionsgemisch anders einzustellen, als bei der einmaligen Zugabe der ganze Menge eines Reagenz. Dies betrifft oft organometallische ($R[M]$) oder andere hochreaktive Spezies die *in situ* generiert sind und zunächst weiterreagieren sollen. Oft generiert eine tropfenweise Zugabe der $R[M]$ zu einem zweiten Reagenz (zB. Elektrophil: d.h. **das Elektrophil ist immer in großem Überschuss**) ein ganz anderes Produktgemisch, als eine tropfenweise Zugabe des Elektrophils zur $R[M]$ (wobei die **$R[M]$ immer in großem Überschuss wäre**), oder ein gleichzeitige tropfenweise Zugabe des $R[M]$ und des Elektrophils in ein Lösungsmittel (1:1 Stoichiometrie während der ganzen Reaktion), oder ein einfaches zusammenkippen beider Lösungen (unkontrolliert).

Beim Quenchen, besonders von hochreaktiven Spezies, trifft das selbe Argument zu: Will eine Chemikerin ihr organometallisches Produkt erfolgreich quenchen, so sollte normalerweise der $R[M]$ tropfenweise in eine schnell gerührte Quench-Lösung gebracht werden: und nicht die Quench-Lösung ins $R[M]$ gekippt werden. Auch wenn das Quenchen eine potenziell reaktive Spezies freisetzt, ist dieser Punkt wichtig, da sonst das Produkt während des Quenchens zerstört wird (zB: $R-C\equiv C-Li + HC(O)NMe_2 \rightarrow [R-C\equiv C-CH(OLi)NMe_2] \rightarrow$ Quenchen: Freisetzung von $HNMe_2$ das dann mit dem Produkt weiterreagieren kann $\rightarrow Me_2N(R)C\equiv C-CHO$).

Verschiebung des Gleichgewichts: Wasserabscheider

Bei Gleichgewichtsreaktionen wie Kondensationen kann die Lage des Gleichgewichts (GGW) durch Entzug von (Neben-)Produkten in Richtung des Produkts verschoben werden. Beispiele dafür sind Entzug von Wasser bei Kondensation (z.B. durch Wasserabscheider, **Molsieb**, etc.) oder die Finkelstein Reaktion (Produkt fällt aus und wird dadurch dem GGW entzogen).

Verwendung des Wasserabscheiders

Ein Wasserabscheider im chemischen Labor, oft als Dean-Stark-Apparat bezeichnet, dient dazu, Wasser aus Reaktionsgemischen zu entfernen um das Reaktionsgleichgewicht zugunsten des Produkts zu verschieben. Dies trifft insbesondere bei Gleichgewichtsreaktionen bei denen Wasser als Nebenprodukt entsteht, wie beispielsweise bei Säure-katalysierten Veresterungen. Es funktioniert nach dem Prinzip von *azeotropen Destillation*, um Wasser kontinuierlich aus einer Reaktionsmischung zu entfernen.

Funktionsweise

1. Erhitzen des Reaktionsgemisches: Das Reaktionsgemisch wird zum Sieden gebracht, wodurch sowohl das organische Lösungsmittel als auch das Wasser **zusammen** verdampfen als Azeotrop in eine gewisse Verhältnis.

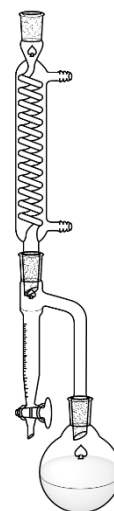
2. Kondensation der Dämpfe: Der Dampf steigt auf und gelangt in einen Kühler, wo er kondensiert und als Flüssigkeit in den Wasserabscheider tropft.

Obwohl LM und Wasser zusammen verdampfen und in die Gasphase übergehen, sind sie in der Flüssigphase nicht mehr perfekt mischbar, *deswegen*:

3. Phasentrennung: Im Wasserabscheider trennen sich Wasser und organisches Lösungsmittel in zwei Phasen, orientiert nach ihren Dichten. (*Tipp: ist die Phasengrenze nur schwer erkennbar, kann die wässrige Phase mit einem Tropfen Lebensmittelfarbe angefärbt werden*).

4. Rückführung des Lösungsmittels: Während kontinuierlicher Verdampfung, sammelt sich typischerweise das Wasser progressiv am Boden des Abscheiders, während das organische Lösungsmittel aufsteigt und schließlich zurück in den Reaktionskolben fließt, während das Wasser im Abscheider zurückbleibt. (*Tipp: damit Lösungsmittel direkt zurück in die Reaktion fließen kann, füllt man den Wasserabscheider vor Reaktionsbeginn mit dem Lösungsmittel bis zur Kante auf*).

Der Wasserabscheider ermöglicht nicht nur den Entzug von Wasser, sondern auch die Beobachtung des Reaktionsfortschritts durch die Volumenmarkierungen. Sobald kein weiteres Wasser mehr abgeschieden wird, ist die Reaktion beendet.



Chromatographie

Hintergrund

Die Chromatographie ist eine der allerwichtigsten Methoden der analytischen und organischen Chemie. Jede gute Organikerin braucht solide theoretische Kenntnisse und praktische Erfahrung in den alltäglichen chromatographischen Methoden.

Chromatographie wird eingesetzt um Mischungen von Substanzen, wie z.B. nicht aufgereinigte Reaktionsgemische (eng. „crude products“) voneinander zu trennen. Die Trennung kann entweder **Analytisch** (z.B. DC) oder **Preparativ** (z.B. "Flash" Säulenchromatographie) erfolgen; das Prinzip dabei ist immer das selbe. Das Verfahren basiert auf dem Prinzip der unterschiedlichen Wechselwirkungen von Substanzen mit einer stationären und einer mobilen Phase, was zu einer Trennung der einzelnen Verbindungen durch unterschiedliche Laufgeschwindigkeiten über die stationäre Phase führt.

In der Chromatographie wird grundlegend zwischen zwei Arten von „Phasen“ unterscheiden - **Normal-Phase**, was wir im OC Grundpraktikum benutzen, oder **Reverse-Phase**. Die Art der Phase gibt dabei welche Polarität jeweils die stationäre und mobilen Phase besitzen.

Normal-Phase-Chromatographie

Bei der **Normal-Phase**, wird eine **polare stationäre Phase verwendet, meist Kieselgel (eng. "silica gel") oder Aluminiumoxid ("Alox")**. Dies sorgt dafür, dass polare Substanzen stärker mit der stationären Phase interagieren und schwerer eluiert werden ("über die stationäre Phase laufen"). Die mobile Phase, auch Laufmittel genannt, basiert in der Regel auf einem unpolaren Lösungsmittel (zB Hexan oder Dichlormethan), welches meist mit Teilen von polareren Lösemitteln (zB Ethylacetat oder Methanol) versetzt wird, um die Substanzen schneller von der stationären Phase zu eluieren.

Das Trennprinzip der Normalphase beruht darauf, dass polare Substanzen stärkere polare Wechselwirkungen mit der polaren stationären Phase eingehen und sich deshalb langsamer über die Säule bewegen. Unpolare Substanzen hingegen "laufen schneller", da sie weniger Wechselwirkungen mit der stationären Phase ausbilden. Dadurch werden die einzelnen Substanzen der Probe basierend auf ihrer Polarität getrennt, indem sie nacheinander von der stationären Phase eluiert und fraktioniert werden. Die Rolle des polareren Lösemittels besteht darin, dass dieses ebenfalls mit der stationären Phase und den Substanzen in Wechselwirkung treten kann und dadurch die Wechselwirkungen zwischen stationärer Phase und Substanzen reduziert. Als Folge bewegen sich sowohl die unpolaren, als auch die polaren Substanzen schneller über die stationäre Phase (Elutionswirkung), da die Affinität zu dieser sinkt. Die Stärke der Elutionswirkung einzelner Lösemittel kann der **elutropen Reihe** entnommen werden. *Achtung:* die Zugabe von polarem Lösemittel sorgt **nicht** nur dafür, dass polare Substanzen *schneller als* unpolare Substanzen eluiert werden! Substanzen jeglicher Polarität sind davon betroffen ohne Umkehr in den relativen Laufeigenschaften.

Dünnschichtchromatographie (DC)

In der OC ist die Dünnschichtchromatographie (DC) hauptsächlich **(1) zur Reaktionskontrolle und (2) zur Auswertung der Fraktionen bei der Säulen qualitativ verwendet**, als eine schnelle und kostengünstige Methode zur Auftrennung von Substanzmischungen. Exzellente Anleitungen zur Durchführung finden Sie zB auf [Not Voodoo](#), [Youtube](#), usw. **Eine Schritt-für-Schritt-Anleitung zur DC ist in der Grundoperation G4 enthalten.**

Die stationäre Phase (Kieselgel oder Aluminiumoxid) ist bei der DC auf einem Trägermaterial, wie Aluminium, Glas, oder Plastik aufgetragen. Der Probenauftrag („tupfeln“) erfolgt auf der Grundlinie einer zugeschnittenen DC-Platte in Form von kleinen Punkten (engl. „Spots“).

Der Probenauftrag soll den kleinst möglichen Spot geben (1-2 mm): benutzen Sie ein nichtpolares LM (oder: verdünnen mit Hexan, mini-Quench, usw) und spotten mehrmals klein statt einmal groß.

Die DC-Platte mit den aufgetragenen Proben wird dann aufrecht in ein Laufmittelreservior gestellt, wobei der **Laufmittelfüllstand unter der Grundline liegen muss**, sonst löst sich der Spot von der Platte. Durch die Kapillarkraft läuft das Laufmittel die DC hoch und zieht dabei die Substanzen in Laufrichtung mit, wobei die unterschiedliche "Laufgeschwindigkeiten" der Substanzen führen zu deren Trennung. Dies wird in einer geschlossenen vaporgesättigten Kammer durchgeführt um eine nicht-reproduzierbares bzw. räumlich ungleiches Verdampfen der Lösemittelfront zu verhindern (Pentan, Hexan, CH_2Cl_2 und Et_2O Verdampfen).

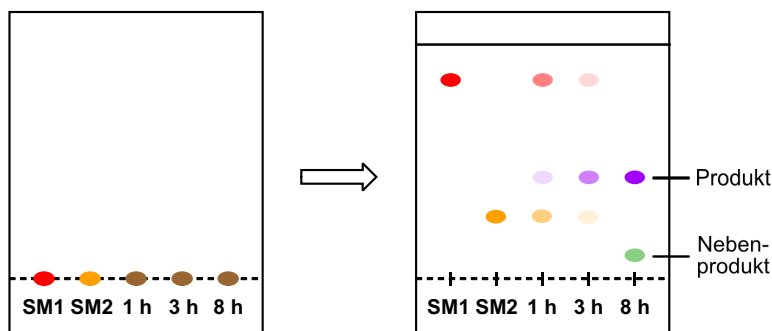
Die „Spots“ können dann mit Hilfe einer **UV-Lampe** (250 nm für allgemeine Absorption; seltener 360 nm für Fluoreszenz) oder diversen „**Stains**“ (KMnO_4 , Vanillin, CAM, Seebach, Ninhydrin, I_2 , usw.) sichtbar gemacht werden ([Stains McMaster \[gut!\]](#), [Stains NotVoodoo](#)). Aus dem Verhältnis der zurückgelegten Strecke einer Substanz und der Lösemittelfront lässt sich der Retardationsfaktor (R_f -Wert) dieser Substanz wie folgt berechnen:

$$R_f(\text{Substanz}) = \frac{\text{Laufweg der Substanz}}{\text{Laufweg der Lösemittelfront}}$$

Der R_f -Wert ist eine wichtige Größe einer Substanz und ist bei identischen Chromatographiebedingungen (stationäre Phase, mobile Phase, Temperatur, pH-Wert, etc.) theoretisch immer gleich (immer im Protokoll geben, zB $R_f = 0.32$, 2:1 Hexan:Ethylacetat).

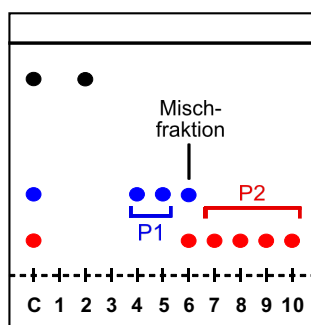
Kurzanleitung - Reaktionskontrolle per DC:

Bei der Reaktionskontrolle per DC wird das Startmaterial oder die Startmaterialien als Referenz(en) gegen die Reaktionslösung aufgetragen. So kann nach einer gewissen Reaktionszeit ein kleines Volumen der Reaktionslösung entnommen, durch einen "**mini-Quench**" aufgearbeitet werden, dann die organische Phase auf die DC aufgetragen und gegen die Referenzen laufengelassen werden. Hebt man sich in separaten Gefäßen etwas von den Tüpfelproben der einzelnen Zeitpunkte auf, so kann man diese zusammen auf eine DC auftragen und damit den Reaktionsverlauf visualisieren. Es ist von Vorteil, wenn dabei von jeder Probe ungefähr das gleiche Volumen aufgetragen wird. Nachstehend ist ein Beispiel für eine Reaktionskontroll-DC zu drei Zeitpunkten (1 h, 3 h, 8 h) für eine Reaktion mit zwei Startmaterialien (SM), welche zu einem Produkt und dann einem Nebenprodukt reagieren:



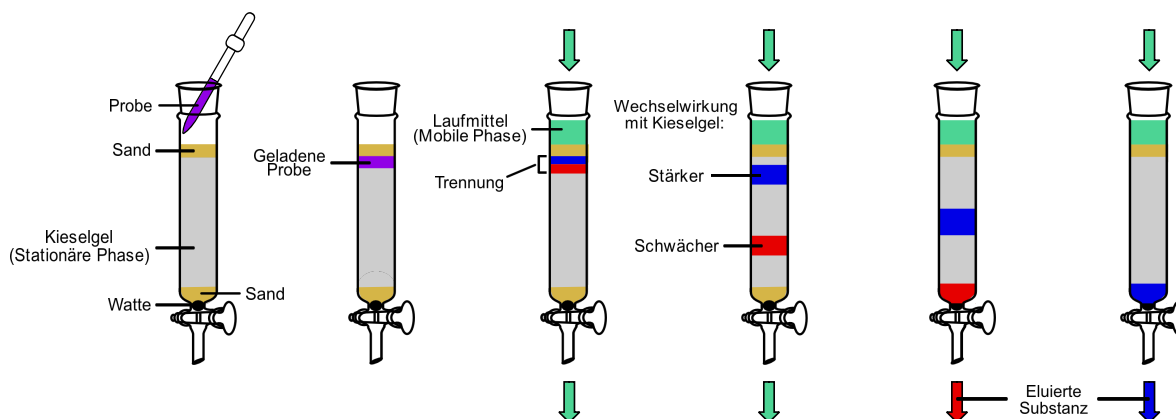
Kurzanleitung - Auswertung der Fraktionen bei der Säulenchromatographie per DC:

Um den Fortschritt bei der Durchführung einer Chromatographiesäule zu kontrollieren, wird das unaufgereinigte Reaktionsgemisch („crude“, C) gegen die eluierten Fraktionen aufgetragen. Damit lässt sich erkennen, in welchen Fraktionen welche Produkte sind.



Säulenchromatographie

Die Säulenchromatographie, ist für den Labormaßstab die meistverwendete Aufreinigungs- und Trennmethode in der organischen Chemie. Mit ihr können einzelne Substanzen aus komplexen Reaktionsgemischen mit hoher Trennleistung isoliert werden. In einer Glassäule ist die stationäre Phase (Kieselgel oder Aluminiumoxid) enthalten, durch die die mobile Phase aus einem darüber liegenden Reservoir hindurchfließt und dabei die aufgetragenen Substanzen in Laufrichtung mitzieht.



Das Laufmittelgemisch kann dabei rein durch Gravitation durch die Säule bewegt werden (gravimetrischen Säulenchromatographie) oder mit Druck durch die Säule gedrückt werden („Flash“-Säulenchromatographie.), was die Trennzeit deutlich verringert. Die **Auswahl des Laufmittelgemisches** finden Sie auf die nächste Seite. *Achtung:* Anders als bei der DC, kann bei der Säulenchromatographie das Laufmittelgemisch während der Trennung in Form eines Gradienten verändert werden, anstatt ein konstantes Eluent zu verwenden. Richtig gemacht sind **Gradienten immer performanter und schneller** als konstante Eluenten - zum testen!

Eine Schritt-für-Schritt-Anleitung zur Säulen ist in der Grundoperation G4 enthalten.

Die folgende Tabelle fasst die wesentlichen Parameter sowie nützliche Tipps und Tricks für eine erfolgreiche Durchführung einer Chromatographiesäule zusammen.

Säulenchromatographie Cheat Sheet	
Menge an Kieselgel:	Je nach Trennung das 25 bis 100-fache des Gewichts des „crude products“ (im OC GP: standardmäßig 50-fach). Bei einer leichter Trennung sollte weniger, und bei einer schweren Trennung mehr Kieselgel verwendet werden. Der Toleranz hier ist aber sehr groß ($>\pm 50\%$), d.h. den Kieselgel <u>nicht</u> Gramm-genau auswiegen.
Dichte Kieselgel:	$\sim 0.5 \text{ g/mL}$: Kieselgel kann so volumetrisch abgemessen werden.
Größe der Säule:	Wichtig! Je mehr "crude" zu trennen ist, desto breiter muss die Säule sein, egal wie schwer oder leicht der Trennung sei. Aber, je schwerer die Trennung ist (siehe DCs), desto länger sollte die Kieselgelsäule sein. <i>Für unsere OC GP Prepare können Sie die Säule so auswählen, dass diese zu $\sim 50\%$ mit Kieselgel gefüllt ist als richtige Menge; dies ist aber keine Regel.</i>
Fraktionsvolumen:	Volumen an Kieselgel (= "Säulenvolumen") $\times 0.25$. <i>Ausnahmen:</i> Am Anfang größere; aber wenn Produktbänder beginnen durch den Hahn dann kleinere (Fraktionen schnell wechseln bevor, während, und nach dem Anfang eines Bands).
Probenauftrag:	In so wenig LM wie möglich (gute Löslichkeit!), und möglichst ein LM(-gemisch) mit geringer Elutionskraft auswählen (z.B. Chloroform anstatt Ethylacetat). In glücklichen Fällen kann man hier einfach das Start-Eluent verwenden.
Gradient:	Maximal 25% Änderung des Gradienten pro Säulenvolumen
Vermeiden:	Luft in die Säule zu kriegen ("trocken laufen")
Reinheit:	Trituration ihrer Produkte nach der Säule (zB Pentan oder Hexan)

Auswahl des richtigen Laufmittels ("Eluents")

Als Laufmittelsystem oder "Eluent" (eng. „solvent system“) bezeichnet man die Mischung aus Lösungsmitteln, die als mobile Phase in der DC oder Säule eingesetzt wird. Ein Eluent kann dabei aus einem, zwei oder mehr Lösungsmitteln bestehen: zB 100% Diethylether; 5:1 Hexan:Ethylacetat; oder "EBAW" (80:10:5:5 EtOAc:*n*-BuOH:AcOH:H₂O). Sowohl die Wahl des Eluents als auch das Verhältnis der einzelnen Lösungsmittelkomponenten müssen für jedes Substanzgemisch individuell angepasst werden, um eine optimale Trennung der Substanzkomponenten zu gewährleisten.

Als Vorbereitung für Säulenchromatographie wird immer DCs verwendet um ein Laufmittelgemisch zu finden, bei welchem das **gewünschte Produkt ungefähr einen R_f-Wert von 0.3 hat** (bei schwierigen Trennungen 0.1) und Verunreinigungen wie Startmaterialien, Nebenprodukte, etc. weit entfernt sind (am besten, weniger mobil). **Die Ergebnisse einer Normal-Phase DC lassen sich meist gut auf die Normal-Phase Säule übertragen** (aber: halogenierte LM oft "treiben schneller" auf die Säule als bei DCs; siehe auch *Löslichkeit*).

1. Elutionskraft (Elutrope Reihe) je nach Lösungsmittel

Die Elutrope Reihe stellt die **Elutionskraft** eines LM vor; d.h. seine relative Kapazität eine allgemeine organische Substanz von der Grenzfläche des Normal-Phase Kieselgels bis ins Schüttgutvolumen zu bringen, und so mittels seines Durchflusses "laufen zu lassen".

Substanz	Elutionskraft	Substanz	Elutionskraft
<u>n-Hexan</u> (Hex)	0.00	<u>Dimethylsulfoxid</u>	0.62
<u>n-Pentan</u>	0.00	<u>Acetonitril</u> (MeCN)	0.65
Cyclohexan (Cy)	0.04	<u>Pyridin</u>	0.71
<u>Toluol</u>	0.29	Isopropanol	0.82
<u>Benzol</u>	0.32	<u>Ethanol</u>	0.88
<u>Diethylether</u>	0.38	<u>Methanol</u>	0.95
<u>Chloroform</u>	0.40	Essigsäure	>
<u>Dichlormethan</u> (DCM)	0.42	<u>Wasser</u>	>>
Tetrahydrofuran	0.45	<i>manchmal können spezifische Wechselwirkungen zwischen Substanz & Oberfläche durch spezifische Eluentteile beeinflusst werden, zB NEt₃. Solche Eluentteile können der Elutionskraft stark und Substanz-spezifisch beeinflussen.</i>	
<u>Aceton</u>	0.56		
<u>Dioxan</u>	0.56		
<u>Ethylacetat</u> (EtOAc)	0.58		

Die gängigste Eluententeile für Normal-Phase sind in Fettschrift markiert.

Gemische von Lösungsmitteln zeigen Elutionskräfte zwischen denen der reinen LM, und z.B. ist 1:3 Ethylacetat:Hexan deutlich elutionsstärker als 1:3 Ethylacetat:Hexan.

2. Benötigte Elutionskraft je nach Verbindung

Erfahrungswerte sind hier wichtig, jedoch lassen sich die Laufeigenschaften einer Verbindung und die daher benötigte Elutionsstärke des Eluents in den meisten Fällen gut von dessen chemischer Struktur ableiten. Ein besonderes Augenmerk sollte man dabei auf die funktionellen Gruppen und das Dipolmoment einer Verbindung legen. Hat man sich für ein Laufmittelsystem und ein Lösemittelverhältnis entschieden, führt man damit eine DC von dem aufzureinigenden Reaktionsgemisch durch, um die Trennung mit diesem Eluent zu evaluieren.

3. Richtig Säulen durch optimale Eluentaushwahl

Generell lohnt es sich vor der Säule mehrere Laufmittelgemische per DC zu testen denn: **(1) DCs kosten nicht viel Zeit und Geld** - die Laufmittelgemische können alle parallel getestet werden, DCs brauchen nur ~10 mL LM, und wenn eine scheitert kann sie innerhalb von 5 Minuten wiederholt werden; **(2) Säulen kosten viel mehr Zeit und Geld** (für Anfänger und auf der Skala im OC GP rechnen wir mit ~500 mL Lösungsmittel, ~ 50 g Kieselgel, ~1-2 Std.

Laufzeit, und ~1 Std. Aufarbeitungs- und Roti-Zeit): und bei einer schlechten Trennung muss die gesamte Säule inklusive Vor- und Nachbereitung wiederholt werden (was zu einem unglücklichen Nachmittag führt ;)); **(3)** durch mehrere DCs findet man nicht nur das *effizientste Säuleneluent* (spart Zeit und LM-Menge bei der Säule), sondern kann auch unterschiedliche **Stains** testen, was sehr hilfreich für die spätere Aufarbeitung der Säulenfraktionen sein kann.

Gängige Laufmittelsysteme
Hexan
5:1 - 1:1 Hex:Ethylacetat
10:1 - 1:1 Hex:Dichlormethan
10:1 - 1:1 Pentan:Diethylether
100:1 - 20:1 DCM:Methanol
zB 5:2:1 Hex:EtOAc:DCM

Quellen für verschiedene Laufmittelsysteme: [CommonOrganicChemistry](#), [Not Voodoo](#).

Chromatographie Tipps & Hintergrund

Ziel unseres Grundpraktikums ist, dass Sie das Basiswissen der Chromatographie gut verstanden und selber ausprobiert haben (die Kapiteln oben). Das Thema geht in der praktische OC noch sehr viel tiefer. Unten haben wir einigen angrenzenden Aspekten ausgewählt; viel mehr können Sie im Internet (zB [Not Voodoo](#)), praxis-orientierten Lehrbüchern (Organikum, Brückner), von ihren Assistenten, oder durch Praktika erfahren.

1. Gradienten - zum selber probieren!

Bei der Säulenchromatographie ist es sinnvoll, mehrere Eluenten nacheinander durch die Säule zu führen, damit die Komponenten eins nach dem Anderen am effektivsten ausgetrieben werden (anstatt ein konstantes Lösungsmittelgemisch zu verwenden, welches normalerweise nur für ein oder zwei Komponenten effektiv wirkt). **Bitte selber probieren, auch wenn es im Skript nicht explizit angefordert ist!**

Am besten wird das Laufmittelgemisch während der Trennung in Form eines **Gradienten** verändert. Dabei erhöht man schrittweise den Anteil der polaren Komponente des Laufmittelgemischs beim jeden neuen Auffüllen des Laufmittelreservoirs. Dies ist hilfreich um (1) die Trennleistung zu erhöhen (da unpolare Substanzen zuerst eluiert werden, ohne dass das Produkt mit von der Säule kommt; nur danach wird das Produkt mit einem kräftigeren Eluent eluiert), und (2) den Lösemittelverbrauch zu reduzieren.

Hier sind große Veränderungen der Eluentensysteme zu vermeiden, d.h. nur schrittweise Änderungen der Polarität / Zusammensetzung, besonders wenn eine nasse LM-Komponente (wie MeOH) neu eingeführt wird, wo vorher alle LM-Komponenten relativ trocken waren (Hexan, Et₂O, DCM, EtOAc).

Verlaufsbeispiel für ein Produkt mit $R_f = 0.35$ in 2:1 Hexan:Ethylacetat: (1) Probenauftrag in 2 mL reinen CHCl₃; dies im Sandbereich einziehen lassen. (2) Mit 2 mL CHCl₃:Hexan nachspülen. (3) Ein oder zwei Säulenvolumen reines Hexan durchlaufen lassen ("Vorlauf", Nebenprodukte). (4) Dann jeweils ein Säulenvolumen Hexan:Ethylacetat 20:1, 10:1, 5:1, 3:1, 2.5:1, 2:1 (der Gradient). Das Produkt wäre oft während des 3:1 bis 2:1 Bereichs zu erwarten.

2. Andere Lösungsmittelfaktoren

Dampfdruck: Der Eluent muss meistens verdampft werden um die DC zu "lesen" oder um präparativ getrennte Produkte nach der Säule zu trocknen. Daher sind **leicht siedende LM** als Eluenten bevorzugt. *Allerdings sind Pentan, Et₂O, und andere LM mit hohen Dampfdruck bei Raumtemperatur oft schwierig einzusetzen, vor allem im SoSe, weil diese eine zu hohe Tendenz haben zu verdampfen (während DCs), oder "Risse" in Säulen zu machen.*

Löslichkeit: Den Eluent für das gewählte chromatographischen Verfahren muss in der Lage sein, alle zu trennende Substanzen **perfekt** zu lösen (überlegen Sie sich was das bedeutet im Fall der DC oder Säule!) - sonst sind die Substanzen nicht sauber trennbar. Deswegen können

z.B. Chloroform oder Toluol bei der Trennung von manchen Aromaten gut funktionieren. Et₂O der sonst eine ähnliche *Elutionskraft* hat wirkt bei Aromaten oft nur weniger *lösend*.

Wasser: LM die relativ viel Wasser beinhalten können schwierig sein, denn auch ein sehr niedriger Wasserinhalt kann wegen seiner starken Elutionskraft zu einer krassen **Verschmierung der Spots führen**. (Wasser bildet die besten Wechselwirkungen mit der Kieselgeloberfläche, deswegen verdrängt es fast jede Verbindung von der stationäre Phase, *solange* der Löslichkeit in der mobilen Phase ausreicht um diese zu lösen.)

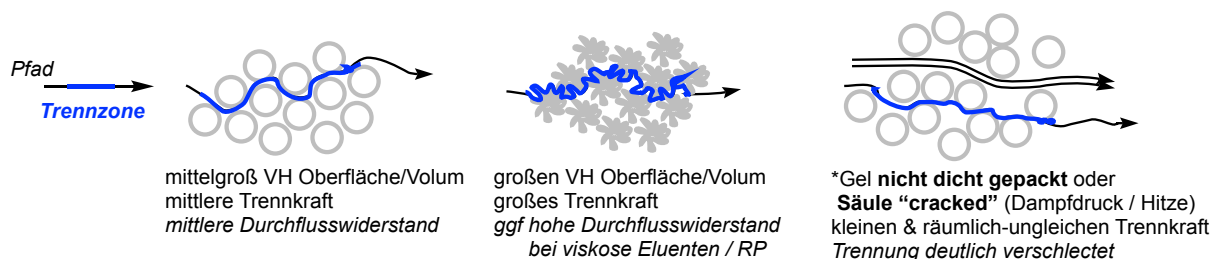
3. Richtig Säulen durch Additive

Kieselgel kann leicht sauer sein (-Si-OH Oberfläche), was dazu führt, dass basische Amine auf der Säule protoniert werden und nur schwer wieder eluiert werden können. Um diesem Problem entgegenzuwirken, kann dem Laufmittel sowohl beim Aufschlännen des Kieselgels als auch später während des Säulens eine kleine Menge Triethylamin (0.3–3%) zugesetzt werden, um das Kieselgel zu neutralisieren. Dieser Trick ist auch hilfreich für säurelabile Verbindungen. Saure Verbindungen, wie solche mit Carboxygruppen, bewegen sich schlecht über die Säule, wenn sie in ihrer deprotonierten Form vorliegen. Diesem Problem kann man durch die Zugabe kleiner Mengen an Säure (z.B. AcOH oder HCO₂H) zum Laufmittelgemisch entgegenwirken (NEt₃, AcOH, und HCO₂H lassen sich später einfach abrotieren). Andere Zutaten die stark mit Kieselgel interagieren können auch eingesetzt werden (Wasser usw.).

Für Aluminiumoxid sind diese Themen noch wichtiger, weil es kontrolliert hergestellt wird um unterschiedliche pH-Werte zu erhalten ("acid", "base", "neutral"), und es hat einen definierte Hydratationsgrad bei der Anlieferung (~wasserfrei bis ~nass). Diese Faktoren beeinflussen die Laufeigenschaften der Verbindungen stark und oft wird Wasser kontrolliert zugegeben, um die Reproduzierbarkeit zu erhöhen.

4. Mesoskopische Faktoren - Verpackung der Säule, Risse, usw

Chromatographie ist ein **Oberflächen-basiertes Trennprinzip** - die Trennung erfolgt nur genau an der molekularen Grenzfläche zwischen stationärer Phase und Eluent (blau markiert im Diagramm). Je höher das *Oberflächen-zur-Volumen Verhältnis* (d.h. sehr gefaltete Oberfläche) ist, desto besser ist die Trennkraft. Auch mit sehr gefaltetem Kieselgel kommt die Mehrheit des Gewichts von der Volumen und nicht von der Oberfläche; weshalb eine deutlich größere Menge an Kieselgel gebraucht wird, als die Menge des Analyten der zu trennen ist.



Bis in die 2010er hat die Trennkraft des Gels sehr nach Hersteller variiert, weil das O/V Verhältnis sehr von den Herstellungsbedingungen abhängt. Allerdings ist der Trennkraft der Gel neuerdings deutlich gestiegen, sodass der alte Schlüssel "1 g Analyt braucht 100 g Kieselgel" in manchen Fälle wegfällt (zB für "einfache Trennungen" kann 1:25 eingesetzt werden; siehe unten).

Achtung: auch mit gutem, teurem Gel kann eine Säule nur wenig Trennkraft liefern, wenn der Gel nicht so *dicht wie möglich gepackt* ist, und auch so während dem Verlauf bleibt. Jede Blase oder Riss in der Säule ist ein wechselwirkungsfreier Pfad für einen Teil der Moleküle, d.h. keine Trennkraft in dieser Zone plus ungleichmäßige Trennung je nach Ort in der Säule (siehe Diagramm; *Risse von Dampfdruck oder vom trocken laufen*). Ihre Assistenten zeigen wie eine gute Verpackung ohne Blasen zu erreichen ist (Aufschlännen), wie Risse vermieden oder minimiert werden können, und andere praktische Probleme und Lösungen beim *Aufbau und Packen*.

Reverse-Phase-Chromatographie und HPLC

1. Reverse-Phase Allgemein

Bei der **Reverse-Phase** ist das Trennprinzip genau umgekehrt als bei Normal-Phase. Eine unpolare stationäre Phase wird verwendet, welche meist aus mit Kohlenwasserstoffen komplett beschichtetem Kieselgel besteht (zB langkettig wie C₁₈; kurzkettig wie C₈; aromatisch wie Phenyl; oder auch *funktionalisierte* Ketten zB mit Amine/basisch, -CN, usw). Funktion des Kieselgels ist hier nur als *robuste Träger der Beschichtungsphase*, sodass diese Beschichtung eine großes Oberflächen-zur-Volum Verhältnis bekommt). Die mobile Phase besteht hierbei aus einem polaren Lösemittel (meist Wasser), welches bei Bedarf mit unpolaren Lösemitteln (Methanol oder Acetonitril) versetzt wird. Das Trennprinzip beruht hierbei ungefähr darauf, dass unpolare Substanzen "stärkere unpolare Wechselwirkungen" mit der unpolaren stationären Phase eingehen und deshalb langsamer eluiert werden; polare Substanzen, die schwächere Wechselwirkungen mit der stationären Phase ausbilden, werden schneller eluiert.

Reverse-Phase Gel ist in der Regel zwischen 10-100-fach teurer als Normal-Phase. Wegen der viel höhere Viskosität von Wasser gegenüber Hexan braucht Reverse-Phase Chromatographie ca. 10 fach höheren Eluentdruck um ähnliche Flussraten zu erreichen; oder, bei gleichen Druck ist Reverse-Phase ein viel langsames Trennverfahren. Deswegen **kommt bei der manuell/händisch durchgeführten Säulen-/Dünnschicht-chromatographie im BSc/MSc fast ausschließlich die Normal-Phase zum Einsatz.**

Aber in Ausnahmefällen, wie bei sehr polaren Verbindungen, kann eine manuelle präparative Trennung per Reverse-Phase von Nöten sein; Reverse-Phase DCs sind auch in manchen Forschungsbereiche gängig; und HPLC ist ein sehr gängiger Einsatzbereich der Reverse-Phase Trennung.

2. HPLC Allgemein

Die Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) **ist der "Go-To" Standard für analytische sowie präparative Trennungen** in der feinchemischen Industrie und akademischen Forschung (Chemische Biologie, Pharma, Med Chem, Totalsynthese, usw.).

HPLCs sind zu teuer und die Gerätekunde ist zu komplex für einen regelmäßigen Einsatz in unserem OC Grundpraktikum, aber wir haben einige Versuche geplant wo eine optionale analytische HPLC eingesetzt werden kann; dieses ist im Skriptum gekennzeichnet. Wir empfehlen stark, dass Studenten die sich für eine spätere fortgeschrittene Ausbildung in der organische Synthese interessieren schon jetzt diese Einführungsmöglichkeit nutzen.

HPLC Trennsäulen sind aus Metall, sodass sie einen sehr hohen Druck erlauben. Dies wird gebraucht um die mobile Phase, meistens viskose wässrige Gemische, durch die sehr eng zusammengepackte stationäre Phase mit sehr gefalteter Oberfläche zu pumpen, und damit ein optimale Trennung zu ermöglichen. Man kauft die schon fertig-gepackten Säule mit der richtigen stationäre Phase, und verwendet sie solange man kann (~1500€/Stück).

3. Analytische HPLC-(MS): Verlauf

Die HPLC ermöglicht die effektive Trennung, Identifizierung und Quantifizierung von Substanzen in komplexen Gemischen.

(1) Probenaufgabe: Die zu analysierende Probe wird in die HPLC-Anlage injiziert (typ. 10 µL von ein ~200 µM Lösung) und mit der mobilen Phase vermischt. (2) Transport durch die Säule: Der Eluent transportiert die Probe durch die Trennsäule, die mit der stationären Phase gefüllt ist (hier: reverse-phase Säule bestehend aus *Octadecyl* funktionalisiertem Kieselgel = C₁₈ Silica). (3) Trennung der Komponenten: Innerhalb der Säule wechselwirken die einzelnen Komponenten der Probe unterschiedlich stark mit der stationären Phase, basierend auf ihren chemischen Eigenschaften wie Polarität und Molekülgröße (hier: gesamte hydrophobe Oberfläche des Moleküls). Dadurch werden sie räumlich und zeitlich voneinander getrennt. (4) **Detektion**: Die getrennten Substanzen verlassen nacheinander die Säule und werden von Detektoren erfasst, die qualitative und quantitative Informationen liefern. z.B. kann ein Diode

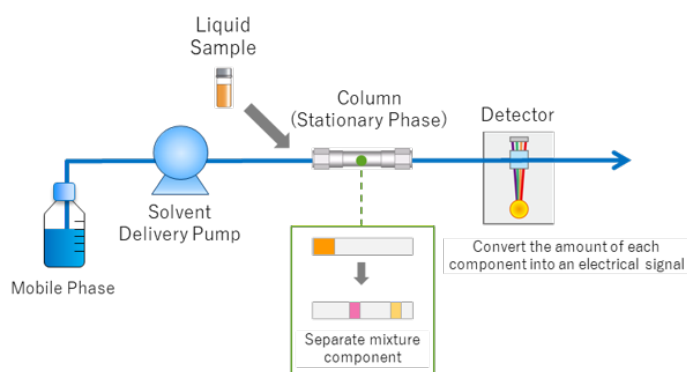
Array Detektor (DAD) für *inline* UV-Vis benutzt werden; und ein Massenspektrometer (MS) zur weiteren, orthogonalen Analyse um die Identität der Verbindungen mittels Massenspektrometrie analysieren zu können. Diese Kombination HPLC-DAD-MS ist sehr performant um Reaktionskontrolle durchzuführen und die unterschiedliche Spezies zu identifizieren und quantifizieren; oder für die Produktanalyse (Identität, Reinheit).

Probenvorbereitung: Im LC-Vial, 1 mL **Probenlösung mit ca. 0.1 mg/mL, gelöst in Methanol (nur perfekt mit Wasser mischbare LM)**.

Apolare organische LM die nicht mit Wasser mischbar sind (EtOAc, DCM, Hexan) dürfen niemals im RP-HPLC kommen!

Nur komplett gelöste Proben, keine trüben Proben oder Suspensionen (filtrieren) die die HPLC Säulen sonst verstopfen und kaputtmachen!

Schwerlösliche Moleküle im Allgemeinen (vgl. Grundoperation *Fluorophor*), sowie einige bestimmte Molekülklassen (R_4P^+ , R_4N^+ , *N*-substituierte Pyridiniumionen, usw.) sind in der HPLC sehr unerwünscht. Mehr dazu können Sie von ihren Assistenten erfahren.



GC(-MS)

Die Gaschromatographie (GC) ist eine analytische Methode zur Trennung und Analyse flüchtiger Substanzen (flüchtig bis 350 °C, bis zu $M < 400$ g/mol) in einem Gemisch. Sie basiert auf der Verteilung der Komponenten zwischen einer mobilen Gasphase (Trärgas) und einer stationären Phase innerhalb einer Trennsäule.

- (1) Probenaufgabe: Eine kleine Menge des zu analysierenden Gemisches wird in den Gaschromatographen injiziert und dann mit einem Hitzegradient verdampft.
- (2) Transport durch Trärgas: Das verdampfte Gemisch wird von einem inertem Trärgas (z. B. Helium oder Wasserstoff) durch die Trennsäule transportiert.
- (3) Trennung in der Säule: Innerhalb der Säule interagieren die Komponenten unterschiedlich stark mit der stationären Phase, basierend auf ihren physikalisch-chemischen Eigenschaften wie Siedepunkt und Polarität. Dadurch werden sie räumlich und zeitlich voneinander getrennt.
- (4) Detektion: Die getrennten Substanzen verlassen nacheinander die Säule und werden von einem **Detektor** erfasst, der ein Signal proportional zur Menge der jeweiligen Substanz erzeugt (z.B. Flammenionisationsdetektor FID, oder Wärmeleitfähigkeitsdetektor WLD).

Zusätzlich kann ein Massenspektrometer (MS) zur weiteren Analyse gekoppelt werden und die Identität der Verbindungen mittels Massenspektrometrie analysiert werden (GC-MS).

Probenvorbereitung: Im GC-Vial, 1 mL Probenlösung mit **ca. 1.0 mg/mL, gelöst in Dichlormethan**. Nur komplett gelöste Proben, keine trüben Proben oder Suspensionen (filtrieren)!

Andere Methoden der Reaktionskontrolle

„Mini-workup“ / mini-Quench

Ein Mini-Workup ist eine schnelle und vereinfachte Methode zur Reinigung und Isolierung kleiner Anteile der Reaktionsprodukte, oft verwendet zur **Reaktionskontrolle per DC, GC und HPLC** (oder auch NMR) oder zur schnellen Überprüfung einer Reaktion. Hierbei werden unerwünschte Nebenprodukte, Katalysatoren oder überschüssige Reagenzien entfernt ohne einen vollständigen Aufreinigungsprozess durchzuführen.

Typischer Ablauf

1. Überführen

Überführe eine kleine Probe deiner Reaktion in ein 1 mL Schraubdeckelgläschen, HPLC Vial, Eppendorf Mikroreaktionsgefäß („Eppi“), oder kleine Schnappdeckelgläschen. Zur Probenentnahme eignet sich eine Glaspipette. **Für DC** ist meistens ein einziger kleiner Tropfen (*via Kapillarkraft*) ausreichend. **Für GC/MS** können i.d.R. 2 Tropfen genommen werden und für NMR i.d.R. 5-10 Tropfen (*mit Pipettenkolben*).

2. Reaktionsstopp

Verdünne die Probe mit einem geeigneten organischen Lösemittel (oft Hexan oder EtOAc). Bei Verwendung einer Glaspipette einfach von oben durchspülen.

Falls nötig, füge dem Eppi/Vial nun ein geeignetes Quench-Reagenz hinzu (z.B. Wasser, verdünnte Säure/Base) zur Neutralisierung verbleibender Reagenzien. Achte darauf, dass dieser Schritt kontrolliert erfolgt, besonders wenn stark exotherme Reaktionen vorliegen.

Füge eine geeignete wässrige Waschlösung hinzu. Je nach Reaktionsbedingungen können folgende Waschlösungen sinnvoll sein: KH_2PO_4 oder HCl neutralisiert basische Reagenzien; K_2HPO_4 oder NaHCO_3 neutralisiert saure Reagenzien; Gesättigte NaCl -Lösung entfernt restliches Wasser aus der organischen Phase.

Schüttle vorsichtig und lass die Phasen sich trennen. **Die organische Phase eignet sich nun schon gut für DC- oder GC/MS-Reaktionskontrollen.** Für HPLC oder NMR, macht weiter:

3. Trocknung der organischen Phase und Lösungsmittelabtrennung

Für NMR oder bei besondere Bedarf kann die organische Phase rauspipettiert werden in ein neue Gläschen, und über einige kristalle Na_2SO_4 , MgSO_4 oder CaCl_2 getrocknet werden, ggf. die grobe Verschmutzungen mit einige Partikel Kieselgel, Aktivkohle oder Aluminiumoxid gebunden werden. Das Trocknungsmittel / Aktivkohle dann abfiltrieren (Pipettenfilter) oder die Mehrheit der organischen Phase sehr vorsichtig in eine neues Gefäß abpipettieren.

Verdampfe das organische Lösungsmittel vorsichtig unter reduziertem Druck (z.B. Rotationsverdampfer) oder, falls nur eine kleine Probe benötigt wird, kann sanftes Einblasen mit Stickstoff ausreichen. Die getrocknete Produkt dann im entsprechende LM lösen (z.B. CDCl_3 für NMR, $\text{MeCN}:\text{H}_2\text{O}$ oder MeOH für RP-HPLC).

Achtung: apolare organische LM (EtOAc, DCM, Hexan) darf nie im RP-HPLC landen!

Tipps

Vermeide übermäßige Zugabe von Lösungsmitteln – ein Mini-Workup soll zeitsparend und effizient sein.

Für stark polare Verbindungen kann 3:1 $\text{DCM}:\text{iPrOH}$ als organisches Lösungsmittel, oder eine Zugabe von Methanol oder Ethanol, sinnvoll sein (vgl. *Extrahieren und Phasentrennung*).

pH-Bestimmung

Das pH-Papier ist ein einfaches und praktisches Hilfsmittel zur Bestimmung des pH-Werts einer Lösung. So verwenden Sie es im Labor korrekt:

Materialien

pH-Papier (Indikatorpapier); Pipette oder Glasstab; die zu testende Lösung; und eine **Farbskala** zur pH-Bestimmung (normalerweise mit dem pH-Papier geliefert).

Verwendung

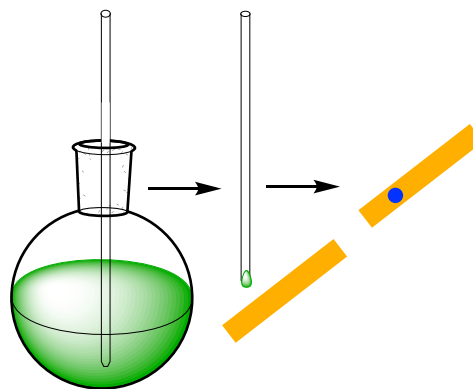
Vorbereitung: Stelle sicher, dass das pH-Papier trocken und sauber ist. Bereite die Lösung vor, die du testen möchtest.

Entnahme der Probe: Nutze einen Glasstab oder eine Pipette (*als Kapillar, d.h. ohne Pipettenkolben*) um einen kleinen Tropfen der Lösung auf das pH-Papier zu geben. Alternativ kannst du das pH-Papier auch direkt in die Flüssigkeit nur kurz einzutauchen und überschüssige Flüssigkeit vorsichtig abtropfen.

Eine Streife pH-Papier reicht für mind. 5 Test-tropfen.

Farbänderung beobachten: Das pH-Papier wird sich sofort verfärben. Die Farbe kann sich je nach Säure- oder Basengehalt der Lösung unterschiedlich stark verändern.

pH-Wert bestimmen: Vergleiche die Farbe des angefeuchteten Papiers mit der beigefügten Farbtabelle. Jede Farbe entspricht einem bestimmten pH-Wert.



Tipps

Vermeiden Sie es, das pH-Papier mit bloßen Händen anzufassen, da Hautfette das Ergebnis verfälschen können.

pH-Papier ist für **rein wässrige Lösungen** konzipiert. Höhere Anteile von Organische Lösungsmitteln verfälschen oft die Ergebnisse: eventuell eine kleine Probe **erst mit Wasser verdünnen** und dann pH kontrollieren.

Es existieren unterschiedliche pH-Papier-Arten die für unterschiedliche pH-Bereiche konzipiert sind. "Universal Indikator" (pH ca. 3 - 11) ist normalerweise ein guter Startpunkt. Unterschiedliche Marken haben manchmal andere Farbskalen.

Bei sehr dunklen oder stark gefärbten Lösungen kann die Farberkennung schwieriger sein – hier eignet sich eventuell eine genauere Methode wie ein pH-Meter besser. Der Farbe am Rand der Tropfspots kann hier beobachtet werden (eventuell ein Wassertropfen auf die andere Seite des Spots geben).

Aufarbeitungsmethoden

"Quenching" (Reaktionsterminierung)

Ziel

Bei vielen chemischen Reaktionen ist es nötig diese zu einem bestimmten Zeitpunkt oder vor der Aufarbeitung zu terminieren (im Laborjargon „quenchen“). Dies dient dazu hochreaktive oder giftige Reagenzien zu zerstören um (1) ein weiterreagieren und damit die Entstehung von Nebenprodukten zu vermeiden, sowie um (2) ein sicheres Aufarbeiten zu gewährleisten. Reaktionsabbrüche sollten stets vorsichtig und meist unter Kühlung stattfinden, da die Terminierungsreaktionen oft sehr heftig und exotherm ablaufen.

Methoden

Eine allgemeine Terminierungsmethode gibt es nicht, so muss für jeden Reaktion im Vorhinein eine adäquate Methode ausgewählt werden. Nur so ist eine sichere Handhabung gewährleistet.

Bevor ihr A zu B kippt, fragt euch immer:

Was passiert wenn der erste Tropfen von A auf die volle Menge von B trifft?!

Reaktionen welche nur bei... ablaufen	Terminierungsmethode (beispielhaft)
Erhöhten Temperaturen	Reaktionsgemisch auf Raumtemperatur abkühlen zu lassen.
Konzentrierten Säuren oder Basen	Verdünnung ins Wasser (alt. schütten auf Eis) oder durch das Neutralisieren mit Säuren und Basen terminieren. (Achtung: stark exotherm!)
Reaktiven Metallen ((Erd-)Alkalimetalle)	Reaktive Metalle können durch vorsichtige Zugabe von MeOH gequencht werden. (Achtung: Kein <i>i</i> -PrOH verwenden, da sich schwerlösliche Alkoholate bilden können, welche die Metalloberfläche umhüllen können und das vollständige Vernichten verhindern können). Danach , um sicher zu gehen, dass das reaktive Metall vollständig gequencht wurde, sollte man noch etwas Wasser vor dem Aufarbeiten zugeben.
Organometallische Spezies	Reaktive Organometallspezies können vorsichtig mit Wasser oder gesättigter NH ₄ Cl-Lösung gequencht werden.
Oxidationsmitteln	Oxidationsmitteln können mit verdünnten Thiosulfat-Lösungen gequencht werden.
Reduktionsmitteln	Reduktionsmitteln können in der Regel vorsichtig mit Wasser oder gesättigten NH ₄ Cl-Lösungen gequencht werden.
Cyanide	Cyanide können mit basischen NaOCl-Lösungen gequencht werden.

Flussigphase-Extraktion (durch Phasentrennung)

Das Extrahieren ist eine grundlegende Methode im chemischen Labor, die zur Trennung von Stoffen auf Basis ihrer unterschiedlichen Löslichkeiten in verschiedenen Lösungsmitteln dient. Ein spezieller Fall ist die Säure-Base-Extraktion, die die Säure-Base-Eigenschaften von Verbindungen nutzt, um sie selektiv in wässrige oder organische Phasen zu überführen.

Praktische Durchführung (Beispiel):

Start: Das in einem organischen Lösungsmittel gelöste Produkt in einen Scheidetrichter füllen (*den Hahn vorher schließen!*). Zum Waschen der organischen Phase, Wasser zugeben.

Scheidetrichter mit einem Stopfen verschließen. Den Scheidetrichter umdrehen, sodass der Hahn nach oben, hinten in den Abzug zeigt und belüften (oft bildet sich Überdruck) und Hahn wieder schließen. Anschließend mit nach oben gerichtetem (geschlossenem!) Hahn kurz schütteln, bis die Phasen gut vermischt sind, dann kurz über den Hahn belüften.

Diesen Vorgang 2-3 Mal wiederholen – **wichtig:** den Auslasshahn immer nach hinten in den Abzug richten, damit nichts herauspritzen kann und immer eine Hand auf dem Stopfen lassen, damit dieser nicht durch eventuellen Überdruck abplatzt.

Phasentrennung: Den Scheidetrichter in einen Stativring einhängen und warten bis die Phasen sich getrennt haben.

Tipps: (1) wenn sich die Phasen nur sehr langsam trennen, soll gesättigte NaCl-Lösung zugegeben werden. (2) Es hilft enorm wenn mit Wasser mischbare Lösungsmittel schon vor der Extraktion am Rotationsverdampfer entfernt sind. (3) Achtung vor seifenartigen Amphiphilen die Schäume und Emulsionen stabilisieren!

Die Phasen nacheinander in verschiedene Erlenmeyer-Kolben ablassen. In der Regel ist die organische Phase oben und die wässrige Phase unten (außer bei chlorierten Lösungsmitteln die dichter als Wasser sind); wenn man unsicher ist kann man einfach etwas Wasser zugeben und beobachten, mit welcher Phase sich das Wasser vereinigt.

Extrahieren: Die wässrige Phase wird in der Regel mehrmals extrahiert, um das Produkt ~vollständig herauszulösen (dies kann ermittelt werden z.B. per Tropfen auf der DC Platte, trocknen, dann 250 nm-Absorptions-Kontrolle **ohne** dass die DC laufen muss).

Wichtig: 3×20 mL Extraktion wirkt viel effektiver als 1×60 mL!

Waschen: Die organischen Phasen werden vereinigt, und mit Wasser gewaschen (ggf. mit Puffer-Lösungen wie NaHCO_3 / NH_4Cl), um sehr polare Komponenten zu entfernen.

Trocknung: Endlich wird die organische Phase mit gesättigter NaCl-Lösung gewaschen, um Wasser grob zu entfernen, bevor es in einen trockenen Erlenmeyer der Trocknungsmittel beinhaltet (Na_2SO_4 , MgSO_4) rausgelassen wird.

Oft ist eine Vorreinigung hier sehr effektiv: kleinen Mengen zusätzliches Kieselgel, Aktivkohle, und/oder Aluminiumoxid, können hochpolare Nebenprodukte binden und spätere Reinigungsschritte deutlich vereinfachen (auch wenn dies nicht in der Vorschrift steht; zB 0.1 g Bindungsmittel per 1 g erwartete Produkt). Das Trocknungsmittel/Aktivkohle wird dann abfiltriert (z.B. gefaltetes Filterpapier), der Filterkuchen gewaschen, und die getrocknete organische Phase am Roti verdampft.

Säure-Base Extraktion

Ausgangsgemisch: Ein Gemisch enthält sowohl saure als auch basische Verbindungen, die in einem organischen Lösungsmittel gelöst sind.

Extraktion der sauren Komponenten: Durch Zugabe einer wässrigen Base (z. B. Natriumhydroxid) reagieren die sauren Verbindungen zu ihren korrespondierenden Anionen. Diese Anionen sind in Wasser löslich und wandern in die wässrige Phase, während die neutralen und basischen Verbindungen in der organischen Phase verbleiben.

Extraktion der basischen Komponenten: Durch Zugabe einer wässrigen Säure (z. B. Salzsäure) reagieren die basischen Verbindungen zu ihren korrespondierenden Kationen.

Diese Kationen sind in Wasser löslich und wandern in die wässrige Phase, während die neutralen und sauren Verbindungen in der organischen Phase verbleiben.

Rückgewinnung der Verbindungen: Die sauren oder basischen Verbindungen können aus den jeweiligen wässrigen Phasen zurückgewonnen werden: dabei durch Zugabe von Säure/Base wieder protoniert/deprotoniert und die Verbindung dadurch in ihre ungeladene Form überführt. Auf diese Weise können die Verbindungen in die organische Phase extrahiert und isoliert werden.

Filtrieren

Eingesetzt um **Feststoffe von Flüssigkeiten zu trennen** ([Filtrieren Video 1](#); [Video 2](#))

- Feststoffe: z. B. Rückstände, Katalysatoren, Salze, Produkte, oder Nebenprodukte;
- Flüssigkeiten: z. B. ein Reaktionsgemisch, Produktlösung, Nebenproduktlösung...

Beispiele:

- Nach einer Reaktion ist nur das produktthaltige Filtrat weiterzuverwenden, und die Feststoffe (Katalysatoren & Nebenprodukte) abzutrennen.
- Nach einer Umkristallisation oder Fällung liegt das Zielprodukt als Feststoff vor (vgl. Grundoperation *Fluorophor*) und sollte isoliert und getrocknet werden (oft: **Nutsche**).
- Nach dem Trocknen einer Lösung (z. B. über Magnesiumsulfat oder Natriumsulfat), wird das Trockenmittel abfiltriert (oft: Trichter mit **Filterpapier** oder Watte), damit es nicht im Endprodukt landet.

Filtration in der präparativen OC

Methode	Anwendung
Schwerkraftfiltration	Grobe Abtrennung (z. B. Trocknung; Faltpapier, Watte)
Vakuumfiltration	Schnellere Filtration, v. a. bei Feststoffisolierung (z. B. nach Fällung oder Kristallisation; Nutsche, Büchnertrichter)
Heißfiltration	Bei Kristallisation, verhindert unerwünschte Kristallisation im Filter
Filtration über Celite	Um feine Partikel oder suspendierte Katalysatoren zu entfernen

Feinfiltration (HPLC, Fluo, usw)

- **Feinfiltration** (μm Partikelgröße) sorgt dafür, dass keine Schwebstoffe oder Trübstoffe in die Lösung gelangen, die z. B. spätere Analysen oder Reaktionen stören könnten.
- **Immer vor HPLC** (Partikeln zerstören das Instrument (Verstopfen), die 1500€ HPLC-Säulen & 8000€ Detektoren)
- **Wichtig vor Fluoreszenzmessungen** (Streulicht verfälscht das Signal)

Zentrifugation als Alternative zu Filtration

Zentrifugation ist oft eine schnelle, nützliche, günstige und bessere Alternative zur Filtration.

Mit üblichen Tischzentrifugen können 24 bis >200 Proben gleichzeitig bearbeitet werden, d.h. eine massive **Parallelisierung** der Arbeit gegenüber der klassischen Filtration. Insbesondere wenn die **Partikelgröße** sehr klein ist (Filterverstopfung), wenn ein Feststoff aus einem Gemisch nicht mischbarer LM gewonnen werden soll oder wenn der Feststoff luft- oder temperaturempfindlich ist, ist die Zentrifugation sehr vorteilhaft. Und wenn die Zentrifugation nicht funktioniert, geht kein Produkt und fast keine Zeit verloren.

Obwohl Zentrifugen billig sind, wurden sie in der OC oft wenig verwendet (wie auch andere neumodische Dinge wie Mikrowellenöfen - siehe Trocknen von Lösungsmitteln, Teil Molsieb).

Ihre Assistenten würden ihr den Gebrauch der Tischzentrifuge erklären. Aus Erfahrung können wir es nicht oft genug wiederholen: *denkt erst am Zentrifugieren statt Filtrieren!*

Trocknung von Produkten (von Lösungsmitteln & Wasser)

Warum trocknet man Produkte? ([Video](#))

Das Trocknen von Produkten ist entscheidend für die Qualität und Reproduzierbarkeit organisch-chemischer Reaktionen. Nur ein getrocknetes Produkt, **frei von Wasser und von organischen Lösungsmitteln**, ermöglicht eine präzise und quantitative analytische Bestimmung physikalischer Eigenschaften (Schmelzpunkt, IR, NMR), und gewährleistet reproduzierbare Ergebnisse bei Folgeexperimenten. Eine sorgfältige Durchführung vermeidet Produktverluste und Zersetzung.

Entfernung von Lösungsmittelresten

Nach Reaktionen oder Reinigungsschritten (z. B. Extraktion, Filtration, Kristallisation) enthalten Produkte oft noch Lösungsmittel. Diese müssen entfernt werden, da sie:

- Die Masse des Produkts verfälschen, die Ausbeuteberechnung beeinflussen, und Fehler bei der Stöchiometrieverrechnung für weitere Syntheseschritte verursachen.
- Die Reinheit und Stabilität des Produkts beeinträchtigen können.
- Analytische Methoden wie Schmelzpunktbestimmung, NMR oder IR-Spektren stören.
- Inkompatibel mit weiteren Syntheseschritten sein können.

Entfernung von Wasser

Produkte können Wasser enthalten, entweder als Kristallwasser oder durch Adsorption aus der Luft. Zu den Problemen, die in aufgelistet sind, kann Restfeuchte auch:

- Die Stabilität beeinträchtigen (z. B. Hydrolyse bei empfindlichen Verbindungen).
- Die Lagerfähigkeit reduzieren.

Beispiel für eine typische Trocknung eines Feststoffprodukts

- 1: Filtration des Produktes (z. B. nach einer Kristallisation).
- 2: Waschen des Rückstandes auf dem Filter mit kaltem, flüchtigen Lösungsmittel.
- 3: Abziehen des Lösungsmittels durch Unterdruck (Vakuumfiltration).
- 4: Überführen des feuchten Feststoffs im Trockenschrank / Vakuumtrockenschrank.
- 5: Trocknung bei 40 °C unter Vakuum über mehrere Stunden bis zur vollständigen Entfernung von Lösungsmittelresten.
- 6: Evtl. weitere Trocknung im Exsikkator zur vollständigen Entfernung restlicher Feuchtigkeit.

Trocknungsmethoden für Feststoffe oder Flüssigkeiten

Die Wahl der Methode hängt von der Beschaffenheit des Produkts (Feststoff oder Flüssigkeit), seiner Empfindlichkeit gegenüber Wärme und Luftfeuchtigkeit sowie vom gewünschten Trocknungsgrad ab. **Im allgemein:** versuchen Sie immer es so zu schaffen, dass nur leichtflüchtige Lösungsmittelreste in ihre Produkte sein können (DMSO/DMF komplett abgewaschen, Pentan-**Trituration** schon durchgeführt, usw). Damit sind Sie sicher, eine *deutlich schnellere und effektivere Trocknung zu einem deutlich reineren Grad* zu bekommen.

1. Trocknung an der Luft (Trocknen auf Filterpapier / am Büchnertrichter)

- Anwendung: Für thermisch stabile, nicht hygroskopische feste Produkte mit leicht flüchtige Lösungsmittelreste (Diethylether, Aceton, usw).
- Vorgehen: Das Produkt wird nach der Filtration an der Luft auf Filterpapier (zB auf der Nutsche) oder in einer Schale getrocknet.
- Nachteile: Langsamer Prozess, nicht geeignet für hygroskopische oder luftempfindliche Substanzen.

2. Trocknung im Trockenschrank

- Anwendung: Für Feststoffe, die leichtflüchtige Lösungsmittel enthalten und thermisch stabil sind.
- Vorgehen: Das Produkt wird in einem Trockenschrank bei Temperaturen zwischen 40 °C und 120 °C getrocknet.
- Vorteile: Beschleunigt die Entfernung von Lösungsmitteln.
- Ergänzung: Trocknung kann unter Normaldruck oder unter Vakuum erfolgen.

3. Rotationsverdämpfer (Roti)

- An der **Rotationsverdämpfer** wird leicht erhitzt unter mittlere Vakuum (zB. 30 mbar, 40° C), was die Mehrheit der organischen Lösungsmitteln entfernt. Manchmal ist dies allein (fast) gut genug, die meisten LM-reste zu entfernen.

4. Vakuumtrocknung (Exsikkator, Vakuumtrockenschrank, Hochvakuum)

- Anwendung: Für temperaturempfindliche oder hygroskopische Produkte.
- Vorgehen: Das Produkt wird in einem Exsikkator oder Vakuumtrockenschrank oder am Hochvakuumrechen unter vermindertem Druck getrocknet.
- Trocknungsmittel im Exsikkator können z. B. Silicagel, Calciumchlorid, konz. Schwefelsäure, oder Phosphorpentoxid sein.
- Vorteil: Schonendes Trocknen bei niedrigen Temperaturen.

Hochvakuum (zB <4 mbar) wird oft eingesetzt um die restliche organischen Lösungsmitteln zu entfernen. Allerdings kann dies etwa Lösungsmittel- und Produktabhängig sein (einige LM sind immer schwer zu verdampfen; und einige Produkte haben erstaunliche Kapazitäten *Solvate* zu bilden, d.h. die fangen bestimmte LM an).

Exsikkator: *Achtung*: Damit beim Aufheben des Vakuums keine Substanz weggeblasen werden kann soll der Lufteinlasshahn am Exsikkator entweder in einer Kapillare enden und nach oben gebogen sein, oder das Rohr im Exsikkator mit einem Stückchen steifen Karton abgeschirmt sein. Phosphor(V)-oxid bzw. Schwefelsäure nehmen neben Wasser auch Alkohole und Ketone (häufige Lösungsmittel) auf. Auch Kieselgel kann Lösungsmittelreste adsorptiv aufnehmen und ist deshalb eine gute Exsikkatorfüllung. Bei der Verwendung von Schwefelsäure als Trockenmittel im Exsikkator gibt man Füllkörper (Glasringe, Rasching-Ringe u. a.) in den unteren Exsikkatorteil, um ein Verspritzen der Säure zu vermeiden. In den Exsikkator stellt man häufig ein Schälchen mit Kaliumhydroxid, um saure Gase zu binden. Für Trocknung im Feinvakuum und bei höheren Temperaturen ist Schwefelsäure ungeeignet.

5. Gefriertrocknung (Lyophilisation)

- Anwendung: Für hitzeempfindliche Stoffe, Naturstoffe oder Substanzen, die in Wasser gelöst waren.
- Vorgehen: Die Lösung wird tiefgefroren und das Wasser unter Vakuum direkt vom festen in den gasförmigen Zustand überführt (Sublimation).
- Vorteil: Vermeidung von thermischer Belastung.

6. Trocknung durch Auswaschen oder Abdämpfen mit flüchtigen Lösungsmitteln

- Anwendung: Zum Entfernen schwerflüchtiger Lösungsmittel oder Wasser von Feststoffen.
- Vorgehen: Das feuchte Produkt wird mit einem kalten, leichtflüchtigen Lösungsmittel (z. B. Pentan oder Diethylether; selten: Aceton) gespült.
- Anschließend erfolgt die Trocknung an der Luft oder unter Vakuum (oder am Roti).
- Zum entfernen von Wasser können Toluol oder Cyclohexan zugegeben werden und dann am Roti wieder abgedampft (Azeotropische Wasserentfernung).
- Zum entfernen von schwierigen organischen Lösungsmittelresten am Roti ist eine ähnliche Zugabe von *n*-Heptan oft nützlich (*Azeotropische LMentfernung* bei viele LM).

Wichtige Hinweise bei der Trocknung:

Temperaturkontrolle: Zu hohe Temperaturen können zu Zersetzung des Produkts führen.

Schutz vor Feuchtigkeit: Hygroskopische Produkte sollten nach der Trocknung in einem Exsikkator oder unter Schutzgas gelagert werden.

Analytische Überprüfung: Vor Wägungen oder Analysen sollte sichergestellt werden, dass das Produkt vollständig trocken ist. Methoden zur Überprüfung können sein:

- **Massenkonstanz** nach mehrstufiger oder mehrstündiger Trocknung.
- Spezifische analytische Methoden wie **Karl-Fischer-Titration** bei Wassergehaltsbestimmung.

Kurzanleitung Trockenbaum

Rundkolben zum Trocken anhängen:

- Schliff vorsichtig fetten
- Alle Anschlüsse für Kolben am Trockenbaum schließen
- Kolben an freien Anschluss hängen, mit Klemme sichern
- Anschluss des eigenen Kolbens ganz vorsichtig öffnen → Vakuumpumpe gluckert, kurz warten
- Alle Anschlüsse, an denen auch Kolben hängen, öffnen

Rundkolben entfernen:

- Anschluss des Trockenbaums zur Vakuumpumpe schließen
- Alle Anschlüsse für Kolben am Trockenbaum schließen
- Trockenbaum über Anschluss an der Seite vorsichtig belüften
- Eigenen Kolben belüften
- Klemme entfernen, Kolben abnehmen, Anschluss schließen
- Seitlichen Anschluss des Trockenbaums schließen (jetzt müssen alle Anschlüsse geschlossen sein)
- Anschluss zur Vakuumpumpe öffnen → Pumpe gluckert, kurz warten
- Alle Anschlüsse, an denen noch Kolben hängen, öffnen.

Achtung:

Nie Luft durch offenen Anschluss in die Kühlfalle saugen!

Trockenbaum wird über Nacht ausgeschaltet.

Trituration - Lösungsmittel- sowie Verunreinigungsentfernung

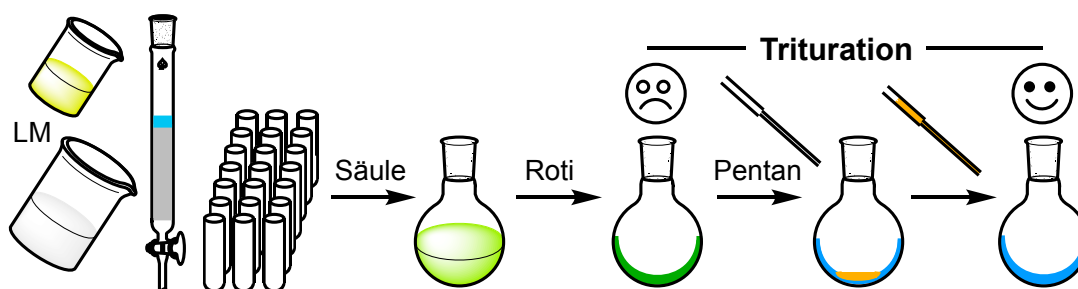
Wann triturieren?

Enthält eine isolierte Substanz noch **gut lösliche Verunreinigungen wie Lösungsmittel**, oder apolare Fette und Öle, oder manche apolare Nebenprodukte (z. B. TBS-Cl, TBS-OH, TBS-OMe nach Alkoholschutzreaktion), soll **Trituration (Verreibung)** eingesetzt werden.

Schliff fett im Produkt ist ein regelmäßige Fall.

Trituration sollte auch konsequent nach der Säulenchromatographie eingesetzt werden.

Dabei wird eine relativ große Menge Eluent (>200 mL) verdampft, um eine relativ kleine Menge Produkt (z. B. <100 mg) zu erhalten. D.h. selbst wenn der Eluent nur 0.05% ölige Verunreinigungen beinhaltet, würden diese Verunreinigungen genausoviel Masse bilden als das gewünschte Produkt! Anstatt hochreine Lösungsmittel für Säulen zu kaufen (was wir uns hier eben nicht leisten können), kann am Ende eine einfache Trituration gemacht werden.



Nach der Trituration ist das **Produkt viel sauberer**, was im $^1\text{H-NMR}$ deutlich sichtbar ist.

Das **Abpumpen bis zur Massenkonstanz** am Roti oder am Hochvakuum geht auch viel schneller als was man sonst erwarten würde (da Pentan normalerweise keine Solvate bildet).

Verlauf (Beispiel)

Zu den von der Säule isolierte Produkt einer kleinen Menge **Pentan oder Hexan** (z.B. 2 mL) geben, um die apolaren Verunreinigungen oder Lösungsmittelreste oder Schliff fett zu lösen. Das Pentan kann oft dann einfach vorsichtig wieder abpipettiert werden (bei kleinen Produktmengen, die am Kolben kleben) ohne dass zu viel Produkt verloren geht. Normalerweise sollte 2-3 Mal trituriert werden und dann wieder an den Roti angehängt werden.

Tipps

Triturations-LM: Das Produkt sollte nur unlöslich in dem Triturations-LM sein, während die unerwünschten Nebenprodukte gut löslich sind (oder, seltener, umgekehrt). Wenn Sie nicht wissen, ob das Produkt dabei auch mitgeht, können die Pentanwaschfraktionen einfach in einem Gläschen gesammelt werden für eine mögliche spätere Verdampfung.

Rühren des Pentan+Produkt Gemisches, oder ein kurzes Eintauchen im Ultraschallbad, kann hilfreich sein um die Verunreinigungen aus dem Produkt zu extrahieren; es kann auch vorsichtig erwärmt werden (Heizpistole) um das restliche LM "**rauszukochen**".

Bei größeren Mengen oder in schwierigen Fällen (neblige Suspension kleiner Produktpartikeln oder Pulver) kann entweder **zentrifugiert oder filtriert** werden, um die schmutzhaltige Pentanteil vom Produkt zu trennen.

"Fällungsvariante": Das gesamte Gemisch wird zuerst in einer kleinen Menge eines gutes Lösungsmittels völlig oder fast völlig gelöst (z.B. 0.5 mL CHCl_3); dann, durch langsame Zugabe eines "Nicht-Lösungsmittels" (zB 5 mL Pentan) soll die gewünschte Verbindung ausfallen, während die apolaren Verunreinigungen und Lösungsmittelreste noch in Lösung bleiben. Den feinen Niederschlag ggf. **abzentrifugieren**. Alternativ kann der Produktniederschlag durch **flashkühlen** von reinen Pentan ($-80\text{ }^\circ\text{C}$) erzeugt werden. Dies kann als eine grobe Form der Umkristallisation betrachtet werden, die aber deutlich weniger Zeit und Aufwand kostet (keine Erhitzung und Filtration) und für hitzeempfindliche Stoffe sehr geeignet ist.

Umkristallisation

Ziel: Trennung des Produkts von unerwünschten Nebenprodukten aufgrund von **Löslichkeit**. Dabei macht man sich zunutze, dass sich Stoffe in heißen Lösungsmitteln besser lösen als in kalten Lösungsmitteln.

Durchführung:

Rohprodukt in Kolben mit Rührfisch vorlegen und Rückflusskühler aufsetzen.

Durch Rückflusskühler Lösungsmittelgemisch zugeben (*ca. 80% der Gesamtmenge zugeben, falls bekannt; Tipp: ist die benötigte Menge unbekannt, kann man um Zeit zu sparen zunächst zügig Lösungsmittel zugeben bis der Feststoff gelöst ist, um die benötigte Menge abzuschätzen und dann einen Teil des Lösungsmittels am Rotationsverdampfer wieder entfernen bis sich Niederschlag bildet*).

Im Ölbad auf Rückfluss erhitzen und dem Feststoff kurz Zeit geben sich zu lösen (1–2 min, außer Produkt löst sich sehr langsam).

In kleinen Portionen unter Heizen mehr Lösungsmittel zugeben und jeweils wieder kurz warten, ob sich der Feststoff vollständig auflöst (*wird zu viel Lösungsmittel zugegeben, verringert sich die Ausbeute*).

Sobald der gesamte Feststoff gerade so gelöst ist, wird die Lösung abgekühlt (*Tipp: wird der Kolben im ausgeschalteten, noch heißen Ölbad ohne Rühren langsam (über Nacht) abgekühlt, können sich große Kristalle bilden; wird schnell (z.B. mithilfe von Eisbad) abgekühlt fällt das Produkt eher amorph aus und kann dabei Lösungsmittel/ Verunreinigungen einschließen*). Vor Filtration kann die Suspension im Eisbad gekühlt werden, um noch mehr Produkt auszufällen.

Der Feststoff wird durch Filtration gewonnen und mit wenig (eiskaltem) Lösungsmittel nachgewaschen (*Tipp: das Filtrat wird aufbewahrt, falls noch Teile des Produkts darin sind*).

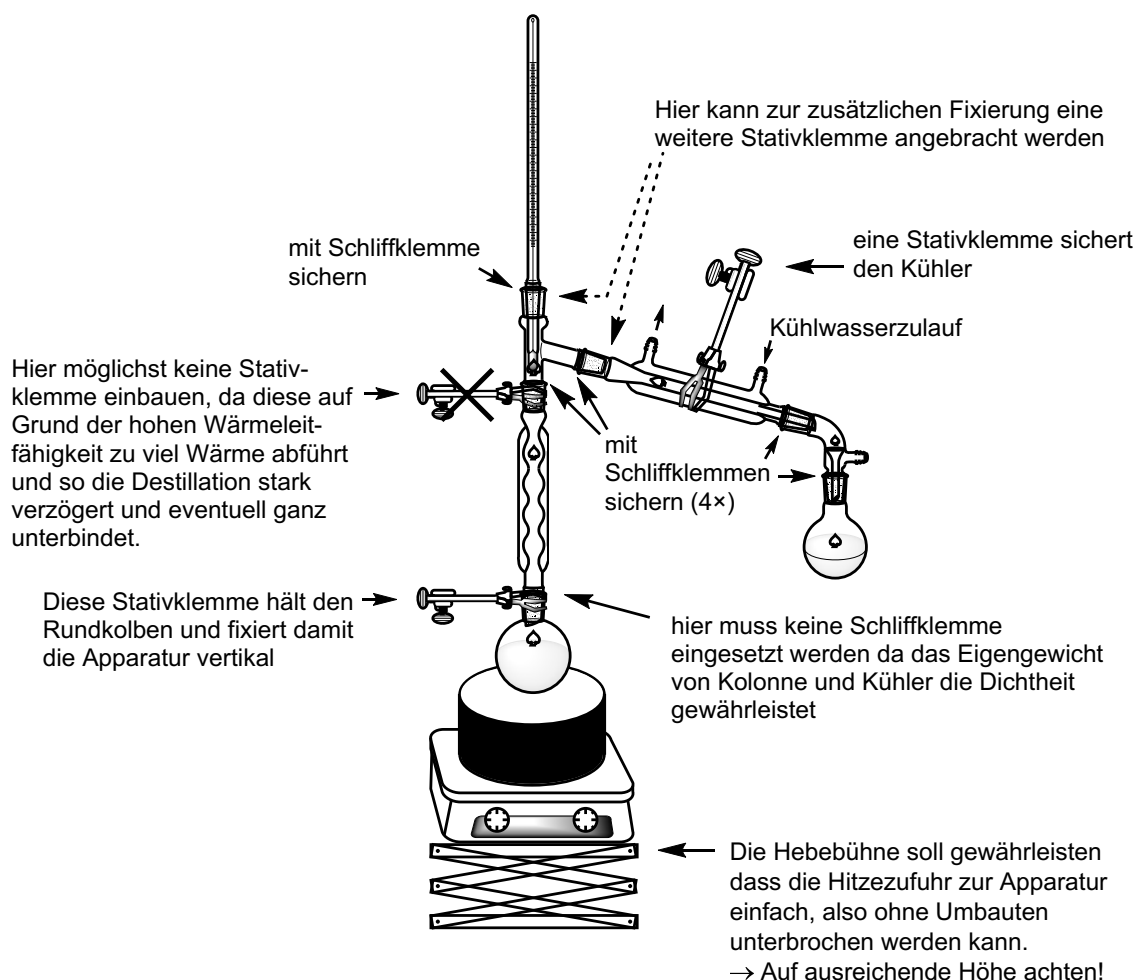
Wenn kein Feststoff ausfällt, kann man Folgendes versuchen:

- Kühlen im Eisbad oder im Kühlschrank über Nacht
- Kratzen über den Boden des Kolbens mit einem Glasstab oder Spatel
- Zugabe von kristallinem Produkt (Impfkristalle)
- Hilft keine der genannten Methoden, wurde wahrscheinlich zu viel Lösungsmittel verwendet. Das Lösungsmittel entfernen und noch einmal von vorne beginnen...

Destillation (Normaldruck, Vakuum, Azeotrop, Wasserdampf)

Die Destillation ist ein thermisches Trennverfahren, bei dem verdampfbare Flüssigkeiten durch selektives Verdampfen und anschließendes Kondensieren getrennt werden. Dieses Verfahren nutzt die **unterschiedlichen Siedepunkte** der Komponenten eines Flüssigkeitsgemisches aus, um einzelne Bestandteile zu isolieren.

Grundprinzip der Destillation: (1) Erhitzen des Gemisches: Das Ausgangsgemisch wird erhitzt, bis es zu sieden beginnt. Dabei verdampfen die Komponenten entsprechend ihrer Siedepunkte. (2) Kondensation des Dampfes: Der entstandene Dampf wird in einem Kondensator durch Abkühlen wieder verflüssigt. (3) Auffangen des Kondensats: Das flüssige Kondensat wird in aufeinanderfolgende Fraktionen gesammelt, die enthalten die getrennten Komponenten des ursprünglichen Gemisches.

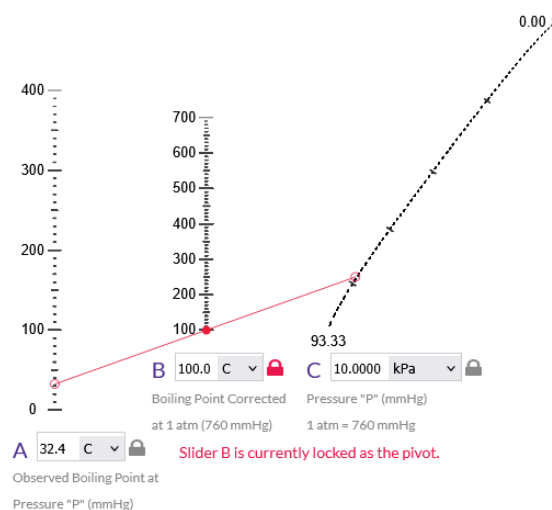


Vakuumdestillation

Die Vakuumdestillation wird eingesetzt, wenn die zu trennenden Komponenten hohe Siedetemperaturen haben oder thermisch instabil sind. Durch die Absenkung des Drucks können die Siedepunkte reduziert werden. Bei der fraktionierten Destillation wird üblicherweise eine Destillationsspinne verwendet, die fraktionieren ohne Belüftung der Apparatur ermöglicht.

Zur Abschätzung des Siedepunkts im Vakuum wird ein **Nomograph** verwendet (Empfehlung: Interaktives Nomograph online Tool von [Sigma Aldrich](#); Bsp: Siedepunktniedrigung von Wasser bei 10 kPa auf 32.4 °C).

Pressure-Temperature Nomograph Tool



Azeotrope Destillation

Ein Azeotrop ist ein Gemisch aus zwei oder mehr chemischen Verbindungen, bei dem die Zusammensetzung der Dampfphase identisch mit der der Flüssigphase ist (Beispiel: Ethanol/Wasser 96%). Die azeotrope Destillation ist ein spezielles Verfahren zur Trennung von Gemischen, die ein Azeotrop bilden, und sich deshalb durch einfache Destillation nicht vollständig trennen lassen. Durch die Zugabe einer dritten Substanz, des sogenannten Entrainers, wird ein neues azeotropes Gemisch mit veränderten Eigenschaften erzeugt, das die Trennung der ursprünglichen Komponenten ermöglicht. (a) Positive Azeotrope (Siedepunktminimum): Diese Gemische haben einen Siedepunkt, der unterhalb der Siedepunkte der reinen Komponenten liegt. (b) Negative Azeotrope (Siedepunktmaximum): Hier liegt der Siedepunkt des Gemisches über den Siedepunkten der reinen Komponenten.

Wasserdampfdestillation

Die Wasserdampfdestillation ist eine spezielle Variante der azeotropen Destillationsverfahren, bei dem schwer flüchtige, wasserunlösliche Stoffe mithilfe von Wasserdampf aus einem Gemisch getrennt oder gereinigt werden. Dadurch können schwer flüchtige, wasserunlösliche Stoffe schonend destilliert werden, da die Siedetemperatur des Gemischs unter 100 °C liegt. Dieses Verfahren wird häufig zur Gewinnung ätherischer Öle aus Pflanzenmaterial eingesetzt.

Rotationsverdampfer (Abdestillieren von Lösungsmitteln)

Bei vielen Präparationen fällt eine Lösung des gewünschten Stoffs, in einem leichter siedenden Lösungsmittel an, aus der das Präparat durch Abdestillieren des Lösungsmittels gewonnen werden soll. Zum Abdampfen von Lösungsmitteln und Einengen von Lösungen werden häufig *Rotationsverdampfer* (Rotis) verwendet. Sie gestatten eine schnelle und schonende Entfernung des Lösungsmittels. Es verdampft unter Vakuum aus einem dünnen Flüssigkeitsfilm auf der Kolbeninnenwand, der durch Rotation des Kolbens ständig erneuert wird, während der Kolben in einem Wasserbad erwärmt wird. Um ein Übersäumen des Destillationsgutes (auch "Bumping") zu vermeiden, wird das Vakuum bei rotierendem Kolben und vor dem Anheizen des Wasserbades angelegt, und ein "Guard" Kolben ("Bump trap") zwischen den Rundkolben und der Roti.

Achtung! Niedrigsiedende Lösungsmittel werden in den meisten Rotationsverdampfern bei Wasserkühlung nur unvollständig kondensiert. Zur weitgehenden Rückgewinnung des Lösungsmittels und auch zur Vermeidung von Abwasserbelastungen ist die Vorlage in diesen Fällen zusätzlich mit einem Eis- oder Kältebad zu kühlen. *Siehe auch: Organikum Kap. 1.9.*

Vakuumpumpen

Die Erzeugung von Vakuum im Laboratorium macht sich für die verschiedensten Zwecke notwendig. Als wichtigste seien hier genannt: die Destillation und Sublimation unter vermindertem Druck, das Trocknen, das Filtrieren (Absaugen) und die Wärmeisolation.

Eigentlich unterscheidet man für praktische Zwecke folgende Druckbereiche:

Grobovakuum: 0.1 bis 100 kPa (1 bis 760 Torr; 1 mbar bis 1 bar)

Feinvakuum: 10^{-4} bis 10^{-1} kPa (0.001 bis 1 Torr oder mbar)

Hochvakuum: $< 10^{-4}$ kPa ($< 10^{-3}$ Torr oder mbar)

Allerdings in der preparativen OC-Labor hört man oft:

"Saalvakuum" oder Grobovakuum: 50 - 400 mbar

"Roti" Bereich: ab etwa 5 mbar

"Hochvakuum" (HV) Bereich: 0.001 - 1 mbar

Im Laboratorium verwendet man zur Erzeugung eines Unterdrucks Membranpumpen und Drehschieberpumpen.

Membranpumpen arbeiten ohne Öl, verbrauchen kein Wasser und erzeugen damit auch keine Abwässer. Durch ihre korrosionsbeständigen Materialien sind Membranpumpen weitgehend **unempfindlich gegenüber aggressiven Chemikalien** und Kondensaten. Abgepumpte Lösungsmittel werden in integrierten Abscheidern gesammelt und können anschließend entsorgt oder durch Recycling wiederverwendet werden. Im Handel befinden sich Typen mit einem Saugvermögen zwischen 2 und 11 m³/h und einem erzielbaren Vakuum zwischen 80 und 2 mbar (~ 60 und 2 Torr).

Drehschieberpumpen arbeiten nach dem Prinzip der Gaskompression in einem zweigeteilten Pumpraum in dem ein exzentrisch gelagerter Rotor ein angesaugtes Gasvolumen komprimiert und anschließend ausstößt. Diese zumeist **ölgedichteten Drehschieberpumpen sind empfindlich** gegenüber aggressiven und kondensierbaren Medien. Durch ein Gasballastventil sowie eine zwischen Apparatur und Pumpe geschaltene Kühlfalle (Füllung: Trockeneis/Ethanol oder flüssiger Stickstoff) werden diese störenden Einflüsse minimiert.

Fein- und Hochvakuumapparaturen sind so aufzubauen, dass der Druckabfall in der Apparatur klein bleibt und somit die Leistung der benutzten Pumpen voll ausgelastet werden kann. Man erreicht dies, indem man Stellen mit geringem Durchmesser, wie lange Vakuumschläuche, Hähne mit enger Bohrung, enge Ansätze an Vorstößen, dichtgepackte Füllkörperkolonnen usw., möglichst vermeidet. Weiterhin ist darauf zu achten, dass bei Vakuumdestillationen und -Sublimationen nur Rundkolben verwendet werden, da Flachkolben implodieren können.

Analytische Methoden (primär für Produkte)

Schmelzpunktbestimmung

Der **Schmelzpunkt** ist die Temperatur, bei der ein Feststoff in die flüssige Phase übergeht. Er dient als charakteristische Größe zur Identifizierung und Reinheitsprüfung von Substanzen. Reine Stoffe zeigen einen klar definierten Schmelzpunkt, während Verunreinigungen zu einer Erniedrigung und Verbreiterung des Schmelzbereichs führen können.

Kapillarmethode

- **Probenvorbereitung:** Die zu untersuchende Substanz wird fein pulverisiert und getrocknet, um Feuchtigkeitseinflüsse zu vermeiden. Anschließend wird sie etwa 4–6 mm hoch in eine Glaskapillare gefüllt und durch Klopfen verdichtet.
- **Messung:** Die gefüllte Kapillare wird in ein Schmelzpunktbestimmungsgerät eingesetzt. Das Gerät erwärmt die Probe mit einer definierten Heizrate (typischerweise 1 °C/min) bis zum Schmelzen. Moderne Geräte erkennen den Schmelzpunkt automatisch durch photometrische Detektion der Lichtdurchlässigkeit.

→ Verunreinigungen können den Schmelzpunkt senken und den Schmelzbereich verbreitern.

Schmelzpunktbestimmung in der Praxis:

- **Einschalten:** 999,888 usw. blinkt → aktuelle Temperatur wird angezeigt
- gewünschte Temperatur (muss niedriger als der Schmelzpunkt sein) mit „↑“ in 10°C-Schritten einstellen, mit „↓“ um 1 °C verringern
- mit „→↑“-Taste bestätigen → Mikroskop heizt schnell auf gewünschte Temperatur
- 3x Piepen: Temperatur erreicht, mit „→↑“ bestätigen → Mikroskop heizt langsam weiter

Arbeit abgeschlossen:

1. 2x schnell auf „CLEAR“ drücken → erst erscheint „0000“, dann die aktuelle Temperatur im Display
2. Überprüfe, ob Temperatur langsam sinkt:
 1. JA: Kühlstift reinstecken
 2. NEIN: Kühlstift auf KEINEN FALL reinstecken! Nochmal versuchen, sonst Nachfragen.

Achtung:

NIE mit eingestecktem Kühlstift heizen

Siedepunktbestimmung

Der **Siedepunkt** ist die Temperatur, bei der der Dampfdruck einer Flüssigkeit dem Umgebungsdruck entspricht, wodurch die Flüssigkeit in die Gasphase übergeht. Er ist charakteristisch für jede Substanz und dient ebenfalls zur Identifizierung und Reinheitsprüfung.

Bestimmung über einfache Destillation

- **Aufbau:** Eine Destillationsapparatur wird eingerichtet, bestehend aus einem Rundkolben, einem Thermometer, einem Kühler und einem Auffanggefäß.
- **Durchführung:** Die zu untersuchende Flüssigkeit wird erhitzt. Die Temperatur, bei der die Flüssigkeit zu sieden beginnt und der erste Tropfen Kondensat im Auffanggefäß erscheint, wird als Siedepunkt notiert.

Hinweise zur Durchführung

- **Atmosphärendruck:** Der Siedepunkt ist druckabhängig. Daher sollte eigentlich der aktuelle Luftdruck notiert und gegebenenfalls eine Korrektur durchgeführt werden.
- **Reinheit der Probe:** Verunreinigungen können den Siedepunkt verändern. Eine fraktionierte Destillation kann zur Reinigung verwendet werden.

→ Reinige alle verwendeten Geräte gründlich, um Kontaminationen zu vermeiden. Messungen sollen eigentlich mehrfach durchgeführt werden, um die Zuverlässigkeit zu erhöhen.

Brechungsindex

Theorie des Brechungsindex (n)

- Der **Brechungsindex** beschreibt, wie stark Licht beim Übergang von einem Medium in ein anderes gebrochen wird.
- Mathematisch definiert als: $n=c/v$. n = Brechungsindex der Medium. c = Lichtgeschwindigkeit im Vakuum. v = Lichtgeschwindigkeit im Medium.
- Der Brechungsindex ist **sehr stark** abhängig von der **Wellenlänge** des Lichts, der **Temperatur**, und der **Identität und Reinheit** der Medium (woher der Interesse).
- Typische Brechungsindizes für organische Flüssigkeiten liegen zwischen **1.3** und **1.6** (an 589 nm = Natrium D-Linie = "D", bei 25°C).

Praktische Anleitung zur Messung des Brechungsindex

1. Vorbereitung des Refraktometers

- Wähle das geeignete Instrument aus: **Handrefraktometer** (für schnelle Tests) oder **Abbe-Refraktometer** (für präzise Laborarbeiten)
- Reinige die Prismenflächen oder Messplatten gründlich mit **Isopropanol** oder **Ethanol**, um Verunreinigungen zu vermeiden, **dann trocknen lassen**.
- Stelle sicher, dass das Gerät korrekt kalibriert ist. Kalibriere mit **destilliertem Wasser** (Brechungsindex = 1,3330 bei 20 °C) oder einem bekannten Standard.

2. Probenvorbereitung

- Die Probe sollte sauber, homogen und frei von Luftblasen oder Schwebstoffen sein.
- Falls die Flüssigkeit viskos ist, kann leichtes Erwärmen die Handhabung erleichtern.
- Nutze eine Pipette, um eine kleine Menge der Probe (1-2 Tropfen) auf das getrockneten Prisma oder die Messfläche aufzutragen.

3. Messvorgang

- Schließe vorsichtig das Prisma, sodass die Flüssigkeit eine dünne, gleichmäßige Schicht bildet.
- Achte darauf, dass keine Luftblasen eingeschlossen werden.
- Schaue durch das Okular und stelle die **Scharfstellung** ein, bis die Trennlinie zwischen Hell und Dunkel deutlich sichtbar ist.
- Lies den Brechungsindex direkt an der Skala oder dem Display ab.

4. Nachbereitung

- Reinige das Prisma gründlich mit Ethanol oder Isopropanol um Kreuzkontamination zu vermeiden.
- Trockne die Fläche vorsichtig mit einem fusselfreien Tuch.

Bedienungsanleitung für Messungen am Abbe-Refraktometer



- Das Beleuchtungsprisma wird durch Drehen des Verriegelungsknopfes an der linken Seite aufgeklappt.
- Überprüfen der Messtemperatur am Prisma, da der Brechungsindex stark temperaturabhängig ist
- Ein oder 2 Tropfen der zu messenden Flüssigkeit wird auf das Messprisma gegeben. Die Substanz sollte das gesamte Messprisma bedecken, aber nicht über den ganzen Bereich der Halterung des Prismas verteilt sein. Bei sehr „öligen“ Substanzen die Oberflächenspannung minimieren, indem man mit der Tropferspitze die Lösung gleichmäßig auf der Glasfläche verteilt. Danach das Beleuchtungsprisma herunterklappen und mit dem Verriegelungsknopf schließen.
- Überprüfen, ob die Beleuchtung der Messskala ausreichend ist; ggf. nachjustieren an der kleinen Rändelschraube an der rechten Seite oberhalb des Triebknopfes
- Durch das Okular blicken und das Fadenkreuz durch Drehen am Okularring scharf einstellen.
- Drehen am Triebknopf des Messbereich abfahren bis ein hell/dunkel Feld sichtbar wird.
- Mit dem Kompensatorknopf (rechts oben) den Farbsaum an der Trennlinie beseitigen, bis eine klare hell/dunkel-Teilung erreicht ist.
- Die hell/dunkel-Linie wird jetzt auf den Schnittpunkt des Fadenkreuzes eingestellt und der Brechungsindex abgelesen.
- Beleuchtungsprisma wieder aufklappen und die Substanz durch Wischen mit Zellstoff oder einem weichen Tuch abwischen; mehrfach das Messprisma und das Beleuchtungsprisma mit einem Ethanol-getränktem Tuch reinigen. Ein Besprühen der Prismen mit Lösungsmitteln ist unbedingt zu vermeiden!

NMR Spektroskopie

Theorie hinter ^1H -NMR (Kernspinresonanzspektroskopie)

- Die **^1H -NMR-Spektroskopie** basiert auf der Wechselwirkung von Wasserstoffkernen (^1H) mit einem starken Magnetfeld.
- Wasserstoffkerne besitzen einen Spin ($i=1/2$) und verhalten sich wie winzige Magneten.
- Im Magnetfeld richten sich diese Spins entweder parallel (niedrigere Energie) oder antiparallel (höhere Energie) aus.
- Ein Radiowellenimpuls (RF-Puls) kann die Spins in die energetisch angeregte Position bringen.
- Die Frequenz, bei der diese Anregung erfolgt (die **Resonanzfrequenz**), hängt von der elektronischen Umgebung des Wasserstoffatoms ab — das führt zu chemischen Verschiebungen (**δ -Werten**) im Spektrum.

Praktische Anleitung zur Aufnahme eines ^1H -NMR-Spektrums

1. Probenvorbereitung

- Wiege ca. **10–20 mg** deiner Substanz (bei niedermolekulare, reine Stoffen reichen oft auch 1–2 mg). Löse die Probe in ca. **0.6 mL** eines **deutერიerten Lösungsmittels** (z.B. CDCl_3 , $\text{DMSO}-d_6$, D_2O).
- Deutერიerte Lösungsmittel sind wichtig, da sie keine störenden ^1H -Signale erzeugen und ein internes Lock für die Feldstabilisierung liefern. Falls deine Substanz schlecht löslich ist, erwärme die Lösung vorsichtig oder probiere ein alternatives Lösungsmittel.

2. Befüllen des NMR-Röhrchens

- Überführe die Lösung in ein sauberes NMR-Röhrchen (5 mm Durchmesser).
- Die Flüssigkeitssäule sollte ca. **5 cm** hoch sein.
- Verschließe das Röhrchen mit einem Deckel. Entferne vorsichtig eventuelle Luftblasen (bei D_2O). Putze die Röhrchen Außenseite mit etwas Isopropanol oder Aceton.

3. Aufnahme des Spektrums (wird im Praktikum nicht selbst gemacht)

- Wähle geeignete Messparameter:
 - **Spektralbereich** (meist ca. 0–12 ppm)
 - **Scan-Anzahl** (für konzentrierte Proben reichen 8–16 Scans; für verdünnte Proben evtl. 64+ Scans)
- Starte die Messung und warte, bis die gewünschten Scans abgeschlossen sind.

4. Verarbeitung des Spektrums

- Benutze Bearbeitungsprogramme wie MestReNova oder TopSpin
- Kalibriere das Spektrum an der internen Referenz (z.B. das **^1H Residual Lösungsmittel-Signal** z.B. CHCl_3 in $\text{CDCl}_3 = 7.26 \text{ ppm}$; oder TMS = **0 ppm**).
- Falls nötig, nutze:
 - **Phasenkorrektur** zur Optimierung der Peakform
 - **Baseline-Korrektur** zur Entfernung von Grundrauschen

5. Interpretation

- Bestimme die **chemische Verschiebung (δ)** für jeden Peak → gibt Aufschluss über die chemische Umgebung.
- Achte auf die **Kopplungsmuster (J-Kopplung)** → zeigt benachbarte Protonen und ihre Abstände.
- Die **Integrale** geben Aufschluss über die Protonenzahl in den jeweiligen Umgebungen.
- Sind alle Protonen korrekt sichtbar? Stimmen die Kopplungsmuster und Verschiebungen übereins mit ihre Erwartungen für den Zielstruktur? Viel Spaß!

Organoleptische Analytik

Die organoleptische Analytik bezieht sich auf die Bewertung von Substanzen anhand der menschlichen Sinne wie Geruch, Aussehen und Farbe. Im organisch-chemischen Labor dient sie dazu, erste Hinweise auf die Identität und Reinheit von Verbindungen zu erhalten. *Geschmackstests waren früher üblich, sollten allerdings **NIEMALS** durchgeführt werden.*

Visuelle Inspektion:

- **Farbe und Aussehen:** Beobachte die Farbe, Transparenz und den physikalischen Zustand (fest, flüssig, gasförmig) der Substanz (→Reinheit).
- **Konsistenz:** Beurteile die Textur bei festen Stoffen oder die Viskosität bei Flüssigkeiten (→zB Anwesenheit von Lösungsmittel).

Geruchstest:

- **Vorsichtige Annäherung:** Wie bei der Überprüfung, ob eine Windel sauber oder schmutzig ist, lässt lieber den Dampf sanft mit der Hand an der Nase verströmen, statt die Substanz direkt zu schnuppern, um eine Überexposition zu vermeiden (ein Anfängerfehler den man nur einmal macht).
- **Geruchsbeschreibung:** Notiere charakteristische Gerüche, die auf bestimmte funktionelle Gruppen oder molekulare Motiven (→zB Wintergreen, Limonene), oder Verunreinigungen (→zB Aminen, Thiole, LM) hinweisen können.

Wichtige Hinweise:

Sicherheitsmaßnahmen: Da Verbindungen auch toxisch, reizend oder allergen wirken können, ist Vorsicht geboten. Direkter Hautkontakt und das direkte Einatmen von Dämpfen sollten unbedingt vermieden werden. Schutzausrüstung ist obligatorisch.

Subjektivität: Die organoleptische Analyse ist subjektiv und kann je nach Person variieren. Daher sollte sie durch instrumentelle Analysen ergänzt werden, um objektive Daten zu erhalten. Allerdings kann in einigen Fällen (z.B. bestimmte Thiole) ein Geruchstest empfindlicher sein als die meisten instrumentellen Analysemethoden.

Einsatzbereich: Diese Methode eignet sich besonders für die schnelle Vor-Ort-Beurteilung von Substanzidentität, oder Anwesenheit von Verunreinigungen, dient jedoch nicht als alleiniges Kriterium für die Identifizierung oder Reinheitsbestimmung.

TU Dresden, Organische Chemie

Skript zur Grundpraktikum

G1 – Fraktionierte Destillation unter Normaldruck	41
G2 – Filtration und Umkristallisation	42
G3 – Extraktion	43
G4 – Säulen- und Dünnschichtchromatographie	44
G5 – Sauberkeit (Fluorophor)	48
G6 – Wasserdampf- & Vakuumdestillation: Isolierung von Limonen	50
P1 – Radikalische Halogenierung mit Sulfurylchlorid	52
P2 – Nucleophile Substitution: Benzyltriphenylphosphoniumbromid	54
P3 – Eliminierung (Dehydratisierung) von Cyclohexanol	55
P4 – Addition: Hydroborierung von 2-Phenylpropen	56
P5 – Veresterung, Umesterung und Fluoreszenz: Wintergrün-Öl	57
P6 – Diels-Alder-Reaktion von Anthracen mit Maleinsäureanhydrid	59
P7 – S _E Ar: Friedel-Crafts-Acylierung (Vilsmaier-Haack)	60
P8 – S _N Ar von Pyridin an 2,4-Dinitrochlorbenzol	61
P9 – Nucleophile Ringöffnung von Heterocyclen	62
P10 – Acetalisierung von Carbonylverbindungen	64
P11 – Carbonylverbindung + Heteroatom-Nucleophil 1	65
P12 – Carbonylverbindung + Heteroatom-Nucleophil 2	66
P13 – Carbonylverbindung + C-Nucleophil 1: Wittig	68
P14 – Carbonyl plus C–H-aciden Verbindungen I: Knoevenagel	69
P15 – Carbonyl plus C–H-aciden Verbindungen II: Darzens	70
P16 – Carbonylverbindung + C-Nucleophil 2: Grignard	71
P17 – Reduktion mit NaBH ₄ : <i>trans</i> -/ <i>cis</i> -4- <i>tert</i> -Butylcyclohexan-1-ol	73
P18 – Oxidation von Alkylaromaten (4-Chlorbenzoesäure)	74
P19 – 5,5-Dimethyl-1,3-cyclohexandion (Dimedon): Michael-Addition	75
P20 – Umsetzung von Enolen	76
Ausführlichere Sicherheitsinformationen für alle Versuche	78
Schlusswort OC GP	105

Methoden & Aspekte der Grundoperationen:

Sauberes Einwiegen und Arbeiten. (Säure-Base) Extraktion; Filtration; und Zentrifugieren. Rotationsverdampfer; Destillation (Fraktionierte, Wasserdampf-, Vakuum-). Umkristallisation. Chromatographien (Dünnschicht- & Säulen-). Brechungsindex, Schmelzpunkt.

Methoden & Aspekte der Präparate:

Umgang mit ätzenden & reaktiven Stoffen (Deaktivierung von Peroxiden und reaktive Reagenzien, Tränengasstoffe) sowie reaktive Metalle und Organometallische Reagenzien; dazu Lösemittel-Trocknung, Feuchtigkeitsausschluss, sicheres einwiegen, usw.

Durchführung: Kontrollierte Reagenzzugabe, Temperatur- und pH-Kontrolle, Azeotrope Destillationen, Gleichgewichtsverschiebung und Wasserabscheider (Dean-Stark); Naturstoffisolierung, Katalysierte Reaktionen, Stereoisomere, Regioselektivität, Kettenreaktionen, Namensreaktionen, Markierungsreaktion; mechanistische Überbrückung von beobachteten Intermediaten zur Reaktionsmechanismus.

Analytik: Einsatz von IR-, NMR-, UV-Vis- und Fluoreszenz-Spektroskopien.

G1 – Fraktionierte Destillation unter Normaldruck

Methoden: Fraktionierte Destillation, Brechungsindex

Aspekte: Trennung von Gemischen

1. Durchführung

Mithilfe einer Vigreux-Kolonne wird ein Gemisch aus **Aceton** und **Toluol** (ca. 50 mL Gesamtmenge) durch fraktionierte Destillation unter Normaldruck getrennt.

2. Charakterisierung

Für beide Lösemittel werden im Protokoll Ausbeuten (in g) und Brechungsindizes (Aceton: 1.3591^[1], Toluol: 1.4969^[1]) bestimmt.

3. Hinweise

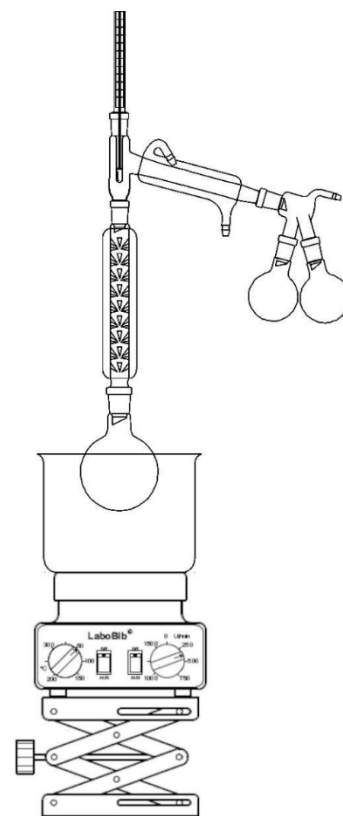
1. Vorlagen auswiegen.
2. Destillationskolben so wählen, dass er nach Zugabe des Lösemittelgemischs etwa halb voll ist. Dies ermöglicht ausreichend Raum zum Sieden.
3. Destillationskolben wegen optimaler Wärmeübertragung so tief wie möglich ins Ölbad absenken.
4. Wasserschläuche am Kühler mit Schlauchschellen befestigen, Wasserwächter ablaufseitig einbauen und Kühlwasserfluss entgegen Dampfrichtung einstellen.
5. Klammern korrekt angebracht? Hebebühne beweglich? Ölbad kann bei abgesenkter Hebebühne von Apparatur entfernt werden?
6. Spinne frei drehbar? Apparatur eingefettet?
7. Temp. Ölbad $\neq$ Temp. Apparatur; Kopftemperatur ist entscheidend. Nie bis zur Trockene destillieren! Langsam herantasten von Starttemperatur bei ca. Siedepunkt von Aceton.
8. Vorlage mit Eis kühlen aufgrund des niedrigen Siedepunktes von Aceton.

4. Ausgewählte Schutzmaßnahmen

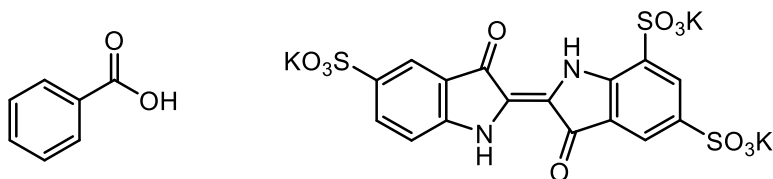
Toluol kann beim Verschlucken tödlich sein. Aspirationsgefahr (Kategorie 1). Die Inhalation von Toluoldämpfen kann zu unspezifischen Symptomen wie Müdigkeit, Unwohlsein, Empfindungsstörungen, Störungen der Bewegungskoordination und Bewusstseinsverlust führen. Daher ausschließlich im Abzug arbeiten!

5. Referenzen

[1] K. Schwetlick, Organikum: Organisch-chemisches Grundpraktikum, 24. Aufl., Wiley-VCH, Weinheim, 2015.



G2 – Filtration und Umkristallisation



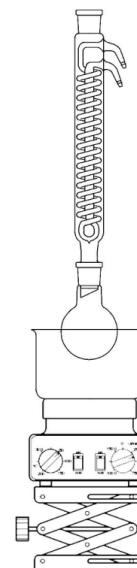
Methoden: Filtration, Umkristallisation (evtl. UV-Vis, IR, Zentrifugieren)

Aspekte: Trennen von Stoffen mit unterschiedlicher Löslichkeit

Sicherheit: Keine besonderen Schutzmaßnahmen erforderlich.

1. Isolierung und Reinigung

Ein Gemisch aus Seesand, Benzoesäure und Kaliumindigotrisulfonat wird mit Wasser versetzt und zum Sieden erhitzt. Man beginnt zunächst mit wenig Wasser. Falls die Benzoesäure in der Siedehitze nicht komplett gelöst ist, wird weiter Wasser durch den Rückflusskühler zugetropft bis gerade so vollständige Löslichkeit erreicht wird. Der unlösliche Seesand wird durch Absaugen der heißen, wässrigen Lösung durch einen heißen Büchnertrichter oder eine heiße Glasfritte entfernt. Die Lösung wird langsam abgekühlt (zum Schluss evtl. mit Eiswasser), wobei ein Bestandteil (welcher?) auskristallisiert während ein anderer Bestandteil (welcher?) gelöst bleibt. Das Kristallisat wird abgesaugt, zunächst mit wenig eiskaltem Wasser, dann mit Petrolether (oder Isohexan) gewaschen und getrocknet. Eventuell muss ein weiteres Mal umkristallisiert werden.



2. Optionale Erweiterung

UV-Vis von Filtrat: man erstellt eine Verdünnungsreihe mit jeweils zehnfacher Verdünnung und misst die Spektren bis die Absorption unter 1 liegt (linearer Bereich des Spektrometers!); anschließend errechnet man mithilfe des Extinktionskoeffizienten die Konzentration im Filtrat.
IR von Benzoesäure.

3. Fragen & Anmerkungen

Statt ein Kristallisat abzufiltrieren, kann auch **zentrifugiert** werden (was nicht Teil dieses Vorversuchs ist, aber als Möglichkeit für andere Präparate berücksichtigt werden sollte – je nach Menge und Lösungsmittel ist Zentrifugieren schneller, skalierbarer (durch 24 Zentrifugenröhrchen), und vermeidet die Gefahr der Verstopfung des Filters (insbesondere problematisch wenn Wasser als Lösungsmittel eingesetzt wird).

Kaliumindigotrisulfonat: Wofür wird Kaliumindigotrisulfonat in der Industrie verwendet? Welche ähnlichen Farbstoffe gibt es in der Lebensmittelchemie (siehe z.B. E132) oder in der Modeindustrie (Jeans)? Wären diese miteinander austauschbar oder nicht (Beachte die jeweilig notwendigen chemischen / physikalischen Eigenschaften).

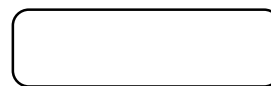
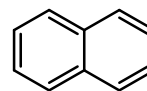
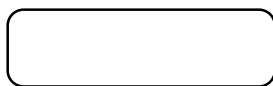
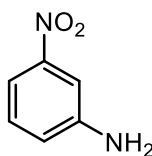
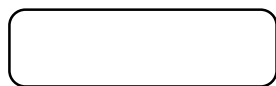
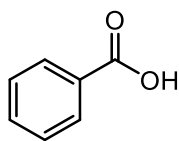
4. Charakterisierung / Protokoll

Man bestimmt Ausbeute und Schmelzpunkt der umkristallisierten Benzoesäure (Fp. 122 °C). Der abgetrennte Seesand wird ebenfalls ausgewogen.

5. Literatur

Organikum 24. Auflage S. 29–33; 23. Auflage S. 33–37.

G3 – Extraktion



Methoden: Extraktion / Säure-Base Extraktion, Umkristallisation, Rotationsverdampfer

Aspekte: Trennung von Gemischen

1. Durchführung

Ein Gemisch aus gleichen Gewichtsteilen der drei oben dargestellten Stoffe (Gesamtmenge ca. 3 g) wird in 50 mL Diethylether gelöst und in einem Scheidetrichter mit 50 mL 5% HCl im Abzug (!) ausgeschüttelt.

WICHTIG: Der Belüftungshahn muss dabei geschlossen sein und der Stopfen fest mit der Hand gehalten werden. Um den Überdruck abzubauen, muss der Scheidetrichter in kurzen Abständen belüftet werden.

1. Produkt: Die wässrige Phase wird von der Etherphase abgetrennt und unter Kühlung mit einem Eisbad mit so viel 3 M Natronlauge versetzt (ca. 30 mL), bis die Lösung alkalisch reagiert (Kontrolle mit pH-Papier). Der gelbe Niederschlag wird abfiltriert, mit Wasser gewaschen, getrocknet, ausgewogen, und anhand des Schmelzpunktes identifiziert. Bitte die berechnete Ausbeute angeben.

2. Produkt: Die verbleibende Etherphase wird nun im Scheidetrichter mit 50 mL 5% NaOH-Lösung ausgeschüttelt, wobei der Scheidetrichter öfter belüftet werden muss. Die wässrige Phase wird von der Etherphase abgetrennt und mit so viel 6 M HCl versetzt (ca. 30 mL), bis die Lösung sauer reagiert (Kontrolle wieder mit pH-Papier). Der farblose Niederschlag wird abfiltriert, mit Wasser gewaschen, getrocknet, ausgewogen und anhand des Schmelzpunktes identifiziert. Ausbeute bitte angeben.

3. Produkt: Als letztes wird die Etherphase mit ca. 50 mL NaCl-Lösung ausgeschüttelt. Die wässrige Phase wird abgetrennt und verworfen. Die Etherphase wird mit wenig wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Nach dem Abfiltrieren des Trockenmittels wird der Diethylether im Rotationsverdampfer abdestilliert. Der gelbliche feste Rückstand wird aus Ethanol/Wasser (ca. 30 mL) umkristallisiert. Das farblose kristalline Produkt wird getrocknet, ausgewogen und anhand des Schmelzpunktes identifiziert. Bitte Ausbeute angeben.

2. Charakterisierung

Identität: **Schmelzpunkt;**

Reinheit: **DC** (bei DC: einmal polaren und einmal unpolaren Eluenten probieren).

3. Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Achtung: Wie immer wenn Sie mit Chemikalien umgehen: tragen Sie Handschuhe, Schutzbrille, langärmelige Kittel und lange Hosen (besonders wichtig beim Umgang mit hochkonzentrierten wässrigen NaOH- und HCl-Lösungen). Tragen sie nie Kontaktlinsen. Bei Kontakt mit konz. HCl oder NaOH ziehen Sie die Kleidung sofort aus und waschen sie sich am Spülbecken oder unter der Notdusche, um zu vermeiden, dass Natriumhydroxid auf Ihrer Haut verbleibt und verteilt (Verbrennungen und Verseifung der Haut). **Bei Augenkontakt** 30 Minuten mit Wasser spülen (halten Sie die Augenlider mit den Fingern geöffnet).

G4 – Säulen- und Dünnschichtchromatographie

Aufgabe: Trennen Sie die zwei Regioisomere 2,6-Dimethylphenol und 3,5-Dimethylphenol durch Säulenchromatographie. Bestimmen Sie dafür zunächst ein sinnvolles Laufmittelverhältnis mit Hilfe von Dünnschichtchromatographie (DC).

Methoden: Säulenchromatographie; Dünnschichtchromatographie

Aspekte: Aufreinigung, Retentionsfaktor

Dünnschichtchromatographie (DC)

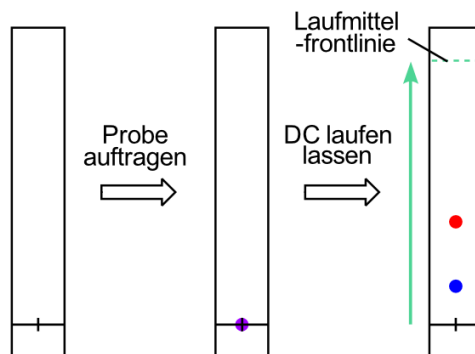
Bestimmung eines geeigneten Laufmittelgemischs:

- Schneiden Sie sich aus den Ihnen ausgehändigten DC-Platten (20x20 cm) 5 kleine DCs mit den Maßen von ungefähr 2x6 cm aus. Schneiden Sie dabei vorsichtig um die empfindliche Oberfläche der DC-Platte nicht zu zerstören. Es ist sinnvoll zunächst 6 cm breite Streifen aus der DC-Platte zu schneiden, bevor man die kleinen DCs herausschneidet.
- Zeichnen Sie auf der ausgeschnittenen DC mit Bleistift vorsichtig (wenig Druck ausüben) eine gerade Linie, welche ca. 1 cm von der Kante entfernt ist - dies ist Ihre Grundlinie.
- Zeichne einen kurzen Strich senkrecht auf die Grundlinie an der Stelle, auf die Sie später die Probe auftragen wollen. (Anmerkung für die Kontrolle der einzelnen Säulenfraktionen im nächsten Abschnitt: Zeichnen Sie auf einer breiteren DC im Abstand von 0.5 cm einen Strich für jede Fraktion plus einen Zusätzlichen für die Referenz.)
- Beschriften Sie die DC (Obere Kante: Versuchsnummer + Laufmittelgemisch; Unter der Grundlinie: aufzutragende Probe):
- Tragen Sie eine kleine Menge der Referenzlösung mit Hilfe eines Kapillarröhrchens auf den Strich der Grundlinie auf. Das Auftrag sollte in mehreren Runden erfolgen, wobei das Lösungsmittel zwischen dem Tüpfeln verdampfen sollte, um den aufgetragenen Spot **so klein wie möglich zu halten** (ca. Stecknadelkopf groß). (Anmerkung für die Kontrolle der einzelnen Säulenfraktionen im nächsten Abschnitt: Stellen Sie sich ein kleines Gefäß mit Aceton und Papiertücher bereit, um die Kapillare zwischen dem Tüpfeln der einzelnen Fraktionen zu reinigen um Kreuzverunreinigungen zu verhindern. Tauchen sie dazu die Kapillare in das Aceton ein und entfernen Sie das aufgenommene Aceton wieder, indem Sie die Kapillare vorsichtig auf das Papiertuch tüpfeln.)
- Füllen Sie die DC-Kammer mit ca. 10 mL des Laufmittelgemischs und schließen Sie die Kammer, damit sich die Atmosphäre mit dessen Dämpfen sättigen kann.
- Stellen Sie die getüpfelte und wieder getrocknete DC in die Kammer und lassen Sie die Lösemittelfront bis knapp unter die Oberkante (~0.5–1 cm) der DC laufen. Entferne dann die DC aus der Kammer, markieren die Position der Lösemittelfront und lasse sie trocknen.
- Verwenden Sie UV-Licht oder einen „Stain“, um die „Spots“ sichtbar zu machen und markiere diese mit einem Bleistift.

Überprüfen Sie die Ergebnisse Ihrer DC und bestimmen Sie die R_f -Werte der einzelnen Substanzen indem Sie den Laufweg der Substanzen (wähle den Mittelpunkt der „Spots“) und den der Lösemittelfront abmessen und folgende Formel anwenden:

$$R_f(\text{Substanz}) = \frac{\text{Laufweg der Substanz}}{\text{Laufweg der Lösemittelfront}}$$

Als Faustregel wird für die Wahl des Startlaufmittelgemisch ein R_f -Wert von ~0.3 für die am schnellsten laufende Zielsubstanz angepeilt (schwere Trennungen: ~0.1).



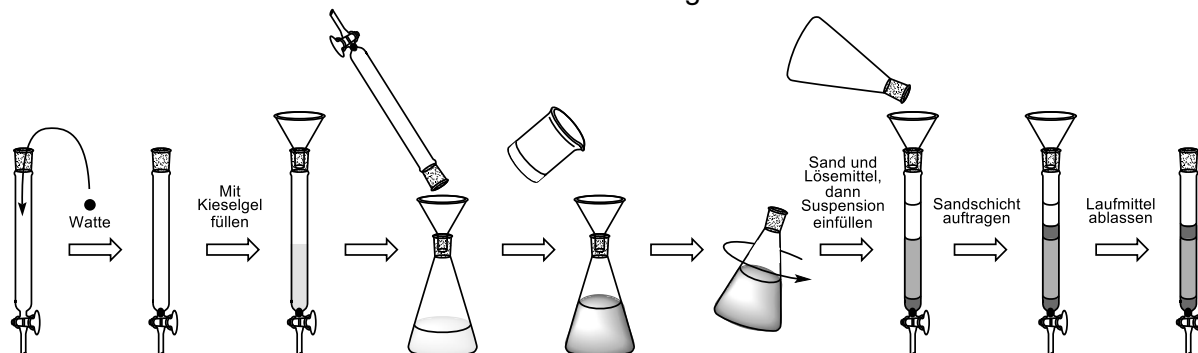
Laufmittelgemisch	Isohexan/Ethylacetat -Verhältnis	R _f (Substanz 1)	R _f (Substanz 2)
1	100/0		
2	95/5		
3	90/10		
4	70/30		
5	0/100		

Säulenchromatographie

Vorbereitung der Säule:

- Geben Sie einen Watteball in die Säule und drücken Sie diesen an der Verjüngung vor dem Hahn mit einem Stab leicht an. Der Watteball sollte dabei die Verjüngung komplett verdecken; aber nicht zu stark komprimiert sein, da dies die Säule verstopfen kann.
- Befestigen Sie die Säule mit zwei Klammern am Stativ, sodass zwischen Auslass der Säule und den Reagenzgläsern im Ständer ca. 0.5 cm Abstand vorhanden ist. Eine Klammer sollte am Hals der Säule und eine am Körper der Säule angebracht werden. Achten Sie darauf, dass die Säule dabei gerade hängt. Achtung: Die Säule sollte nach jeder Manipulation wieder sicher geklammert werden, jedoch ziehen Sie die Klammern nicht zu fest an, da die Säule brechen könnte.
- Füllen Sie die Säule mit trockenem Kieselgel bis zur gewünschten Füllhöhe (~15 cm) auf.
- Überführen Sie das abgemessene, trockene Kieselgel in einen Erlenmeyerkolben.
- Schlämmen Sie das Kieselgel durch Zugabe des Laufmittelgemisches auf und schwenken Sie dabei den Kolben. Geben Sie so viel Laufmittel zu, bis eine gut gießfähige Suspension entsteht. (Anmerkung: Je nach Lösemittel kann das Kieselgel sich dabei leicht erwärmen.)
- Kontrollieren Sie ob der Wattestopfen noch richtig sitzt und schütten Sie eine 2 cm hohe Sandschicht auf diesen. Schließen Sie den Hahn und füllen Sie dann die Säule vorsichtig mit ~10 cm Lösemittel auf. Kontrollieren Sie durch kurzes öffnen des Hahns, ob die Säule verstopft ist. Falls ja, wenden Sie sich an einen Assistenten.
- Gießen Sie nun die Kieselgel-Suspension in die Säule. Falls sich noch Kieselgelreste im Erlenmeyerkolben befinden, überführen Sie die Reste mit ein wenig des Laufmittelgemisches.
- Warten Sie bis sich das Kieselgel komplett abgesetzt hat. Falls Luftblasen im Kieselgel gefangen sind, können Sie diese durch vorsichtiges Klopfen lösen.
- Schütten Sie vorsichtig eine 1–2 cm dicke Schutzschicht aus Sand auf das Kieselgelbett. Lassen Sie dann den Überstand an Laufmittel bis zur Sandschicht ablaufen und schließen Sie den Hahn.

Anmerkung: Besitzt die Säule bereits eine Glasfritte vor der Verjüngung, so wird die unter Sandschicht und die Watte nicht benötigt.

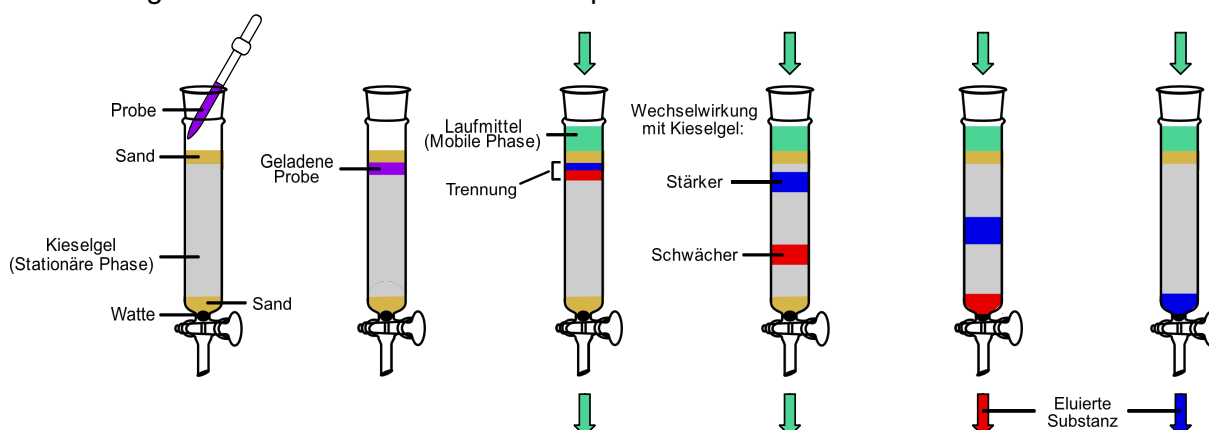


Beladen der Säule:

1. Lösen Sie die Probe vorsichtig in 1–2 mL des Laufmittels.
2. Beladen Sie die Säule vorsichtig mit einer langen Pipette, indem sie die Probenlösung über die Wand an der Säule herunterlaufen lassen. Achten Sie darauf, dass Sie die Kieselgeloberfläche dabei nicht aufwirbeln/stören.
3. Spülen sie das Probenbehältnis mit ein wenig des Laufmittelgemischs (0.5 mL) nach und geben Sie die Lösung wie oben beschrieben auf die Säule.
4. Lassen Sie dann den Überstand in das Kieselgelbett laufen.
5. Spülen Sie die Wände vorsichtig mit etwas Laufmittelgemisch (ca. 5 mL) ab um Probenrückstände an den Wänden der Säule herunterzuspülen. Lassen Sie den Überstand in das Säulenbett laufen und wiederholen sie diesen Schritt.
6. Befüllen Sie die Säule vorsichtig mit dem Laufmittelgemisch über einen Trichter und beginnen Sie mit der Durchführung der Säule.

Durchführung der Trennung:

1. Stellen Sie das erste Reagenzglas unter den Auslass der Säule.
2. Öffnen Sie den Hahn der Säule und fangen Sie eine Fraktion mit ca. 18 mL Volumen (Volumen Reagenzglas: 20 mL) im Reagenzglas auf.
3. Schließen Sie den Hahn und tauschen Sie das volle Reagenzglas gegen ein Neues aus. Wiederholen Sie den Vorgang bis Sie 10 Fraktionen á 18 mL gesammelt haben und führen Sie dann eine Dünnschichtchromatographie zur Kontrolle durch (siehe oben).
Achtung: Lassen Sie die stationäre Phase nie austrocknen und füllen Sie bei Bedarf Laufmittelgemisch nach.
4. Falls nach 10 Fraktionen noch nicht beide Substanzen vollständig von der Säule eluiert wurden, sammeln Sie 5 weitere Fraktionen von der Säule und führen Sie danach erneut eine Dünnschichtchromatographie zur Kontrolle durch.
5. Nach Beendigung der Säule werden die Fraktionen, die die gleiche Substanz enthalten, zusammengeführt (Mischfraktionen sollten separat gesammelt werden) und das Lösungsmittel mit dem Rotationsverdampfer entfernt.



Ergebnisse der Säule

Fraktionsbereich	R _f -Wert	Masse	Schmelzpunkt

1. Charakterisierung

Bestimme die Schmelzpunkte der sauberen Fraktionen.

Schmelzpunkte:

- 2,6-Dimethylphenol: 44–46 °C.
- 3,5-Dimethylphenol: 61–64 °C.

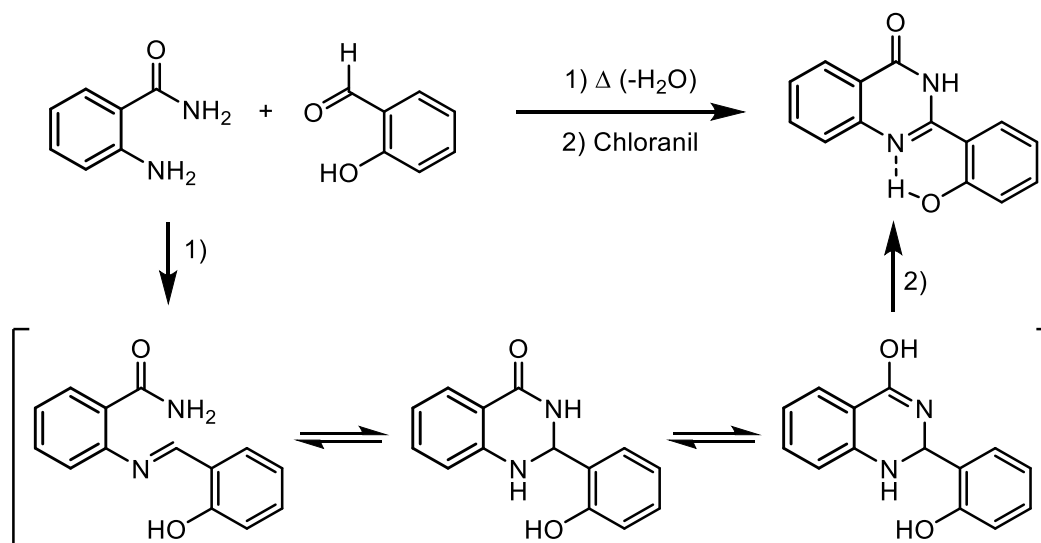
2. Fragen & Anmerkungen

Welches der beiden Isomere eluiert schneller und welches langsamer? Woran liegt das?

3. Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Kieselgel: Das Einatmen von Kieselgel-Stäuben sollte unbedingt vermieden werden. Füllen Sie deshalb das trockene Kieselgel nur im Abzug und mit teilweise geschlossener Scheibe um. Entfernen Sie verschüttetes Kieselgel mit einem feuchten Papiertuch.

G5 – Sauberkeit (Fluorophor)



2-Hydroxyphenylchinazolinon (HPQ)

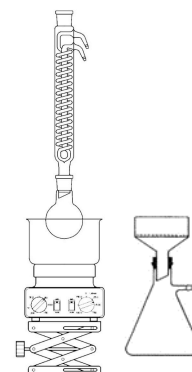
Aspekte: Sauberes Arbeiten, Synthese eines anormalen Fluorophors

Methoden: Reaktion unter Rückfluss, Zentrifugieren/Absaugen, Reaktionskontrolle (DC)

Sicherheit: Keine besonderen Schutzmaßnahmen erforderlich.

1. Durchführung der Reaktion

Zu Anthranilamid (0.50 g, 3.7 mmol, 1.0 Äq.) werden 10 mL relativ trockenes* EtOH gegeben. Salicylaldehyd (0.45 g, 3.7 mmol, 1.0 Äq.) wird unter Rühren zugegeben. Die Lösung wird gerührt und unter Verwendung eines Dimrothkühlers auf 80 °C erhitzt. Nach 20 min wird die Heizung entfernt. Zwei Tropfen der Mischung werden für eine DC-Probe entnommen ("Zeitpunkt 1") und anschließend wird *p*-TsOH·H₂O (30 mg, 0.15 mmol, 0.04 Äq.) zugegeben. Die Lösung wird wieder unter Rühren und Verwendung des Dimrothkühlers 1 h auf 80 °C erhitzt.



Die Lösung wird auf RT abgekühlt ("Zeitpunkt 2") und das Oxidationsmittel Chloranil (0.93 g, 3.8 mmol, 1.03 Äq.) wird zugegeben. Die Mischung wird bei Raumtemperatur über Nacht gerührt. (Qualitative Reaktionskontrolle durch Beleuchten der Rundkolben mit einer UV-Lampe möglich). Führen Sie dann eine DC der Reaktion durch ("Zeitpunkt 3")**.

2. Reaktionskontrolle durch DC

1-2 Tropfen der Reaktionsmischung werden mit Aceton verdünnt, und gegen die Edukte und Proben, die zu anderen Zeitpunkten genommen wurden, dünnschichtchromatographisch analysiert (Eluenten: DCM:MeOH 9:1 und Isohexan:EtOAc 1:1). Das Produkt fluoresziert grün auf der DC-Platte (Anregung ~360 nm, Emission ~530 nm). Die anderen Verbindungen lassen sich normalerweise am bestens mit einer UV-Lampe bei 254 nm oder durch Anfärben mit einem Anfärbereagenz (*stain*) sichtbar machen. Sie haben die freie Wahl, ein passendes Anfärbereagenz auszuwählen. Zeichnen Sie alle DC-Spots in das Protokoll und machen Sie Vorschläge, um welche Verbindungen es sich handelt.

3. Isolierung und Reinigung

Option 1: Zentrifugieren: Der blasse Feststoff wird in 10 mL EtOH suspendiert und anschließend abzentrifugiert. Der Überstand wird abdekantiert. Der Feststoff wird nochmals in 10 mL EtOH suspendiert und zentrifugiert. Der Vorgang wird noch zweimal mit je 10 mL Et₂O wiederholt.

Option 2: Absaugen: Der blasse Feststoff wird in 20 mL EtOH suspendiert und anschließend filtriert (Büchnertrichter oder Glasfritte). Der Filterkuchen wird zweimal mit Et₂O (10 mL) gewaschen.

Der Feststoff wird dann an der Luft getrocknet.^{***} Das Produkt **HPQ** (86%, $R_f \sim 0.5$ in Isohexan:EtOAc 1:1) zeigt grüne Fluoreszenz unter der UV-Lampe (365 nm). Füllen Sie Ihr Produkt in ein Schnappdeckelgläschen um.

4. Charakterisierung

DC. Es wird ggf. auch ein ¹H-NMR-Spektrum des Produkts aufgenommen.

5. Putzen & Sauberkeit

Bevor Sie beginnen zu putzen, **überprüfen** Sie zuerst die **Sauberkeit** ihrer Geräte und ihres Platzes mit einem **UV-Schwarzlicht**. Die hellgrüne Fluoreszenz dieses Produkts kann dabei als Tracer verwendet werden, um zu überprüfen, wie sauber Sie gearbeitet haben (fluoreszierende Flecken auf Ihren Handschuhen, Laborkitteln, im Abzug oder in der Nähe der Waage) und wie gut Sie Ihre Glasgeräte (Büchner-Trichter, Rundkolben, Spatel, etc.) gereinigt haben. Bitte merken: Verschmutzungen der Handschuhe, Laborkittel, und Abzüge treten sehr schnell auf, oft ohne dass man es bemerkt, wenn die Stoffe farblos sind!

Reinigen sie anschließend Ihren Abzug und Ihre Glasgeräte. Sie werden feststellen, dass die schlechte Löslichkeit der HPQs eine kluge Auswahl des LMs zum Putzen erfordert. Welche chemische Eigenschaft der HPQs könnten Sie nutzen, um sie effizienter zu entfernen? Bitte für die Zukunft merken: eine Grundreinigung der Abzüge, Glasgeräte und Geräte erfordert viel mehr als nur "ein einfaches Abwischen und einen Spritzer Aceton"!

Wenn Sie der Meinung sind, dass ihre Glasgeräte und der Abzug sauber geputzt sind, teilen Sie es dem Assistenten mit - er wird die Sauberkeit mit UV-Schwarzlicht überprüfen. Achtung: bei unsauberen Glasgeräten werden ihre nächsten Präparate auch fluoreszieren!

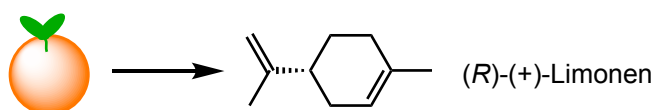
6. Hinweise

* Trockenes EtOH ist im Allgemein vorteilhaft für Condensationsschritte, hier sollte aber >>99.9% nicht notwendig sein (HPLC reicht). ** Wenn nach der Oxidation doch keine grüne Fluoreszenz sichtbar wird, signalisieren Sie dies; die Oxidation wird dann forciert (Überschuss Chloranil und/oder Hitze). *** *Normalerweise würde man restlichen Diethylether am Roti oder im Vakuum entfernen; aber hier hat das feine, fluffige Pulver eine starke Tendenz vom Lösungsmitteldampf mitgeschleppt zu werden (Verschmutzung des Rotis / Vakuumrechnens. Im F-Labor verfügt man über Methoden, dies zu vermeiden, z.B. Bump Trap am Roti).*

7. Optionale Erweiterung - Fluoreszenz in der Festphase

Wenn ihre Produkt nachweislich sauber ist (DC) und ihr Arbeitsplatz und Glasgeräte sauber sind (UV) können Sie sich bei Interesse auch melden, um Fluoreszenzspektren aufzunehmen (Anregungs- sowie Emissionsspektren). Diese kann auch an einem späteren Tag erfolgen. Heben Sie einfach ihre HPQ-Probe auf. HPQ ist ein anormaler Fluorophor. Es zeigt in der Festphase eine deutliche stärkere Fluoreszenz als in Lösung, mit einer extremen bathochromen Verschiebung. Deswegen würden wir sein Fluoreszenzspektrum entweder als Pulver (trocken) oder als Suspension messen wollen. Die Assistenten werden Sie dabei praktisch begleiten und die Besonderheiten erklären.

G6 – Wasserdampf- & Vakuumdestillation: Isolierung von Limonen

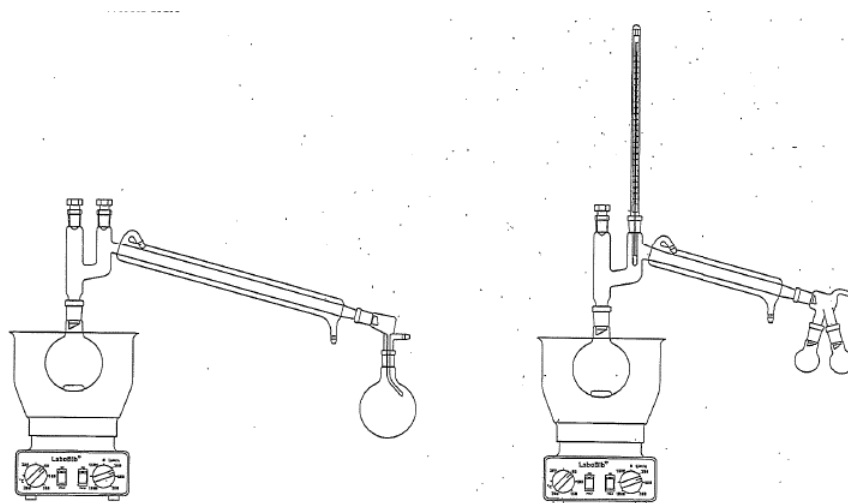


Methoden: „Wasserdampf-Destillation“, Vakuumdestillation, Extraktion

Aspekte: Naturstoffextraktion, Siedepunkte

1. Durchführung: Isolierung und Reinigung

150 g Orangenschalen werden mit einem Messer klein geschnitten und zusammen mit 300 mL Wasser in einen 500 mL-Rundkolben gegeben (Hinweis: das weiße Orangenmark enthält sehr wenig Limonen). Der Kolben wird als Destillationskolben an eine Destillationsapparatur befestigt. Das Wasser wird zum Sieden erhitzt und zusammen mit dem extrahierten Öl abdestilliert (Claisen-Destillationsbrücke). Diese vereinfachte „Wasserdampf-Destillation“* wird fortgeführt bis kein Öl mehr übergeht. Dann extrahiert man das Destillat dreimal mit je 50 mL Diethylether. Die vereinigten organischen Phasen werden über Natriumsulfat getrocknet und am Rotationsverdampfer auf etwa 10 mL eingengt. Danach überführt man den Rückstand in einen 25 mL-Rundkolben und engt weiter bis zur Trockene ein. Der verbleibende ölige Rückstand wird am Membranpumpenvakuum mit einer Mikrodestille fraktionierend destilliert. Schon 2 – 3 % Verunreinigungen (z.B. mittels GC zu ermitteln) beeinträchtigen den Geruch des Produktes und machen eine zweite Destillation erforderlich. (R)-(+)-Limonen: Sdp 91–92 °C (45 Torr).¹



2. Charakterisierung

Reinheitskontrolle mittels GC-MS oder ¹H-NMR.

Prüfen Sie auf das Vorliegen von Doppelbindungen durch Addition von Br₂ oder KMnO₄ (Organikum, 23. Auflage, S. 697: z. B. Entfärbung einer wässrigen ~0.002 M Lösung).

3. Fragen & Anmerkungen

Limonen ist ein Monoterpen. Informieren Sie sich über diese Naturstoffklasse und deren Biosynthese. Hat die Verbindung ein Stereozentrum? Welche strukturell ähnlichen Verbindungen kommen in Zitrusfrüchten vor?

*Wasserdampf-Destillation: Das Öl (Limonen), das bei ~100 °C aus der Orangenschale ausgekocht wurde, wird *durch* "Wasserdampfdestillation" in die Gasphase überführt, d.h. bei einer Temperatur von knapp unter 100 °C, also weit unter seinem normalen Siedepunkt von

176 °C. Das Wasserdampf fungiert dabei als *Träger* (eng. "entrainment"), es bildet sich *kein* Azeotrop. Der Vorteil dieses Verfahrens ist, dass es eine schonende Isolierung der ätherischen Öl ermöglicht, ohne eine direkte Destillation bei Raumlufldruck (hier: erhitzen auf 176 °C) die zu Zersetzung der Substanz oder der Matrix führen könnte. Bei der hier durchgeführten *vereinfachten* Wasserdampfdestillation wird der Wasserdampf direkt im Destillationskolben durch siedendes Wasser erzeugt. Bei einer Standard-Wasserdampfdestillation wird der Wasserdampf in einem externen Gefäß erzeugt und in den Destillationskolben eingeleitet.

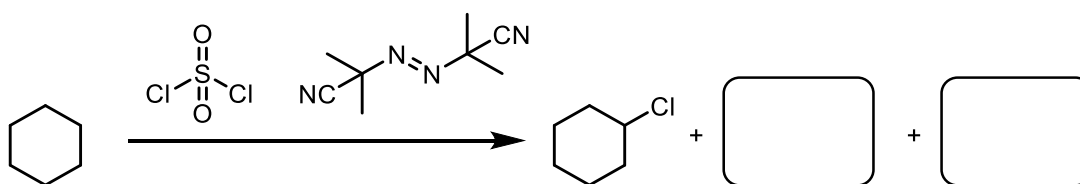
4. Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Vorsicht beim Umgang mit **Diethylether** der **hochentzündlich** ist und darf nicht mit Funken und heißen Oberflächen (z.B. Heizplatte, Heißluftpistole) in Kontakt kommen! Diethylether besitzt einen Flammpunkt von -40 °C und eine Zündtemperatur von 175 °C und kann mit Luft explosionsfähige Gemische bilden (untere Explosionsgrenze: 1.7 Vol.-% !!, 50 g/m³).

5. Literatur

[1] H. P. Jensen, K. B. Sharpless, *J. Org. Chem.* **1975**, 40, 264–265.

P1 – Radikalische Halogenierung mit Sulfurylchlorid

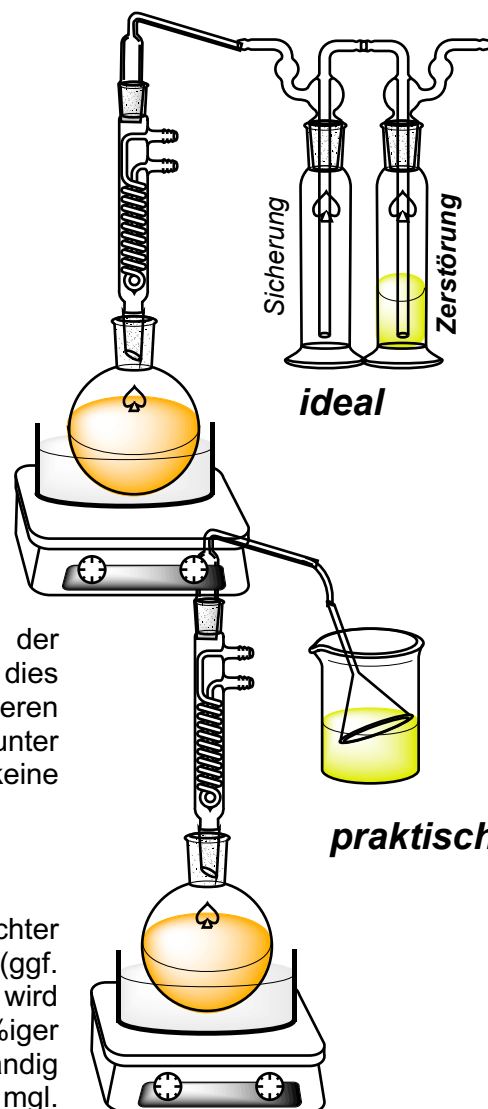


Methoden: Rückflussapparat, Destillation bei Atmosphärendruck

Aspekte: Deaktivierung überschüssigen Reagenzes, Deaktivierung freiwerdender Gase, Ketteninitiator, Nebenprodukte, Umgang mit ätzenden & reaktiven Stoffen

1. Durchführung der Reaktion & Reaktionskontrolle

Cyclohexan (120 mmol), Sulfurylchlorid (100 mmol) und eine Spatelspitze Azobisisobutyronitril (max 50 mg) werden zusammengegeben und gerührt. Um die Reaktion zu verfolgen, kann der Kolben gewogen werden. Anschließend wird das Gemisch unter leichtem Rückfluss erhitzt, wobei SO_2 und HCl frei werden. Die freiwerdenden Gase werden in ein Becherglas oder eine Waschflasche mit einer Lösung aus Ethanolamin in Isopropanol eingeleitet. Aufgrund der Flüchtigkeit des Produktes sollte intensiv gekühlt werden. Nach einer Stunde wird der Reaktionskolben erneut gewogen, um festzustellen, ob der theoretische Masseverlust (~ 10 g) eingetreten ist.* Wenn dies noch nicht der Fall ist, wird nach Zugabe einer weiteren Spatelspitze Azobisisobutyronitril nochmals eine Stunde unter Rückfluss erhitzt. Die Reaktion ist beendet, wenn keine Gasentwicklung mehr zu beobachten ist.



2. Isolierung und Reinigung

Das Reaktionsgemisch wird abgekühlt* und im Scheidetrichter mit 25 mL Eiswasser extrahiert. Es bilden sich zwei Phasen (ggf. nach Zugabe von etwas NaCl). Die organische Phase wird zuerst mit 1M NaOH (10 mL) und danach so lange mit 5%iger Na_2CO_3 -Lösung gewaschen, bis die gesamte Säure vollständig entfernt ist (Überprüfung mit Indikatorpapier; Achtung: mgl. Bildung von CO_2). Anschließend wird mit gesättigter NaCl -Lösung gewaschen, über Natriumsulfat getrocknet und die Reaktionslösung fraktioniert destilliert, wobei nach einem Vorlauf mit dem Siedebereich $80\text{--}135^\circ\text{C}$ (hauptsächlich Cyclohexan) das reine Produkt überdestilliert. Produkt nach Rückgabe sofort deaktivieren (Ethanolamin/iPrOH) und entsorgen.

3. Charakterisierung

Es wird ein ^1H -NMR-Spektrum des Produktes aufgenommen. Bestimmen Sie die Menge (in Masseprozent) an Cyclohexan als mögliche Verunreinigung anhand charakteristischer ^1H -NMR-Signale.

4. Praktische Anmerkungen - Umgehensweise mit ätzenden, reaktiven Reagenzien

Bei diesem Präparat wird mit einem ätzenden, hochreaktiven Edukt gearbeitet und es werden zwei hochätzende gasförmige Produkte gebildet. Die Dämpfe müssen im Abzug gehalten und

deaktiviert werden. Sie dürfen nicht ins Labor gelangen. Aus diesem Grund sind **alle Glasgefäße geschlossen zu halten** (nicht die Reaktionsapparatur). **Glasgeräte und Chemikalienreste sind zu deaktivieren, bevor sie aus dem Abzug entnommen werden.** SO_2Cl_2 direkt im Kolben einwiegen (Achtung: Stopfen benutzen). Bei der Gewichtskontrolle des Kolbens: **immer mit Stopfen** verschließen bevor er aus dem Abzug genommen wird (ätzend!); usw.

Achtung: die erste Aceton-Waschlösung sollte gesammelt werden und entsorgt werden. Nicht zur Redestillation nutzen - **keine Reste von z.B. SO_2Cl_2 oder $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{Cl}$ in den Aceton-Roti!**

*Kolben während/nach der Reaktion abkühlen lassen bevor weitergearbeitet wird. Beim Abkühlen unbedingt die Verbindung zur Gaseinleitung unterbrechen um die Quenchlösung nicht in die Reaktion einzusaugen!

Optional: Trockenrohr mit Watte & CaCl_2 füllen, Schlauch (mit Trichter) mithilfe von Parafilm befestigen und in ein Becherglas mit Deaktivierungslösung leiten. Die Trichteröffnung sollte nicht komplett eintauchen (siehe Skizze).

Gibt es Alternativen zur AIBN und Alternativen zu SO_2Cl_2 ? Was ist wann zu bevorzugen?

5. Sicherheit & Ausgewählte Schutzmaßnahmen (siehe auch Details oben)

Achtung: Sulfurylchlorid und Chlorwasserstoff wirken ätzend (C). Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Schwefeldioxid ist giftig (T), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper sowie Einatmen der Dämpfe vermeiden.

SO_2Cl_2 kann mit vielen basischen Nukleophilen zerstört werden. Wir bevorzugen hier eine Lösung von Ethanolamin in Isopropanol. Es ist billig, nahezu geruchsneutral und gesundheitlich kaum bedenklich. Es kann auch als Notfallhilfe dienen (Tropfen SO_2Cl_2 auf der Haut deaktivieren, usw.). Alternativen wie z.B. 8% NaOH oder $\text{NH}_3:\text{MeOH}$ würden auch den Zweck der Deaktivierung erfüllen, sind aber gesundheitlich bedenklicher bzw. riechen unangenehm.

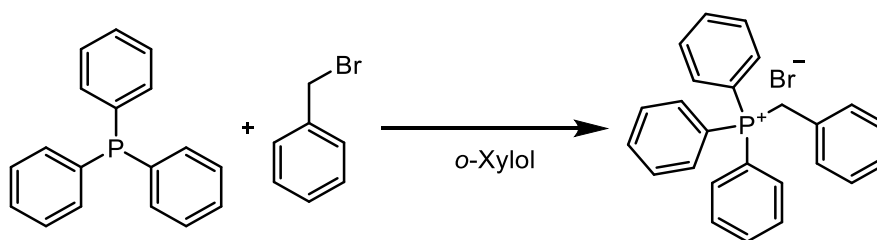
Chlorwasserstoff und Schwefeldioxid müssen unbedingt in ein Gemisch aus Ethanolamin in Isopropanol eingeleitet werden, um dort abzureagieren. Zur Sicherheit muss die Gaseinleitung an der Rückwand des Abzugs aufgebaut werden und die Scheibe bei laufendem Versuch geschlossen gehalten werden, falls die reaktiven Gase nicht komplett zersetzt werden.

6. Literatur

Autorenkollektiv, Organikum VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, 1999, 20. Auflage, 194.

Eicher und Tietze, "Organisch-chemisches Grundpraktikum", Georg Thieme Verlag Stuttgart 1993, 1. Auflage, 37-40.

P2 – Nucleophile Substitution: Benzyltriphenylphosphoniumbromid



Methoden: Reaktion unter Rückfluss, Absaugen

Aspekte: Arbeiten mit Tränengas

1. Durchführung, Isolierung und Reinigung

Eine Mischung aus Triphenylphosphan (genau ungefähr 3.6 g, 14 mmol, 1.0 eq.) und Benzylbromid (15 mmol, 1.1 Äq.) wird in 15 mL o-Xylol 4 h unter Rückfluss erhitzt.

Nach dem Abkühlen gibt man langsam 20 mL Petrolether zu, saugt das Phosphoniumsalz ab, wäscht zweimal mit je 10 mL Toluol/Petrolether (1/1) und lässt das Produkt an der Luft und dann über Orangegel im Exsikkator trocknen.

Man erhält Benzyltriphenylphosphoniumbromid (70-80 %).

Achtung: Produkt aufheben für Präparat 13!

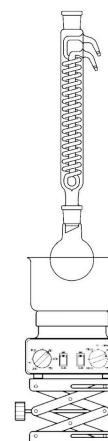
2. Charakterisierung

Es wird der Schmelzpunkt (295 – 298°C) des Produkts bestimmt.

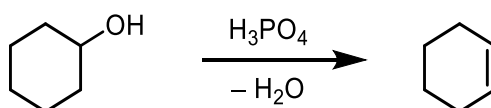
3. Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Benzylbromid ist vor der Entsorgung **zu deaktivieren**.

Achtung: Benzylbromid ist ein starkes Tränengas und hautreizend, daher ausschließlich im Abzug arbeiten und Schutzhandschuhe verwenden! Reste an Benzylbromid müssen stets und sofort durch ein Deaktivierungsreagenz vernichtet werden, bevorzugt *i*PrOH/Ethanolamin, alternativ EtOH/verdünnte 2M Natronlauge (1/1), o.ä..



P3 – Eliminierung (Dehydratisierung) von Cyclohexanol



Methoden: Destillation bei Normaldruck (Mikrodestille mit Spinne), Phasentrennung

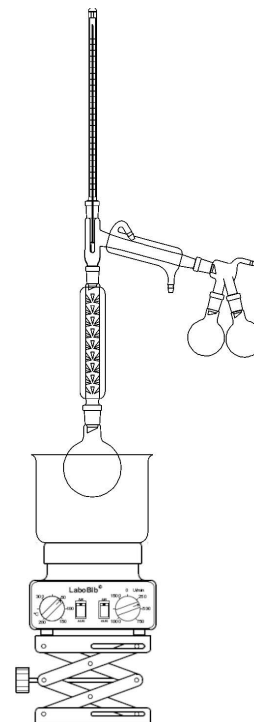
Aspekte: Binden von Wasser, Azeotrope Destillation

1. Durchführung

Cyclohexanol 12.52 g (125.0 mmol) wird im Zweihalskolben langsam mit H₃PO₄ (85%) (0.43 equiv) versetzt. Dieses Gemisch erhitzt man in einer Mikrodestillationsapparatur mit Vigreuxkolonne auf 160 °C, so dass das gebildete Cyclohexen bzw. Cyclohexen/Wasser-Gemisch ständig abdestilliert (ca. 3 h). Das Destillat, dessen Siedetemperatur während der Destillation von 72 °C auf 90 °C steigt, wird in einer eisgekühlten Vorlage aufgefangen. Wenn die Dampftemperatur unter 90 °C fällt, wird die Destillation beendet.

2. Isolierung und Reinigung

Zur Aufarbeitung des Reaktionsproduktes wird zum zweiphasigen Destillat bis zur Sättigung der wässrigen Phase Kochsalz gegeben. Anschließend wird die organische Phase im Scheidetrichter abgetrennt und über Magnesiumsulfat getrocknet. Das Rohprodukt wird vom Trockenmittel durch Abpipettieren durch ein Wattebällchen mit einer Pasteurpipette getrennt und erneut bei Normaldruck destilliert (Sdp. 83 °C; Ausbeute: 80%).



3. Charakterisierung

Der Brechungsindex von Cyclohexen wird nicht bestimmt (**sehr** unangenehmer Geruch, Aspirationsgefahr). Zur Charakterisierung wird ein ¹H-NMR-Spektrum aufgenommen. Angabe der NMR-Daten: siehe Musterprotokoll.

Nachweis des Olefins durch Addition von Brom, Iod oder Kaliumpermanganat (Organikum 24. Auflage, S. 705, 23. Auflage, S. 697; ~0.002 M wässrige Lösung).

4. Protokoll

Bestimmen Sie die Menge (in Masseprozent) möglicher Verunreinigungen anhand charakteristischer ¹H-NMR-Signale.

$$\omega_a = \frac{I_a}{n_a} \times M_a / \sum \left(\frac{I_i}{n_i} \times M_i \right)$$

ω_a = Masseanteil des Analyten, I = Signalintensität, n = Anzahl H-Atome, M = molare Masse

a = Analyt, i = Index für beliebige Inhaltsstoffe (inklusive des Analyten).

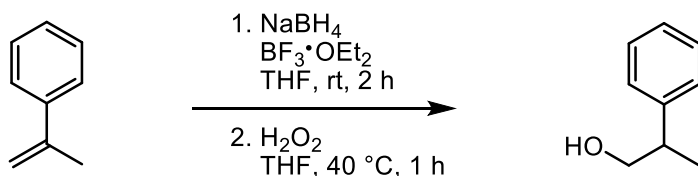
5. Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Vorsicht: Vermeiden Sie das Einatmen größerer Mengen an Cyclohexendämpfen, da Aspirationsgefahr besteht. Konsequenterweise im Abzug arbeiten.

6. Literatur

Organikum, S. 278 (23./24. Auflage), S. 275 (21./22. Auflage).

P4 – Addition: Hydroborierung von 2-Phenylpropen

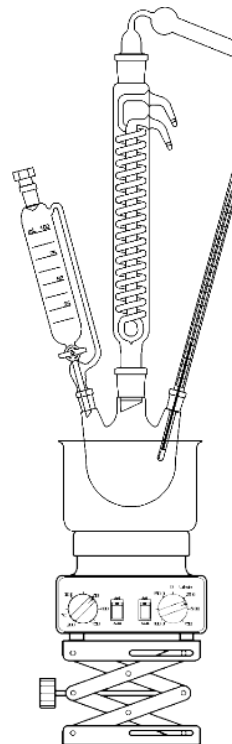


Methoden: Kontrollierte Zugabe von Reagenzien, Vakuumdestillation

Aspekte: Deaktivierung von Peroxiden, Sequentielle Zugabe verschiedener Reagenzien, Reaktionsführung bei unterschiedlichen Temperaturen

1. Durchführung der Reaktion & Reaktionskontrolle

In einem trockenen 500 mL Dreihalskolben mit Rührer, Rückflusskühler, Thermometer und Tropftrichter legt man 2-Phenylpropen (11.82 g, 100.0 mmol) und fein gepulvertes NaBH_4 (0.6 equiv) in 60 mL abs. Tetrahydrofuran vor und rührt bis eine feine Suspension entstanden ist. Innerhalb von 30 min tropft man ein Gemisch von Bortrifluorid–Etherat (0.83 equiv) in 10 mL Tetrahydrofuran dazu, wobei die Temperatur bei 20–25 °C verbleiben soll. Nach 2 h Rühren bei Raumtemperatur kühlt man auf 5 °C (Innentemperatur) ab und tropft bei dieser Temperatur 10 mL H_2O vorsichtig zu der Lösung. Nach Erwärmen auf 30–40 °C und Zugabe von 20 mL 2 N NaOH oxidiert man das Organoboran durch Zutropfen von 30%iger H_2O_2 -Lösung (1.5 equiv), wobei die Temperatur nicht über 40 °C ansteigen soll. Man rührt noch 60 min bei 40 °C und lässt auf Raumtemperatur abkühlen.



2. Isolierung und Reinigung

Man extrahiert den Rückstand dreimal mit je 50 mL Diethylether, wäscht die vereinigten Etherphasen sorgfältig mit FeSO_4 bis sich kein Fe(III) mehr bildet, und wäscht anschließend mit gesättigter wässriger NaCl-Lösung. Die organische Phase wird über MgSO_4 getrocknet und das Lösungsmittel im Vakuum entfernt. Unverbrauchte H_2O_2 -Lösung wird durch Zugabe von FeSO_4 -Lösung deaktiviert. Das Produkt wird durch Vakuumdestillation über eine Vigreux-Kolonne gereinigt (2-Phenyl-1-propanol: 51%; $n_D^{20} = 1.5262$; Sdp.: 110 °C/17 mbar)

3. Charakterisierung

Die Charakterisierung und Bestimmung der Reinheit erfolgt über GC/MS. Dazu wird in einem GC-Vial ca. 1 mg Produkt in 1 mL CH_2Cl_2 gelöst und die Probe zur Messung bereitgestellt.

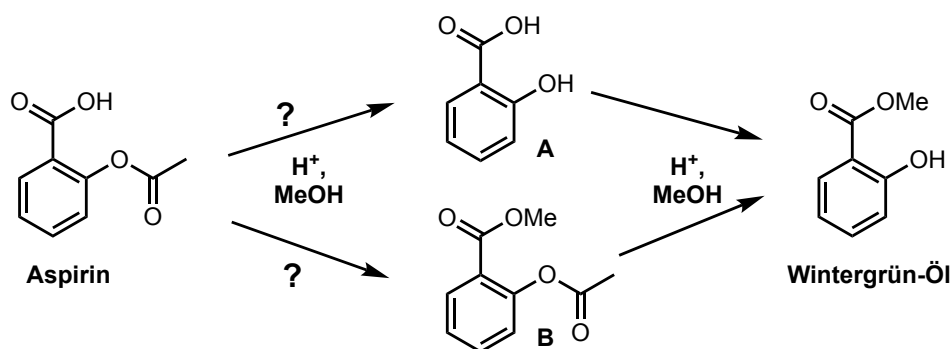
4. Fragen & Anmerkungen

Wie wird Diboran schrittweise aus Natriumborhydrid und Bortrifluoridetherat gebildet? Warum gibt man nach dem ersten Reaktionsschritt Wasser zum Reaktionsgemisch? Gehen Sie bei der Auswertung auf die Reinheit der Substanz laut Gaschromatogramm ein. Ordnen Sie die wichtigsten Peaks im Massenspektrum den entsprechenden Fragmenten zu.

5. Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Diboran und **Bortrifluoridetherat** sind giftig! Im Abzug arbeiten und Schutzhandschuhe tragen. **Wasserstoffperoxid**, **Natriumborhydrid**, und **Bortrifluoridetherat** können zu schweren Augenschädigungen führen: konsequent Schutzbrille tragen. Bei Augenkontakt sofort mind. 10 min mit Augendusche spülen. Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen. **Tetrahydrofuran** kann explosive Peroxide bilden => Teststäbchen verwenden. Bei Brand: Löschpulver oder Trockensand oder CO_2 -Löscher verwenden.

P5 – Veresterung, Umesterung und Fluoreszenz: Wintergrün-Öl



Methoden: Reaktionskontrolle zur mechanistische Untersuchung

Aspekte: DC, Fluoreszenz, Säure-Base Extraktion, IR

1. Durchführung der Reaktion & Reaktionskontrolle

1.50 g O-Acetylsalicylsäure werden in 13.0 g Methanol gelöst. Die O-Acetylsalicylsäure kann entweder rein eingesetzt werden oder aus käuflichen Aspirin-Tabletten stammen (Tabletten fein pulverisieren, Methanol zugeben, und die festen Bindstoffe abfiltrieren). Bewahren Sie 2 Tropfen dieser Lösung für später auf. Zur Lösung wird vorsichtig konz. Schwefelsäure (2 Äq) geben (Erwärmung) und dann 40 min am Rückfluss erhitzt.

Entnehmen Sie jeweils 2 Tropfen der Reaktionsmischung nach 20 Minuten Reaktionszeit und zum Ende der Reaktion für die Analyse.

2. Isolierung und Reinigung

Die Mischung wird auf 0 °C gekühlt und neutralisiert (pH ~ 6-8). Die wässrige Phase wird mit Dichlormethan (3×10 mL) extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden zweimal mit Wasser und einmal mit gesättigter NaCl-Lösung gewaschen. Nach Trocknen der organischen Phase mit wasserfreiem Na₂SO₄ und Entfernen des Lösungsmittel im Vakuum erhält man Verbindung X (Bewahren Sie 2 Tropfen davon für die Analyse auf). Die wässrige Phase wird auf pH 1-2 angesäuert und nochmals mit Dichlormethan extrahiert. Nach Trocknen mit Na₂SO₄ und Entfernen des Lösungsmittels im Vakuum erhält man Verbindung Y.

Analysieren Sie den Ausgangsstoff, die zwei Proben der Reaktionsmischung und die zwei Produkte mittels DC (4:1 Petrolether:Ethylacetat). Untersuchen Sie die DC-Platten zuerst mit UV-Licht der Wellenlängen 254 nm und 365 nm. Färben Sie sie danach mit KMnO₄ und/oder FeCl₃ an.

3. Charakterisierung

DC mit Anmerkungen zu den Fluoreszenzeigenschaften der (Zwischen)Produkte sowie des Edukts, ggf. Anmerkungen zur Färbung mit FeCl₃.

Organoleptisch (Geruch: Verbindungen X & Y).

IR-Spektrum: ggf. selbst aufnehmen oder zur Messung abgeben (Edukt vs. Verb. X). Ordnen Sie charakteristische Banden zu und beurteilen Sie anhand des Spektrums die Reinheit von Verbindung X.

¹H-NMR anfertigen lassen (Verbindung X) – Ordnen Sie die Peaks zu.



4. Fragen & Anmerkungen

Sie werden feststellen, dass eine oder mehrere Verbindungen ungewöhnliche Fluoreszenzeigenschaften auf der DC-Platte zeigen. Dies ist ein charakteristisches Zeichen für das Auftreten von ESIPT (Excited State Intramolecular Proton Transfer, intramolekularer Protonentransfer im angeregten Zustand). Sie haben diesen Effekt bereits in Grundoperation 5 kennengelernt. Dort trat er zwischen einer phenolischen OH-Gruppe und einem Chinazolin-N auf. Hier findet der Protonentransfer von der phenolischen OH-Gruppe zur Carbonylgruppe statt. Geben Sie an: 1) Welche geometrischen und elektronischen Eigenschaften Voraussetzung für das Auftreten von ESIPT sind ; 2) Verdeutlichen Sie anhand eines Energiediagramms wie und warum sich die ESIPT-Fluoreszenz von der „normalen Stokes shift Fluoreszenz“ unterscheidet.

(3) Geben Sie die Strukturen von X und Y an und erklären Sie damit die beobachteten Fluoreszenzeigenschaften, den Geruchstest, das Ergebnis der Säure-Base-Extraktion und das Ergebnis der Anfärbung mit FeCl_3 .

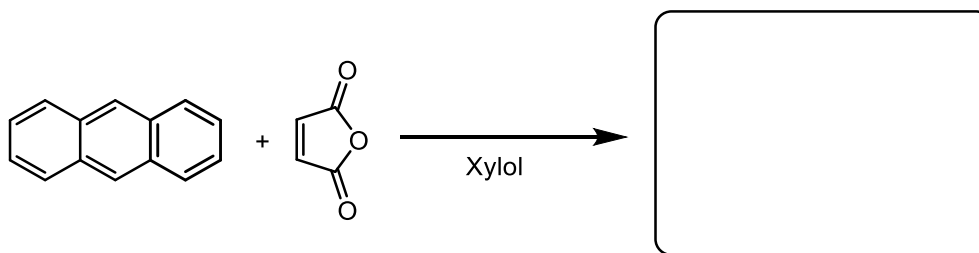
(4) Wie hoch ist die Ausbeute an Verbindung X (ggf. mit Erläuterung)? Warum ist eine vollständige Umsetzung des Zwischenprodukts in das Produkt unter diesen Reaktionsbedingungen nicht möglich, auch wenn die Reaktion länger läuft?

(5) Warum verwendet man hier konz. Schwefelsäure, anstatt der ungefährlicheren HCl (2 M), um die gleiche Konzentration an H^+ zu erreichen? Schlagen Sie eine zweistufige Synthese vor, die das Produkt ohne Verunreinigung durch das Zwischenprodukt liefert.

5. Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Vorsicht beim Umgang mit konz. Schwefelsäure - starke Ätzwirkung auf die Haut, schwere Augenschädigung. Schutzhandschuhe tragen.

P6 – Diels-Alder-Reaktion von Anthracen mit Maleinsäureanhydrid



Methoden: Rückfluss, DC, UV-Vis, ggf. Fluoreszenz

Aspekte: Diels-Alder Additionsreaktionen, ggf. Markierungsreaktion

Sicherheit: Keine ausgewählte Schutzmaßnahmen

1. Durchführung der Reaktion & Reaktionskontrolle

Maleinsäureanhydrid (1.23 g, 12.5 mmol) und Anthracen (2.23 g, 12.5 mmol) werden in 50 mL Xylo (Isomerenmischung) suspendiert und 30 min unter Rückfluss zum Sieden erhitzt. Zur Reaktionskontrolle wird eine DC (unbedingt beide UV-Wellenlängen anschauen) durchgeführt und bei Bedarf weiter am Rückfluss bis zur vollständigen Umsetzung erhitzt.

2. Isolierung und Reinigung

Man lässt auf Raumtemperatur abkühlen und anschließend zur Vervollständigung der Kristallisation 2 h bei 5 °C stehen. Das Produkt wird abgesaugt und am Trockenbaum (oder Exsikkator) in Vakuum getrocknet. In der Regel fällt das Produkt sauber an (Kontrolle: Smp.). In diesem Fall kann auf eine Umkristallisation (Xylo) verzichtet werden.

3. Charakterisierung

Der Schmelzpunkt des Produkts wird bestimmt (Lit.-Smp.: 262 °C) und ein UV-Vis-Spektrum aufgenommen, welches mit dem Edukt (Anthracen) verglichen wird. Lit.-Ausbeute 67%.

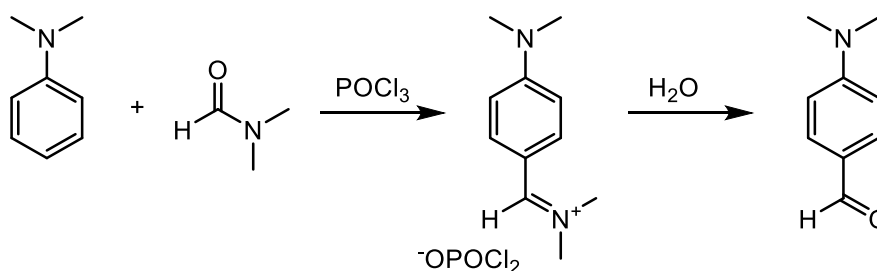
4. Optionale Erweiterung: Fluoreszenzmarkierung

4-Chlor-7-nitrobenzo-2-oxa-1,3-diazol (0.50 mmol), K_2CO_3 (0.5 mmol) und 1,2-Diaminoethan (1.5 mmol) werden in Acetonitril (5 mL) für 30 min zum Rückfluss erhitzt. Das Gemisch wird am Rotationsverdampfer eingedampft, und danach Wasser (25 mL) und Ethylacetat (25 mL) zugegeben. Die organische Phase wird mit gesättigter NH_4Cl -Lösung (10 mL) gewaschen, mit Natriumsulfat getrocknet und eine DC-Probe entnommen (0.2 mL). Das Produkt wird am Rotationsverdampfer getrocknet und der farbige Feststoff mit dem Diels-Alder-Produkt (50 mg), und K_2CO_3 (0.5 mmol) in Acetonitril (5 mL) für 30 min zum Rückfluss erhitzt. Dann wird eine DC mit der vorherigen DC-Probe und Anthracen angefertigt.

Erklären Sie das Ergebnis der Reaktion. Wenn die Reaktion erfolgreich ist, kann das stark gefärbte fluoreszierende Produkt an einem anderen Tag durch Säulenchromatographie gereinigt werden, um es mittels Fluoreszenzspektroskopie zu analysieren - besprechen Sie dies mit Ihrem Assistenten.



P7 – S_EAr: Friedel-Crafts-Acylierung (Vilsmaier-Haack)

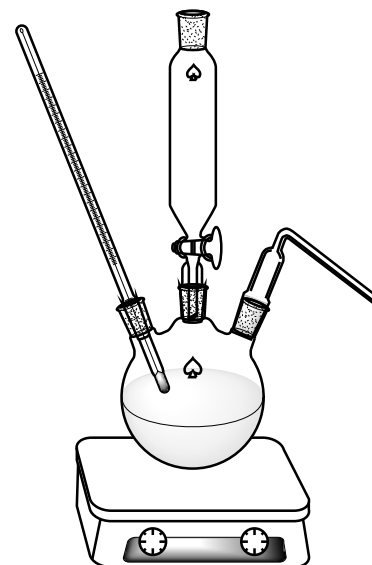


Methoden: Extraktion, Umkristallisation

Aspekte: Temperaturkontrolle, regioselektive Reaktionen

1. Durchführung der Reaktion & Reaktionskontrolle

In einem 250 mL Dreihalsrundkolben mit Tropftrichter, Innenthermometer (Quickfit benutzen) und Trockenrohr werden 50 mmol frisch destilliertes *N,N*-Dimethylanilin (Sdp. 77 °C / 17 mbar) und 150 mmol trockenes Dimethylformamid vorgelegt und im Eisbad auf 0 °C gekühlt. Dann lässt man unter Rühren 50 mmol frisch destilliertes Phosphoroxychlorid (Sdp. 106 °C) bei 0 °C zutropfen und rührt anschließend noch 1 h bei 0 °C weiter.



2. Isolierung und Reinigung

Das Reaktionsgemisch wird auf 50 g Eis gegossen und mit verdünnter Natronlauge neutralisiert (pH = 7). Man extrahiert dreimal mit je 30 mL Diethylether, vereiniget die Etherphasen und wäscht diese mit 20 mL ges. Natriumhydrogencarbonatlösung und mit 20 mL Wasser. Die Etherphase wird mit Natriumsulfat getrocknet, das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer entfernt und das Rohprodukt aus Petrolether umkristallisiert und über KOH (getrennt von anderen Präparaten) getrocknet.

Bestimmen Sie die Ausbeute und den Schmelzpunkt des Reaktionsproduktes und vergleichen Sie den Schmelzpunkt mit dem Literaturwert (Quelle angeben).

3. Charakterisierung

Reinheitskontrolle mittels Schmelzpunkt oder GC-MS.

Ehrlich Reagenz Test (eine 2%ige Lösung von 4-Dimethylaminobenzaldehyd in 20% HCl dient zum Nachweis von primären Aminen, Pyrrolen oder Indolen durch intensive Blau-Färbung). Lassen Sie sich vom Assistenten ein prim. Amin oder ein Indol zur Verfügung stellen und führen Sie die Nachweisreaktion durch.

4. Fragen, Anmerkungen, Protokoll

Anstatt frisch destillierter Reagenzien können frisch geöffnete Reagenzien verwendet werden.

Regioselektivität der Reaktion? Potenzielle Nebenprodukte - speziell bei höheren Temperaturen? Warum wird trockenes Dimethylformamid verwendet?

Mechanismus: Bildung des Elektrophils und elektrophiler Angriff an dem Aromaten. Für welche Arten von Aromaten kann die Vilsmaier-Haack-Reaktion verwendet werden?

Welche giftige Gase entstehen bei der Reaktion von Phosphoroxychlorid und Wasser?

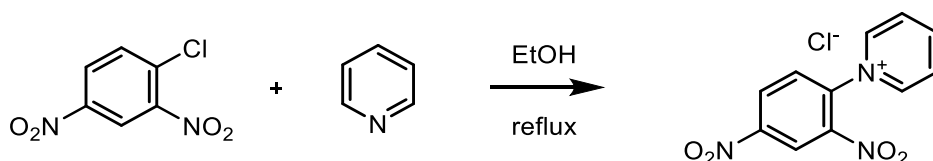
Warum kann die Reaktion auf Wasser gegossen werden?

5. Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Phosphoroxychlorid ist vor der Entsorgung zu deaktivieren.

Phosphoroxychlorid: H330 Lebensgefahr bei Einatmen → Abzug möglichst geschlossen halten (vor allem beim Öffnen der Flasche), Abzugspartner informieren. **EUH029 Entwickelt bei Berührung mit Wasser giftige Gase** → Abzug beim Gießen des Reaktionsgemisches auf Eis möglichst geschlossen halten, bei erkennbarer Gasentwicklung Abzug schließen und Assistenten verständigen.

P8 – S_NAr von Pyridin an 2,4-Dinitrochlorbenzol



Methoden: Rückflusskühler, NMR

Aspekte: S_NAr, Isolierung eines bedeutenden Pyridiniumsalzes

Sicherheit: Keine ausgewählte Schutzmaßnahmen

1. Durchführung der Reaktion & Reaktionskontrolle

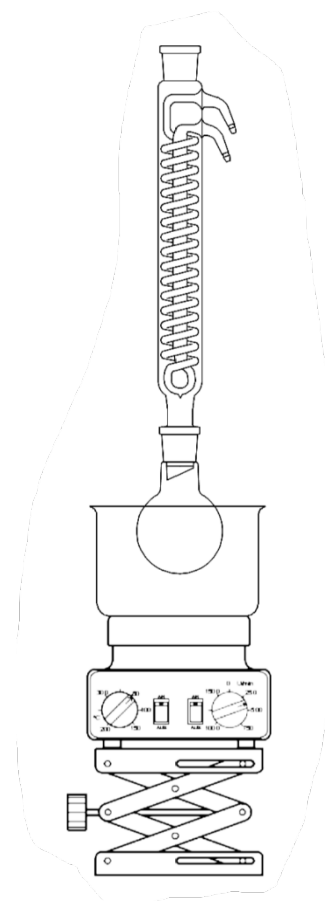
2,4-Dinitrochlorbenzol (5.06 g, 25 mmol, 1.0 equiv.) wird mit Pyridin (1.3 equiv.) und Ethanol (2.5 M) so lange unter Rückfluss erhitzt, bis eine mit Wasser verdünnte Probe keine Fällung mehr ergibt. Zusätzlich: Kontrolle des Verbrauchs von Dinitrochlorbenzol mit DC.

2. Isolierung und Reinigung

Man engt die Reaktionslösung am Rotationsverdampfer ein und lässt abkühlen. Dabei kristallisiert ein Teil des Produktes aus. Den Rest gewinnt man durch vollständiges Eindampfen der Mutterlauge am Rotationsverdampfer. Man wäscht die Kristalle mit Diethylether und kristallisiert aus Ethanol unter Zusatz von wenig Aktivkohle um. Man erhält 5.6 g (80%) *N*-(2,4-Dinitrophenyl)-pyridiniumchlorid in Form von farblosen Nadeln. **Produkt aufbewahren für Präparat 9!**

3. Charakterisierung

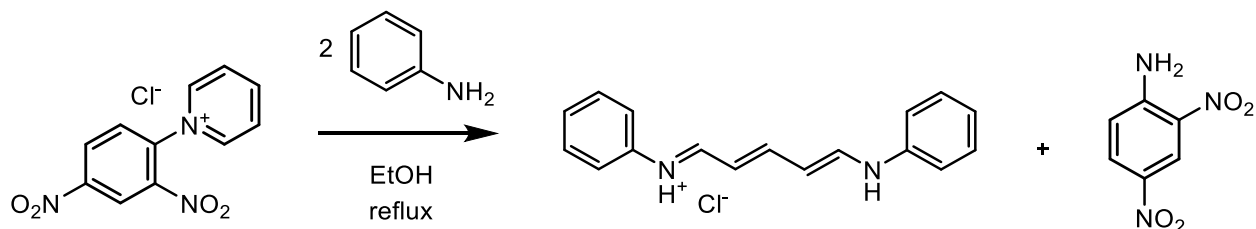
¹H-NMR Spektroskopie in DMSO-*d*₆.



P9 – Nucleophile Ringöffnung von Heterocyclen

Sicherheit: Keine ausgewählte Schutzmaßnahmen

Standardpräparat: Zincke-Chromophor



Methoden: UV-Vis Absorptionsspektroskopie

1. Durchführung der Reaktion & Reaktionskontrolle

N-(2,4-Dinitrophenyl)pyridiniumchlorid (**Präparat 8**) wird in Ethanol (0.6 M) mit Anilin (3.2 equiv.) so lange (max. 2 h) unter Rückfluss erhitzt, bis sich aus der tiefrot gefärbten Lösung Kristalle ausscheiden. Der entstandene Polymethinfarbstoff scheidet sich zusammen mit dem abgespaltenen 2,4-Dinitroanilin als breiiger roter Niederschlag ab.

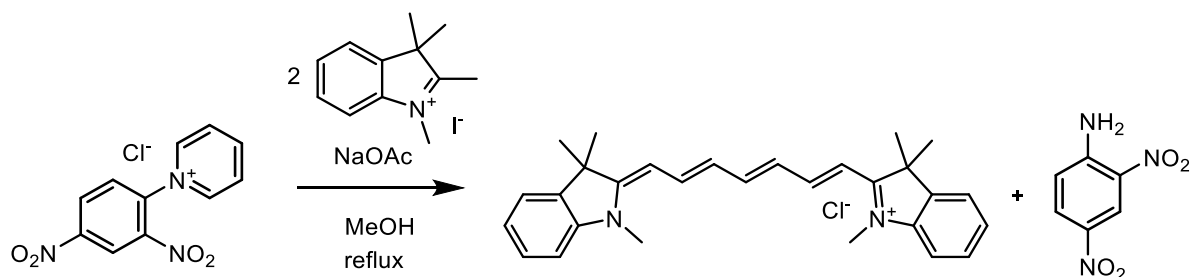
2. Isolierung und Reinigung

Man lässt erkalten, gibt 20 mL Aceton zu, rührt 5 min bei 50 °C, gibt 3.5 mL konzentrierte Salzsäure zu, saugt nach dem Erkalten ab und wäscht mit wenig warmem Aceton. Durch Umkristallisieren aus etwa 100 mL Methanol erhält man etwa 60% des Farbstoffsalzes. Wenn man zu dem Filtrat noch etwas verdünnte Salzsäure gibt, scheiden sich weitere 20 – 30% des Farbstoffs ab. Nach dem Trocknen erhält man das Zincke-Salz in Form roter Kristallnadeln.

3. Charakterisierung

Smp. und UV-Vis-Absorptionsspektrum.

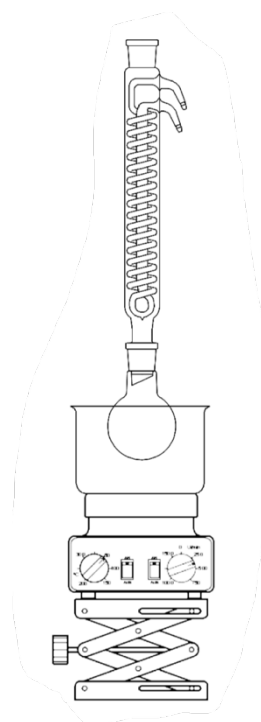
Optionales Präparat: Fluo-Farbstoff nach König (TUDD)



Methoden: Fluoreszenzspektroskopie

1. Durchführung der Reaktion & Reaktionskontrolle

Das Pyridiniumsalz (**Präparat 8**, 1.0 equiv.) und 4-Bromanilin (1.2 equiv.) werden in Methanol (7 mL/mmol) gelöst und die Mischung wird 30 min bei Raumtemperatur gerührt. Anschließend werden 1,2,3,3-Tetramethyl-3*H*-indoliumiodid (3.0 equiv.) und Natriumacetat (6.0 equiv.) hinzugefügt und die Reaktionsmischung wird weitere 16 h bei Raumtemperatur gerührt.



2. Isolierung und Reinigung

Danach wird Diethylether (21 mL/mmol) hinzugefügt und die Mischung in den Gefrierschrank gestellt. Der resultierende grüne Niederschlag wird abfiltriert, mit Wasser (2×10 mL/mmol) und dann mit Diethylether (2×10 mL/mmol) gewaschen und an der Luft getrocknet.

[Literatur: Šťacková, L.; Šťacko, P.; Klán, P. *Approach to a Substituted Heptamethine Cyanine Chain by the Ring Opening of Zincke Salts*. *J. Am. Chem. Soc.* **2019**, *141* (17), 7155–7162. <https://doi.org/10.1021/jacs.9b02537>]

3. Charakterisierung

Smp. und Fluoreszenzspektroskopie.

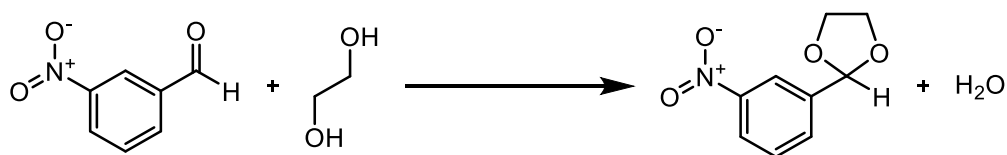
4. Fragen & Protokoll (für beide Präparate)

Warum wird das eine Produkt über Absorption und das andere über Fluoreszenz charakterisiert?

Welche Rolle spielt 4-Bromanilin bei der Cyanin-Synthese? Welche anderen Aniline würden ebenfalls funktionieren und welche nicht? (Hinweis: siehe Literatur).

Weitere Literatur: Schnermann 2015 *Org Biomol Chem* - *Cyanine polyene reactivity: scope and biomedical applications* (<https://doi.org/10.1039/C5OB00788G>).

P10 – Acetalisierung von Carbonylverbindungen



Methoden: Wasserabscheider (Dean-Stark-Apparatur)

Aspekte: Azeotrop, Gleichgewichtsverschiebung

Sicherheit: Keine ausgewählte Schutzmaßnahmen

1. Durchführung der Reaktion & Reaktionskontrolle

Eine Mischung aus 3-Nitrobenzaldehyd (5.0 g, 33 mmol), Ethylenglykol (40 mmol) und *p*-Toluolsulfonsäure (35 mg) in 10 mL Toluol wird am Wasserabscheider unter Rückfluss erhitzt bis sich kein Reaktionswasser mehr bildet. Der Reaktionsfortschritt wird zusätzlich über DC kontrolliert.

2. Isolierung und Reinigung

Nach dem Abkühlen wird erst mit verdünnter Natronlauge und dann mit Wasser gewaschen, die organische Phase über K_2CO_3 getrocknet, filtriert und das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer entfernt. Das Rohprodukt wird aus Ethanol (vergällt) umkristallisiert.

3. Charakterisierung

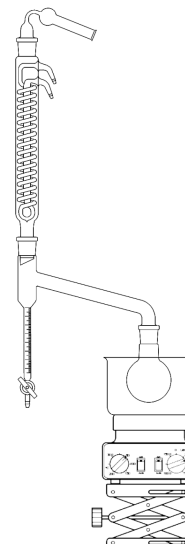
Es wird der Schmelzpunkt (Lit. 58 °C) des Produktes 3-Nitrobenzaldehydethylenacetal bestimmt. (Lit.-Ausb. 76%).

4. Optionale Variante

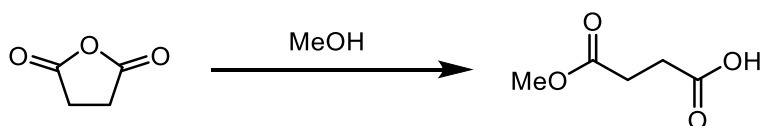
Alternativ zur Reaktion am Wasserabscheider kann das Wasser auch durch Zugabe von aktiviertem Molsieb (4 Å) oder Al_2O_3 aus der Reaktion kontinuierlich entfernt werden. Die Trockenmittel werden nach dem Abkühlen abfiltriert bevor weitergearbeitet wird.

5. Hinweise

- Dean-Stark: Vorlage mit 2-3 mL gesättigter NaCl-Lösung dann Toluol füllen um Phasentrennung zu gewährleisten. An der Vorlage die erwartete Wassermenge markieren um das Ende der Reaktion abzuschätzen, dann mit DC kontrollieren. 1-2 Tropfen Lebensmittel-farbe können die Grenzfläche besser sichtbar machen (selber mitbringen, oder aus Vorrat G2).
- Die Destillationsbrücke kann zur Isolierung mit Alufolie umwickelt werden, das Ölbad sollte auf etwa 140 °C erhitzt werden.
- Ausreichend EtOH zum Umkristallisieren verwenden (mind. 20 mL) und über Nacht auskristallisieren lassen.



P11 – Carbonylverbindung + Heteroatom-Nucleophil 1



Öffnung eines Anhydrids zur Monoester mit Methanol

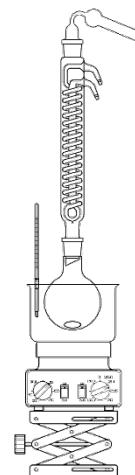
Methoden: Rückfluss, Reaktionszeit-kontrolle, DC

Aspekte: Monoderivatisierung (statt Dimethylester)

Sicherheit: Keine ausgewählte Schutzmaßnahmen

1. Durchführung der Reaktion & Reaktionskontrolle

Im Reaktionskolben mit aufgesetztem Rückflusskühler (mit CaCl_2 gefülltem Trockenrohr) wird ein Gemisch aus Bernsteinsäureanhydrid (2.5 g, 25 mmol) und getrocknetem MeOH (30 mmol, 1.2 Äquiv.) unter Rückfluss erhitzt, bis eine homogene Lösung entstanden ist (ca. 15–30 min)⁽¹⁾. Das Heizbad wird dann schnell so weit abgesenkt, dass das Reaktionsgemisch im Kolben etwa zur Hälfte in das Heizbad eintaucht ist. Danach wird das Gemisch für weitere 15–20 min⁽²⁾ gerührt.



2. Isolierung und Reinigung

Das überschüssige MeOH wird bei vermindertem Druck am Rotationsverdampfer entfernt. Der Kolben mit dem öligen Rückstand wird im Wasserbad, unter kräftigem Rühren mit einem Spatel⁽³⁾, abgekühlt. Der erhaltene Feststoff wird im Vakuum von Lösungsmittelresten befreit⁽⁴⁾ und Bernsteinsäuremonomethylester⁽⁵⁾ (94–98%) wird als farbloser Feststoff erhalten.

3. Charakterisierung

Bestimme den Schmelzpunkt des hergestellten Präparats.

4. Fragen & Anmerkungen

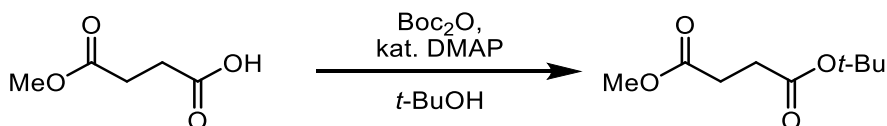
- (1) Die Reaktion sollte genau beobachtet werden, da die Reaktionszeit für das Gelingen ausschlaggebend ist. Sobald eine homogene Lösung entstanden ist, muss weitergearbeitet werden.
- (2) Das Einhalten dieser Zeit ist wichtig, um eine optimale Ausbeute zu erzielen.
- (3) Durch das Rühren mit einem Spatel soll verhindert werden, dass der Monoester zu einem festen Kuchen erstarrt.
- (4) Der erhaltene Feststoff sollte bis zur Gewichtskonstanz im Vakuum getrocknet werden.
- (5) **Bernsteinsäuremonomethylester** wird im Versuch **P12** als Edukt eingesetzt.

5. Protokollaspekte

Warum entsteht nur der Monoester? Erkläre anhand des Reaktionsmechanismus, wieso dies so ist und überlege wie man die Reaktionsbedingungen leicht abwandeln könnte, um zum Dimethylester zu gelangen?

Warum ist es nicht sinnvoll, den Monomethylester aus der viel billigeren Bernsteinsäure mit den üblichen Veresterungsmethoden (z.B. MeOH mit SOCl_2) herzustellen?

P12 – Carbonylverbindung + Heteroatom-Nucleophil 2



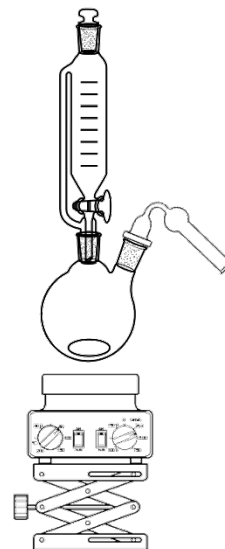
Monoester zur Diester: Veresterung mit Di-*tert*-butyldicarbonat

Methoden: Feuchtigkeitsausschluss, Säulenchromatographie, DC, Sicheres einwiegen

Aspekte: Katalyse, Gasentwicklung, volatilen Stoffen

1. Durchführung der Reaktion & Reaktionskontrolle

Die folgende Reaktion muss unter Feuchtigkeitsausschluss durchgeführt werden. Ein Zweihalsrundkolben wird dafür mit einem Trockenrohr (gefüllt mit CaCl_2), einem Tropftrichter, und einem Glasstopfen versehen. Bernsteinsäuremonomethylester (Präparat **P11**, 2.64 g, 20.0 mmol) und 4-(Dimethylamino)pyridin (DMAP, Steglich-Katalysator, 2.00 mmol, 0.10 Äquiv.) werden im Reaktionskolben vorgelegt, in getrocknetem *t*-BuOH (40 mL) suspendiert und 10 min bei Raumtemperatur gerührt. Dann wird zu dieser Suspension unter Rühren eine vorbereitete Lösung von Di-*tert*-butyldicarbonat⁽¹⁾ (Boc_2O , 30.0 mmol, 1.5 Äquiv.) in getrocknetem *t*-BuOH (10 mL) **sehr langsam!** zugetropft. Anschließend wird das Gemisch über Nacht bei Raumtemperatur gerührt.



Führe vor der Aufarbeitung eine DC zur Reaktionskontrolle durch (Isohexan/EtOAc) und nutze dabei das Startmaterial als Referenz.

2. Isolierung und Reinigung

Das Reaktionsgemisch wird mit Et_2O (80 mL) verdünnt und mit wässriger HCl (0.5 M, 40 mL) und wässriger NaHCO_3 -Lösung (10%-ig, 40 mL) gewaschen. Die organische Phase wird über Mg_2SO_4 getrocknet und das Lösungsmittel bei vermindertem Druck am Rotationsverdampfer entfernt. Der Rückstand wird dann durch Säulenchromatographie (Kieselgel, Eluent: Isohexan/EtOAc) aufgereinigt. Bernsteinsäure-*tert*-butylmethylester (45–55%) wird als farblose Flüssigkeit erhalten.

3. Charakterisierung

Bestimme den Brechungsindex des hergestellten Präparats.

4. Fragen & Anmerkungen

Heben Sie eine kleine Menge des Startmaterials als Referenz für die Reaktionskontrolle und für die Säulenchromatographie auf.

Warum nimmt man *t*-BuOH als Lösemittel? Warum muss hier wasserfrei gearbeitet werden?

5. Protokollaspekte

Erkläre anhand des Reaktionsmechanismus, welche Rolle DMAP bei der Reaktion spielt. Für welchen Zweck wird die Kombination aus DMAP und Boc_2O noch eingesetzt? Welche Triebkräfte für die Reaktionen erkennst du? Welche Nebenprodukte können entstehen?

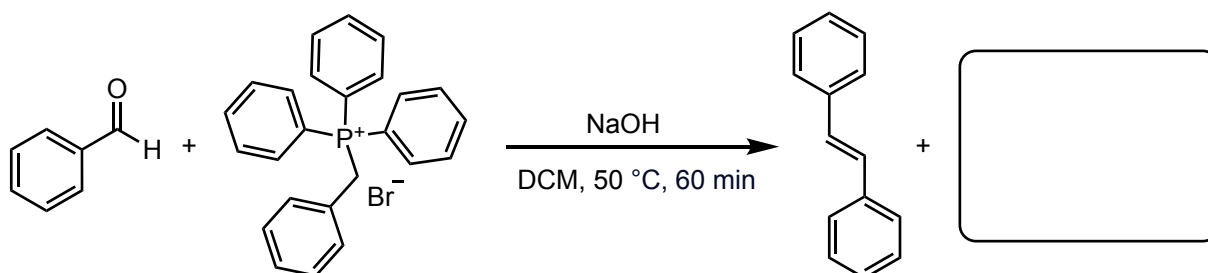
6. Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Di-*tert*-butyldicarbonat: Akut toxisch beim Einatmen und sehr volatil. Di-*tert*-butyldicarbonat (Boc_2O) hat einen Schmelzpunkt von $\sim 23^\circ\text{C}$ und ist besonders im flüssigen Zustand besonders volatil. Da die Dämpfe akut toxisch sind, dürfen Gefäße mit Di-*tert*-butyldicarbonat nur im Abzug geöffnet werden. Außerhalb des Abzugs oder an der Waage müssen die Gefäße unbedingt geschlossen sein (siehe auch *Allgemeine Methoden - Einwaage*).

4-(Dimethylamino)pyridin: Toxisch und gut hautgängig.

Diethylether: Sehr volatil und die Dämpfe sind hochentzündlich! Von Zündquellen und heißen Oberflächen fernhalten. Kann bei längerer Lagerung explosionsfähige Peroxide bilden.

P13 – Carbonylverbindung + C-Nucleophil 1: Wittig



Methoden: Rückfluss, Destillation, Säule. **Aspekte:** *cis/trans* Isomere, Wittig Reaktion.

Sicherheit: Keine ausgewählte Schutzmaßnahmen.

1. Durchführung der Reaktion & Reaktionskontrolle

Zu einem Gemisch aus frisch destilliertem oder frisch gekauftes Benzaldehyd (2.1 g, 20 mmol) und **Benzyltriphenylphosphoniumbromid aus P2** (20 mmol) in Dichlormethan (40 mL) gibt man unter starken rühren Natronlauge (50%, 10 mL) zu. Die schwach exotherme Reaktion wird anschließend 60 min auf 50 °C erwärmt.

2. Isolierung und Reinigung

Die Lösung wird mit weiterem Dichlormethan (20 mL) in einen Scheidetrichter gespült, die organische Phase wird anschließend abgetrennt und die wässrige Phase erneut mit Dichlormethan (20 mL) extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden mit Wasser pH-neutral gewaschen und über Calciumchlorid getrocknet. Das Lösemittel wird am Rotationsverdampfer entfernt und zum Rückstand wird Ethanol (15 mL) dazugegeben* und bei Normaldruck abdestilliert.

Nach Zugabe von Ethanol (12 mL) zum Rückstand und anschließendes Abkühlen im Eisbad kristallisiert *trans*-Stilben aus. Man filtriert und wäscht die Kristalle zweimal mit je eiskaltem Ethanol (je 1 mL) und erhält 1.2 g (33%) ***trans*-Stilben**.

Aus dem Filtrat wird der Alkohol abdestilliert und der Rückstand wird mit Petrolether gesüht (vorheriges DC um die Reinigungsbedarf, und den Angemessenheit dieses Eluents, herauszufinden; es wird erwartet dass die Säule nicht höher als 7 cm gepackt wird). Man erhält 1.7 g (47%) ***cis*-Stilben** als viskoses farbloses Öl.

3. Charakterisierung

Stichprobenmäßig wird ein GC-MS Analyse der Produkte aufgenommen und die Daten werden zur Verfügung aller benachbarten Studierenden gestellt.

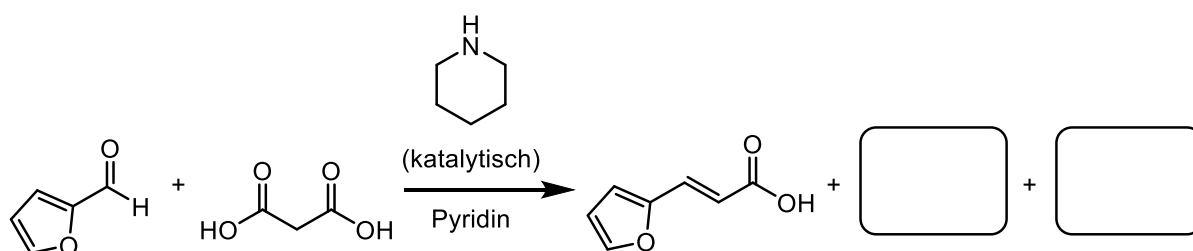
4. Optionale Erweiterung (zu besprechen mit Assistent)

UV-Vis: Vergleich der *cis*- und *trans*-Isomere bei selben Konzentration (ca. 60 µM). Spektren (330 – 500 nm) können in Toluol oder Dichlormethan genommen werden. Die jeweilige Spektren ändern sich ständig während dass die Cuvetten unter den DC UV-Lampe stehen; ein DC nach diese Änderung hilft zu verstehen was hier passiert. Erklären sie welche Reaktion(en) beteiligt sind. (Thematisch verlinkt zur Präparat *König-Salz*).

5. Protokollaspekte

*Ph₃PO ist ein problematischer Stoff in der organischen Synthese weil es oft nur spät auskristallisiert so dass es kontaminiert auskristallisierte Produkte. Optional wird in diesem Stadium eine ZnCl₂-Lösung in heißem Ethanol eingesetzt um es rauszukriegen (mit Assistenz absprechen): siehe <https://pubs.acs.org/doi/full/10.1021/acs.joc.7b00459>.

P14 – Carbonyl plus C–H-aciden Verbindungen I: Knoevenagel



Knoevenagel-Doebner Reaktion: 3-(2-Furyl)acrylsäure

Methoden: Rückflusskondensation, Quenchen auf Eis, pH-Kontrolle, Umkristallisation, DC

Aspekte: Kondensation, Decarboxylierung

1. Durchführung der Reaktion & Reaktionskontrolle

In einem 100 mL-Rundkolben löst man Malonsäure (120 mol) in über KOH-Pellets getrocknetem Pyridin (ca. 18 mL, *Hinweis: Säure unter Rühren portionsweise zugeben*) und fügt nach Abklingen der schwach exothermen Reaktion Furfural (9.61 g, 100 mmol) und Piperidin (10 mmol) zu. Dann wird unter Rückfluss bis zum Aufhören der CO₂-Entwicklung im Ölbad erwärmt.

2. Isolierung und Reinigung

Nach dem Abkühlen gießt man auf Eis/konz. Salzsäure (ggf. weiter Ansäuern bis pH<3), um das Pyridin und Piperidin herauszuwaschen. Scheidet sich dabei die Carbonsäure fest ab, lässt man zur Vervollständigung der Kristallisation einige Stunden im Kühlschrank stehen und saugt dann ab.

3. Charakterisierung

Schmelzpunkt, IR

4. Fragen & Anmerkungen

Pyridin vorlegen, dann Malonsäure portionsweise unter Rühren dazu, wird sonst fest (evtl. heizen). Wenn der Produkt noch feucht ist, trocknen z. B. im Exsikkator.

Optional: Die Ausbeute kann bei ähnlichen Reaktionen manchmal erhöht werden, wenn man die Mutterlauge zusätzlich mit Diethylether oder Toluol extrahiert. Nach dem Trocknen des Ether- bzw. Toluolextrakts mit Natriumsulfat wäre das Lösungsmittel abdestilliert und der Rückstand aus Cyclohexan umkristallisiert. Allerdings hängt dies stark vom Edukt ab – bei einigen bringt es so gut wie kein zusätzliches Produkt. Ihr könnt es hier gerne ausprobieren.

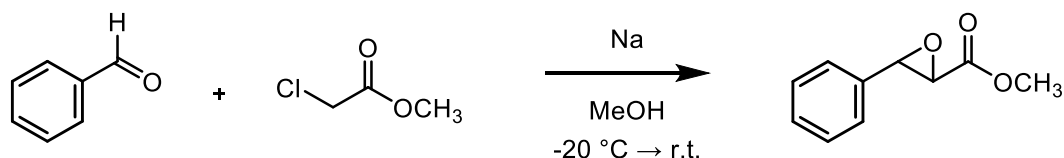
5. Ausgewählte Schutzmaßnahmen

KOH und konz. HCl sind vor der Entsorgung zu verdünnen als Deaktivierungsmethode.

Achtung: Besondere Vorsicht gilt beim Handhaben von Furfural (Lebensgefahr bei Einatmen). Bei Erhitzen den Abzug stets geschlossen halten. Piperidin ist giftig. Besondere Vorsicht beim Umgang mit Diethylether (extrem niedriger Siedepunkt und Flammpunkt (insbesondere bei Zündquellen im Abzug wie Heizplatten oder Steckdosen (Funken))).



P15 – Carbonyl plus C–H-aciden Verbindungen II: Darzens



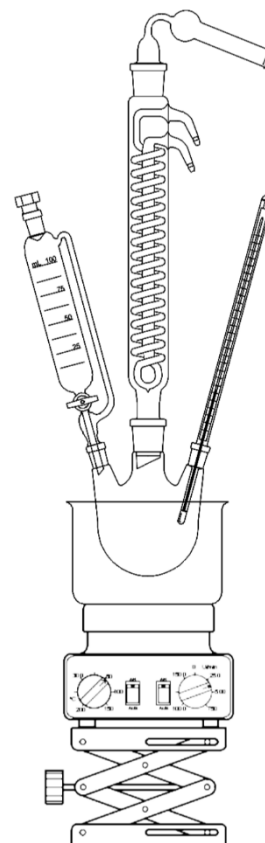
Esterkondensation und Darzens Glycidestersynthese

Methoden: Rückflusskondensator, Lösemittel-Trocknung, Reaktive Metalle, Kältemischung, Vakuum Destillation.

1. Durchführung der Reaktion & Reaktionskontrolle

Methanol trocknen: In einem 500 mL Kolben mit Rührfisch und Rückflusskühler werden 150 mL MeOH gegeben und 1 g Magnesiumspäne zugegeben. Das Gemisch wird 2 h unter Rückfluss erhitzt, bis keine Gasentwicklung mehr zu beobachten ist. Die Suspension wird unter Normaldruck destilliert um trockenes, sauberes MeOH zu erhalten.

Reaktion: In einem 500 mL Dreihalskolben (Aufbau siehe rechts) werden Na-Stückchen (1.5 equiv.) in 150 mL trockenem MeOH suspendiert und so lange gerührt bis sämtlicher Feststoff in Lösung gegangen ist. Das entstandene NaOMe wird in einer NaCl/Eis Kältemischung gekühlt und über den Tropftrichter eine Mischung aus Benzaldehyd (10.6 g, 100 mmol, 1.0 equiv.) und Chloressigsäureethylester (1.5 equiv.) langsam zugegeben. Die Mischung wird über Nacht bei langsamem Erwärmen auf Raumtemperatur gerührt.



2. Isolierung, Reinigung, Charakterisierung

Zum Reaktionsgemisch wird vorsichtig Eisessig (1.5 equiv.) zugeben und die entstandene Mischung in 500 mL Eiswasser (1:1 Gemisch aus Wasser und Eis) gegossen. Die wässrige Phase wird mit Diethylether extrahiert (3 × 50 mL), die kombinierten organischen Phasen mit gesättigter NaCl-Lösung (100 mL) gewaschen, und dann über Na₂SO₄ getrocknet. Der Ether wird am Rotationsverdampfer entfernt und das Rohprodukt über Vakuumdestillation bei 7 mbar und 130°C destilliert. Charakterisierung über GC/MS.

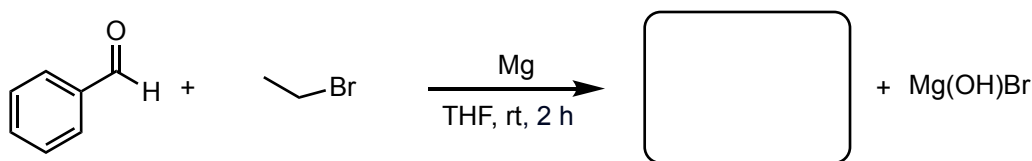
3. Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Natrium ist vor Entsorgung zu deaktivieren.

Achtung: Natriumbrände lassen sich mit Metallbrandpulver (Kochsalz), Kaliumchlorid, behelfsweise mit Sand löschen. Sand reagiert jedoch in gewissem Rahmen mit Na, was die Löschwirkung mindert. **Keinesfalls dürfen Wasser, Schaum, Löschpulver, Kohlenstoffdioxid** oder Halone verwendet werden. Diese Löschmittel reagieren mit Natrium zum Teil stark exotherm, was gegebenenfalls zu stärkeren Bränden und Explosionen führen kann.

Achtung: Diethylether kann explosive Peroxide bilden. Diethylether ist hochflüchtig und als Flüssigkeit oder Dampf extrem entzündlich. Aufgrund seiner Flüchtigkeit und extrem niedrigen Zündtemperatur (175°C, bereits einfach mit einem Heizrührer zu erreichen) gilt er als eine der gefährlichsten Brandgefahren im Labor.

P16 – Carbonylverbindung + C-Nucleophil 2: Grignard



Grignard Reaktion mit Benzaldehyd

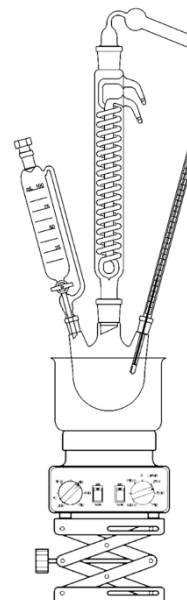
Methoden: Rückflusskondensator

Aspekte: Nebenprodukt, Grignard Reaktion, Metallorganische Chemie

1. Durchführung der Reaktion & Reaktionskontrolle

A. Darstellung des Grignards

In einem 100 mL Dreihalskolben mit Tropftrichter und Rückflusskühler mit Calciumchloridrohr werden insgesamt Magnesiumspäne (1.25 equiv.) mit 12.5 mL abs. Tetrahydrofuran übergossen. Bromethan (1.25 equiv.) wird im Tropftrichter gebracht. Ca. 1/20 von der gesamten Menge Bromethan wird jetzt unter Rühren dazugegeben (*Anspringen*). Das Anspringen der Reaktion macht sich durch eine leichte Trübung und Erwärmung bemerkbar; sollte die Reaktion *nicht* starten, gibt man eine Kugel Iod dazu, alternativ 1,2-Dibromethan, und erwärmt die Reaktion leicht. Nach dem Anspringen wird der Rest vom Bromethan, gelöst in Tetrahydrofuran (30 mL) langsam dazugegeben. Wird die Reaktion zu heftig, kühlt man sie mit einem Eisbad leicht ab. Gegen Ende des Eintropfens wird mit einem Wasserbad zum leichten Sieden erhitzt und die Reaktion so lange gerührt, bis sich fast alles Magnesium gelöst hat (ca. 30 min).



B. Umsetzung von Grignard-Verbindung mit Benzaldehyd

In die Grignard-Lösung tropft man unter Rühren Benzaldehyd (10.6 g, 1.00 equiv.) gelöst in Tetrahydrofuran (12.5 mL) zu. Die Reaktion wird 2 Stunden auf Rückfluss erhitzt. Anschließend wird die Lösung abgekühlt und auf zerstoßenes Eis (ca. 15 g) gegossen. Im nächsten Schritt wird 6 M HCl dazugegeben, bis sich der Niederschlag löst. Die organische Phase wird auf ein Drittel des originalen Volumens am Rotationsverdampfer eingedunstet, die wässrige Phase mit Diethylether (3x) extrahiert. Die gesammelten organischen Phasen werden mit $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ oder NaHSO_3 Lösung, dann NaHCO_3 Lösung, und anschließend NaCl-Lösung gewaschen, über MgSO_4 getrocknet und einrotiert.

2. Isolierung und Reinigung

Phenylpropanol wird über Vakuumdestillation des einrotierten Rückstands bei 20 mbar isoliert (107 °C).

3. Charakterisierung

Stichprobenmäßig wird ein ^1H -NMR-Spektrum der Produkt aufgenommen und die NMR-Daten zur Verfügung aller benachbarten Studierende zur Verfügung gestellt. Bestimmen Sie die Menge (in Masseprozent) an Ether und THF als mögliche Verunreinigungen* anhand charakteristischer ^1H -NMR-Signale und identifizieren sie andere Nebenprodukte falls vorhanden.

$$\omega_a = \frac{I_a}{n_a} \times M_a / \sum \left(\frac{I_i}{n_i} \times M_i \right)$$

ω_a = Masseanteil des Analyten, I = Signalsintensität, n = Anzahl H-Atome, M = molare Masse

a = Analyt, i = Index für beliebige Inhaltsstoffe (inklusive des Analyten).

4. Fragen & Anmerkungen

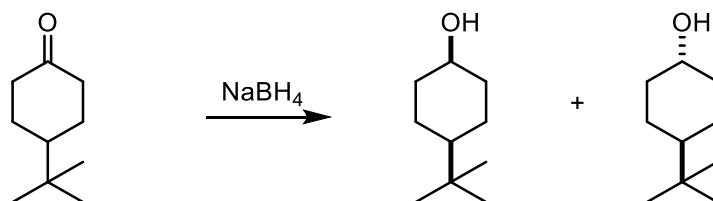
*Diese werden einfach getrennt mit Pentan ggf. durch *Azeotrope Destillation*.

Welche Rolle spielt der Natrium Metabisulfit bsp. Hydrogensulfit?

5. Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Grignard-Reagenz: Brandgefahr (THF); heftige Reaktion mit Wasser (brennbares THF, reaktive RMgX-Spezies).

P17 – Reduktion mit NaBH₄: *trans*-/*cis*-4-*tert*-Butylcyclohexan-1-ol

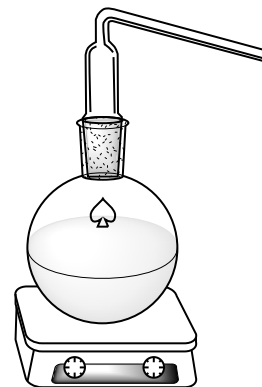


Methoden: Extraktion, Säulenchromatographie, GC-MS, NMR

Aspekte: Reduktion, Diastereomere

1. Durchführung der Reaktion & Reaktionskontrolle

Im Reaktionskolben wird 4-*tert*-Butylcyclohexan-1-on (10.0 mmol) in getrocknetem MeOH (10 mL) gelöst. Die Lösung wird im Eisbad auf 0°C gekühlt, dann unter Rühren portionsweise NaBH₄ (5.00 mmol, 0.5 Äquiv.) innerhalb von 10 min zugegeben und anschließend weitere 10 min unter Eiskühlung gerührt. Dann wird das Eisbad entfernt und das Gemisch 20 min bei Raumtemp. gerührt.



2. Isolierung und Reinigung

Das Reaktionsgemisch wird vorsichtig nacheinander mit wässriger HCl (1 M, 5 mL) und H₂O (5 mL) versetzt, weitere 10 min gerührt und mit *t*-BuOMe (3 x 30 mL) extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden mit wässriger ges. NaCl-Lösung (10 mL) gewaschen und über MgSO₄ getrocknet. Das Lösungsmittel wird bei vermindertem Druck im Rotationsverdampfer entfernt und 4-*tert*-Butylcyclohexanol als Gemisch aus *trans*- und *cis*-Isomere erhalten. Die Isomere sollen durch Säulenchromatographie an Kieselgel (Säulendurchmesser: 3-4 cm, Eluent: Petrolether/AcOEt, 10:1 v/v) getrennt.

3. Charakterisierung

Reinheitskontrolle mittels GC-MS oder NMR. Identität mittels NMR.

4. Fragen & Anmerkungen

Die Reaktion muss unter Ausschluss von Luftfeuchtigkeit durchgeführt werden (Trockenrohr).

NaBH₄ ist feuchtigkeitsempfindlich. Die benötigte Menge muss zügig abgewogen werden und die Vorratsflasche dicht verschlossen werden.

5. Betriebsanweisungs- & Protokollaspekte

Welches *cis/trans* Verhältnis wird bei der Reaktion beobachtet und warum ist ein Diastereomer bevorzugt?

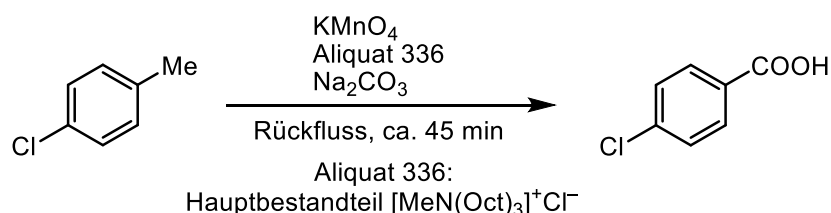
Welches ¹H Signal aus dem NMR Spektrum ist am geeignetsten um die beiden Isomere zu unterscheiden (z.B. wegen unterschiedlicher chemischer Verschiebung oder Kopplungsmuster).

6. Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Natriumborhydrid: **In Berührung mit Wasser entstehen entzündbare Gase (welche?), die sich spontan entzünden können** → Kontakt mit Wasser auf jeden Fall vermeiden!

Natriumborhydrid ist vor der Entsorgung zu deaktivieren.

P18 – Oxidation von Alkylaromaten (4-Chlorbenzoesäure)



Methoden: Rückfluss, Zentrifugieren, Waschen Feststoff, Umkristallisation

Aspekte: Fällung durch Ansäuern, Deaktivierung von Oxidationsmittel, Phasentransferkatalysator

1. Durchführung der Reaktion & Reaktionskontrolle

Man gibt Wasser (70 mL), Aliquat 336 (4 mol%), und Natriumcarbonat (1.33 equiv) in einem Rundkolben mit Rückflusskühler. Dazu werden 4-Chlortoluene (1.90 g, 15 mmol) und Kaliumpermanganat (3.33 equiv) gegeben. Das Gemisch wird bis zur Entfärbung des Permanganats oder 45 min unter Rückfluss erhitzt.

2. Isolierung, Reinigung, Charakterisierung

Man entfernt den Braunstein durch (möglichst heißes) Zentrifugieren und wäscht diesen zweimal mit wenig heißem Wasser. Gegebenenfalls entfärbt man die wässrige Lösung mit Hydrogensulfit-Lösung. Anschließend wird die Lösung am Rotationsverdampfer eingedunstet und danach mit halbkonzentrierter Schwefelsäure angesäuert. Die Lösung wird gekühlt. Das Produkt kristallisiert aus und wird abgesaugt. Man kristallisiert aus Ethanol/Wasser um. Ausbeute: 75%

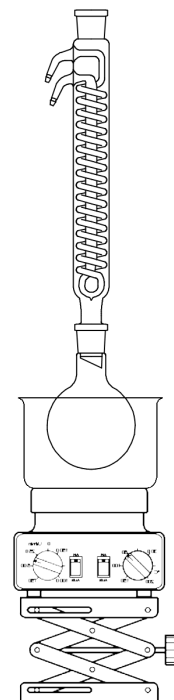
Reinheit: Schmelzpunkt (Lit: 4-Chlorbenzoesäure: Schmp. 241 °C).

3. Ausgewählte Schutzmaßnahmen

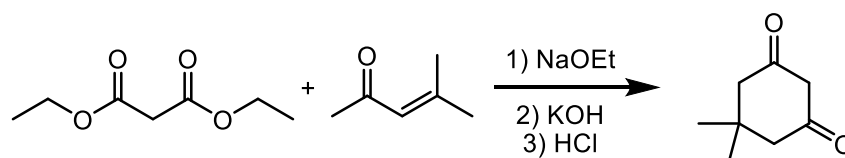
4-Chlortoluol ist hautsensibilisierend Kat. 1; Kaliumpermanganat wirkt ätzend auf der Haut: Handschuhe konsequent tragen.

4. Literatur

Autorenkollektiv, Organikum, Wiley-VCH, Weinheim, S. 430 (24. Auflage), S. 426 (23. Auflage), S. 421 (21./22. Auflage).



P19 – 5,5-Dimethyl-1,3-cyclohexandion (Dimedon): Michael-Addition

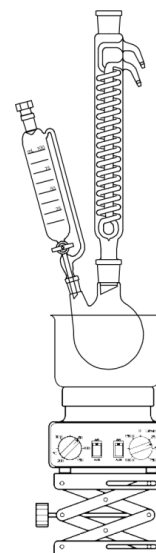


Methoden: Rückfluss, Absaugen, Einengen am Rotationsverdampfer, DC

Aspekte: Herstellung Natriumethanolat-Lösung, "One-pot" Reaktion

1. Durchführung der Reaktion & Reaktionskontrolle

In einem 100 mL-Dreihalskolben (Kühler, Tropftrichter) gibt man zu abs. Ethanol (20 mL) portionsweise krustenfreies, fein zerschnittenes Natrium (50 mmol). Um verbleibenden Feststoff zu lösen, erhitzt man kurze Zeit am Rückfluss. Zur siedenden Lösung tropft man unter Rühren Diethylmalonat (Malonsäurediethylester, 8.5 g, 53 mmol) und nach weiteren 10 min langsam 4-Methyl-3-penten-2-on (Mesityloxid, frisch destilliert (130°C) oder neugekauft, 50 mmol). Man erhitzt weitere 2 h am Rückfluss, versetzt dann mit einer Lösung von KOH (110 mmol) in 30 mL Wasser und erhitzt weitere 6 h am Rückfluss (eine Unterbrechung der 6 h stört nicht). Das noch warme Gemisch gießt man in einen Rundkolben und säuert es mit verd. Salzsäure (1 Teil konz. Säure + 2 Teile Wasser) bis pH 3–4 an.



2. Isolierung, Reinigung, Charakterisierung

Anschließend entfernt man entweder destillativ bei Normaldruck so viel wie möglich Ethanol (ca. 25 mL) (*oder, schneller, am Rotavapor; laut einige kristallisiert das Produkt besser, wenn EtOH abdestilliert wird, aber hier soll man das selber probieren!*), stellt erneut auf pH 3–4 ein und lässt langsam erkalten. Das Kristallisat wird abgesaugt und mit kaltem Wasser sowie mehrfach mit wenig Diethylether gewaschen, bis es nur noch schwach gelblich ist. Man kristallisiert aus Aceton um (ca. 8 mL/g). *Ausbeute: 7.1 g (50.0 mmol, 50%), Schmp.: 147 °C.*

Charakterisierung: Schmelzpunkt, IR (vergleich zur Malondiester), DC mit Vanillin-Stain.

Optionale Erweiterung: Nachweis-Reaktion mit Ellmanns Reagenz (vergleich zur Malondiester): Ein paar Milligramm der zu testenden Substanz in EtOH (ca. 1 mL) lösen und 1 M NaOH_{aq} (ein paar Tropfen) zugeben. Dann Ellmanns Reagenz zugeben und beobachten.

3. Protokoll

Was passiert beim DC-Einfärben mit Vanillin? Skizzieren sie ein mögliche Reaktionspfad. Welche Reaktion passiert beim Nachweis mit Ellmanns Reagenz, und wie detektieren wir das? Weshalb würde Diethylmalonat und Dimedon unterschiedlich reagieren?

4. Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Natrium, sowie Kaliumhydroxid und konz. Salzsäure, sind vor der Entsorgung zu deaktivieren.

Achtung: Natrium reagiert stark mit Wasser und bildet entzündbare Gase (deutlich schwächere Reaktion mit Ethanol) - **siehe P15**.

5. Literatur

R. L. Shriner und H. R. Todd, Org. Synth. 1935, 15, 14.

P20 – Umsetzung von Enolen



2-(Acetylamino)malonsäurediethylester

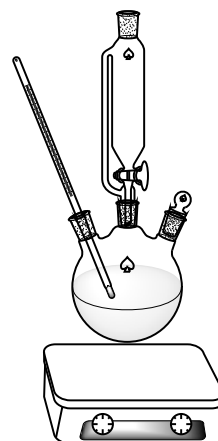
Methoden: Rückfluss, Modifizierte Wasserdampf-Destillation, DC

Aspekte: Nitrosylierung, Reduktion, mehrstufige Synthese

1. Durchführung der Reaktion & Reaktionskontrolle

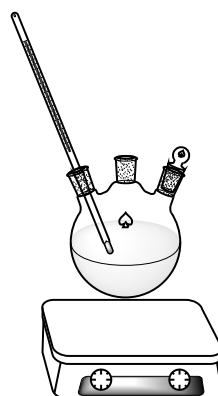
Teil 1

Im Reaktionskolben wird Malonsäurediethylester (62.4 mmol) vorgelegt und unter Kühlen im Eisbad mit Eisessig (194 mmol) und H₂O (16 mL) versetzt. Unter fortgesetztem Rühren und Kühlen wird in diese Lösung portionsweise NaNO₂ (190 mmol) so eingetragen, dass die Innentemp. bei 5-10 °C gehalten wird. Anschließend wird das Eisbad entfernt und das Gemisch 3 h bei Raumtemperatur gerührt.



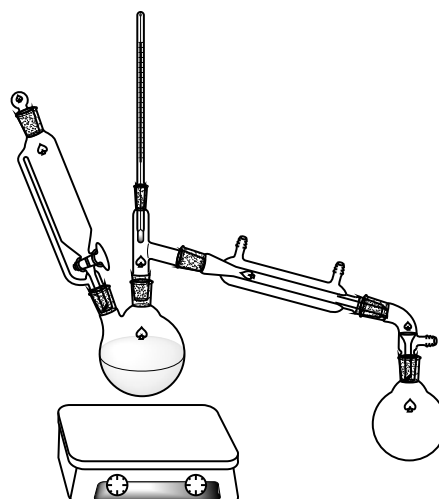
Teil 2

Das Reaktionsgemisch wird mit *t*-BuOMe (3 x 30 mL) extrahiert. Die organischen Phasen werden in einem Reaktionskolben vereinigt und mit Eisessig (749 mmol) und Ac₂O (167 mmol) versetzt. In diese Lösung wird portionsweise Zinkstaub (245 mmol) so eingetragen, dass die Innentemperatur bei 40-50 °C gehalten wird. Anschließend wird das Gemisch 30 min gerührt.



2. Isolierung und Reinigung

Der Niederschlag wird abgesaugt und der Filterkuchen **mit Eisessig (2 x 40 mL) gewaschen**. Die vereinigten Filtrate werden einer modifizierten Wasserdampfdestillation unterworfen. Dazu wird den vereinigten Filtraten H₂O (30 mL) zugesetzt und das Lösungsmittelgemisch (*t*-BuOMe/HOAc/H₂O-Gemisch) bei Atmosphärendruck abdestilliert, wobei abdestilliertes H₂O über einen aufgesetzten Tropftrichter wieder ergänzt wird. Wenn nur noch H₂O übergeht, wird der ölige Destillationsrückstand (ca. 30 mL) unter Rühren abgekühlt. Dabei fällt die Titelverbindung in feinen, weißen Kristallen aus. Die Kristallisation wird im Eisbad (1 h) vervollständigt. Die Kristalle werden abgesaugt und im Vakuum über P₂O₅ getrocknet. Die Titelverbindung (65-70%) wird als farbloser Feststoff erhalten.



3. Charakterisierung

Schmelzpunkt (Lit. Schmp. 95–97 °C) und IR-Spektrum.

4. Fragen & Anmerkungen

Teil 1: Während der Reaktionszeit steigt die Innentemp. auf ca. 38°C und sinkt wieder gegen Ende der Reaktion. Die vereinigten organischen Phasen enthalten das instabile Zwischenprodukt [2-(Hydroxyimino)malonsäurediethylester]. **Vorsicht:** Es darf keinesfalls vom Lösungsmittel befreit oder destilliert werden, es wurde von seinem explosionsartigem Zerfall berichtet.

Teil 2: Zink bewirkt eine Elektronentransfer-Reduktion. Kühlen des Reaktionsgemisches mit einem Wasserbad könnte erforderlich sein. Der Filtrationsrückstand (Filterkuchen) enthält noch elementares Zink. „Waschen“ dieses Filterkuchens entspricht vorsichtigem, aber gründlichem Rühren bevor es wieder abgesaugt wird (Filterpapier nicht beschädigen).

5. Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Bei der Zersetzung von Natriumnitrit können nitrose Gase entstehen; diese nicht einatmen (reizend).

Ausführlichere Sicherheitsinformationen für alle Versuche

G1 – Destillation

(a) Ausgewählte Hinweise

Toluol kann beim Verschlucken tödlich sein. Aspirationsgefahr (Kategorie 1). Die Inhalation von Toluoldämpfen kann zu unspezifischen Symptomen wie Müdigkeit, Unwohlsein, Empfindungsstörungen, Störungen der Bewegungskoordination und Bewusstseinsverlust führen. Daher ausschließlich im Abzug arbeiten!

(b) H+P/Risikoauflistung

Toluol:

H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar
H304 Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein.
H315 Verursacht Hautreizungen
H336 Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen
H361d Kann vermutlich das Kind im Mutterleib schädigen
H373 Kann die Organe schädigen (Zentralnervensystem) bei längerer oder wiederholter Exposition (bei Einatmen)
H412 Schädlich für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung
P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellenarten fernhalten. Nicht rauchen.
P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen
P302+P352 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen
P308+P313 BEI Exposition oder falls betroffen: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen
P331 Kann vermutlich das Kind im Mutterleib schädigen

Aceton:

H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar
H319 Verursacht schwere Augenreizung
H336 Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen
P210 Von Hitze, Funken, offener Flamme, heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen.
P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
P403+P233 An einem gut belüfteten Ort aufbewahren. Behälter dicht verschlossen halten
EUH066 Wiederholter Kontakt kann zu spröder oder rissiger Haut führen.

G2 – Filtration und Umkristallisation

Keine besonderen Schutzmaßnahmen

Kaliumindigotrisulfonat

keine

Benzoessäure:

H315 Verursacht Hautreizungen.
H318 Verursacht schwere Augenschäden.
H372 Schädigt die Organe (Lungen) bei längerer oder wiederholter Exposition durch Einatmen.
P260 Staub nicht einatmen.
P264 Nach Gebrauch Haut gründlich waschen.
P280 Schutzhandschuhe/ Augenschutz/ Gesichtsschutz tragen.
P302 + P352 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser waschen.
P305 + P351 + P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
P314 Bei Unwohlsein ärztlichen Rat einholen/ ärztliche Hilfe hinzuziehen.

Petrolether:

H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H304 Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein.
H315 Verursacht Hautreizungen.
H336 Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.
H411 Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellenarten fernhalten. Nicht rauchen.
P240 Behälter und zu befüllende Anlage erden.
P273 Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P301+P310 BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.
P331 KEIN Erbrechen herbeiführen.
P403+P235 An einem gut belüfteten Ort aufbewahren. Kühl halten.

G3 – Extraktion

(a) Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Achtung: Wie immer wenn Sie mit Chemikalien umgehen: tragen Sie Handschuhe, Schutzbrille, langärmelige Kittel und lange Hosen (besonders wichtig beim Umgang mit hochkonzentrierten wässrigen NaOH- und HCl-Lösungen). Tragen sie nie Kontaktlinsen. Bei Kontakt mit konz. HCl oder NaOH ziehen Sie die Kleidung sofort aus und waschen sie sich am Spülbecken oder unter der Notdusche, um zu vermeiden, dass Natriumhydroxid auf Ihrer Haut verbleibt und verteilt (Verbrennungen und Verseifung der Haut).

Bei Augenkontakt 30 Minuten mit Wasser spülen (halten Sie die Augenlider mit den Fingern geöffnet).

(b) H+P/Risikoauflistung

Benzoessäure (Schmp. 122 °C):

H315: Verursacht Hautreizungen.
H318: Verursacht schwere Augenschäden.
H372: Schädigt die Organe bei längerer oder wiederholter Exposition (Lunge, Inhalativ).
P260: Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol nicht einatmen.
P264: Nach Gebrauch Haut gründlich waschen.
P280: Schutzhandschuhe/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P302+P352: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
P314: Bei Unwohlsein ärztlichen Rat einholen / ärztliche Hilfe hinzuziehen.

3-Nitroanilin (Schmp. 114 °C):

H301+H311+H331: Giftig bei Verschlucken, bei Hautkontakt oder bei Einatmen.
H373: Kann die Organe schädigen bei längerer oder wiederholter Exposition.
H412: Schädlich für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung tragen.
P301+P310+P330: BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen. Mund ausspülen.
P302+P352+P312: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen. Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P304+P340+P311: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P314: Bei Unwohlsein ärztlichen Rat einholen / ärztliche Hilfe hinzuziehen.

Naphthalin (Schmp. 81 °C):

H228: Entzündbarer Feststoff.
H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H351: Kann vermutlich Krebs erzeugen.
H410: Sehr giftig für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung.
P201: Vor Gebrauch besondere Anweisungen einholen.
P202: Vor Gebrauch alle Sicherheitshinweise lesen und verstehen.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P301+P312: BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P308+P313: BEI Exposition oder falls betroffen: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.

Natronlauge (konz.):

H290: Kann gegenüber Metallen korrosiv sein.
H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
P234: Nur in Originalverpackung aufbewahren.
P260: Staub nicht einatmen.
P280:

Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.

P304+P340+P310: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

HCl:

H290: Kann gegenüber Metallen korrosiv sein.

H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.

H335: Kann die Atemwege reizen.

P234: Nur in Originalverpackung aufbewahren.

P261: Einatmen von

Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol vermeiden.

P271: Nur im Freien oder in gut belüfteten Räumen verwenden.

P280:

Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Diethylether:

H224: Flüssigkeit und Dampf extrem entzündbar.

H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.

H336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.

P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P233: Behälter dicht verschlossen halten.

P240: Behälter und zu befüllende Anlage erden.

P241: Explosionsgeschützte elektrische/Lüftungs-/Beleuchtungs-/Geräte verwenden.

P301+P312: BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P403+P233: An einem gut belüfteten Ort aufbewahren. Behälter dicht verschlossen halten.

G4 – Chromatographien

(a) Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Kieselgel: Das Einatmen von Kieselgel-Stäuben sollte unbedingt vermieden werden. Füllen Sie deshalb das trockene Kieselgel nur im Abzug und mit teilweise geschlossener Scheibe um. Entfernen Sie verschüttetes Kieselgel mit einem feuchten Papiertuch.

(b) H+P/Risikoauflistung

3,5-Dimethylphenol

H311: Giftig bei Hautkontakt.
H301: Giftig bei Verschlucken.
H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
P260: Staub/Nebel nicht einatmen.
P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P301+P310+P330: BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen. Mund ausspülen.
P301+P330+P331: BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen.
P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

2,6-Dimethylphenol:

H301+H311: Giftig bei Verschlucken oder bei Hautkontakt.
H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
H335: Kann die Atemwege reizen.
H411: Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
P260: Staub/Nebel nicht einatmen.
P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.
P304+P340+P310: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Isohexan:

H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H304: Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein.
H315: Verursacht Hautreizungen.
H336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.
H411: Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P233: Behälter dicht verschlossen halten.
P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P301+P310+P331: BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen. KEIN Erbrechen herbeiführen.

P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.

Ethylacetat:

H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H319: Verursacht schwere Augenreizung.
H336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P233: Behälter dicht verschlossen halten.
P240: Behälter und zu befüllende Anlage erden.
P241: Explosionsgeschützte elektrische/Lüftungs-/Beleuchtungs-/... Geräte verwenden.
P242: Funkenarmes Werkzeug verwenden.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Kieselgel: – (aber Achtung: nicht einatmen; unterm Abzug arbeiten)



G5 – Sauberkeit (Fluorophor)

Keine besonderen Schutzmaßnahmen erforderlich.

Diethylether:

H224: Flüssigkeit und Dampf extrem entzündbar.
H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P233: Behälter dicht verschlossen halten.
P240: Behälter und zu befüllende Anlage erden.
P241: Explosionsgeschützte elektrische/Lüftungs-/Beleuchtungs-/Geräte verwenden.
P301+P312: BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P403+P233: An einem gut belüfteten Ort aufbewahren. Behälter dicht verschlossen halten.

Ethanol:

H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H319: Verursacht schwere Augenreizung.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P233: Behälter dicht verschlossen halten.
P240: Behälter und zu befüllende Anlage erden.
P241: Explosionsgeschützte elektrische/Lüftungs-/Beleuchtungs-/... Geräte verwenden.
P242: Funkenarmes Werkzeug verwenden.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Chloranil:

H315: Verursacht Hautreizungen.
H319: Verursacht schwere **Augenreizung**.

H335: Kann die Atemwege reizen.
P261: Einatmen von Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol vermeiden.
P264: Nach Gebrauch Haut gründlich waschen.
P271: Nur im Freien oder in gut belüfteten Räumen verwenden.
P280: Schutzhandschuhe/ Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P302+P352: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Salicylaldehyd:

H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H411: Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
P264: Nach Gebrauch Haut gründlich waschen.
P270: Bei Gebrauch nicht essen, trinken oder rauchen.
P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P301+P312: BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P391: Verschüttete Mengen aufnehmen.
P501: Inhalt/ Behälter einer anerkannten Abfallentsorgungsanlage zuführen.

Anthranilsäure:

H318: Verursacht schwere Augenschäden.
P280: Augenschutz/Gesichtsschutz tragen
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

p-Toluensulfonsäure:

H315: Verursacht Hautreizungen.
H319: Verursacht schwere Augenreizung.
H335: Kann die Atemwege reizen.
P261: Einatmen von Staub vermeiden.
P264: Nach Gebrauch Haut gründlich waschen.
P271: Nur im Freien oder in gut belüfteten Räumen verwenden.
P280: Schutzhandschuhe/ Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P302+P352: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser waschen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Isohexan:

H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H304: Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein.
H315: Verursacht Hautreizungen.
H336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.
H411: Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P233: Behälter dicht verschlossen halten.
P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P301+P310+P331: BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen. KEIN Erbrechen herbeiführen.

P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.

Ethylacetat:

H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H319: Verursacht schwere Augenreizung.
H336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P233: Behälter dicht verschlossen halten.
P240: Behälter und zu befüllende Anlage erden.
P241: Explosionsgeschützte elektrische/Lüftungs-/Beleuchtungs-/... Geräte verwenden.
P242: Funkenarmes Werkzeug verwenden.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

G6 – Destillationen

(a) Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Vorsicht beim Umgang mit **Diethylether** der **hochentzündlich** ist und darf nicht mit Funken und heißen Oberflächen (z.B. Heizplatte, Heißluftpistole) in Kontakt kommen! Diethylether besitzt einen Flammpunkt von -40 °C und eine Zündtemperatur von 175 °C und kann mit Luft explosionsfähige Gemische bilden (untere Explosionsgrenze: 1.7 Vol.-% ! , 50 g/m^3).

(b) H+P Sätze

(R)-(+)-Limonen

H226 Flüssigkeit und Dampf entzündbar.
H315 Verursacht Hautreizungen.
H317 Kann allergische Hautreaktionen verursachen.
H410 Sehr giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
P273 Freisetzung in die Umwelt vermeiden. Achtung
P260 Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/ Aerosol nicht einatmen.
P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/ Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P303+P361+P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen [oder duschen].
P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser ausspülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter ausspülen.
P331 KEIN Erbrechen herbeiführen.

Diethylether

H224 Flüssigkeit und Dampf extrem entzündbar.
H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H336 Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.

P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P240 Behälter und zu befüllende Anlage erden.

P241 Explosionsgeschützte elektrische/Lüftungs-/Beleuchtungsgeräte verwenden.

P301 + P312 BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.

P403 + P233 An einem gut belüfteten Ort aufbewahren. Behälter dicht verschlossen halten.

EUH019 Kann explosionsfähige Peroxide bilden.

EUH066 Wiederholter Kontakt kann zu spröder oder rissiger Haut führen.



P1 – Radikalische Halogenierung

(siehe auch Details im Versuchsskript)

(a) Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Achtung: Sulfurylchlorid und Chlorwasserstoff wirken ätzend (C). Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Schwefeldioxid ist giftig (T), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper sowie Einatmen der Dämpfe vermeiden.

SO₂Cl₂ kann mit vielen basischen Nukleophilen zerstört werden. Wir bevorzugen hier eine Lösung von Ethanolamin in Isopropanol. Es ist billig, nahezu geruchsneutral und gesundheitlich kaum bedenklich. Es kann auch als Notfallhilfe dienen (Tropfen SO₂Cl₂ auf der Haut deaktivieren, usw.). Alternativen wie z.B. 8% NaOH oder NH₃:MeOH würden auch den Zweck der Deaktivierung erfüllen, sind aber gesundheitlich bedenklicher bzw. riechen unangenehm.

Chlorwasserstoff und Schwefeldioxid müssen unbedingt in ein Gemisch aus Ethanolamin in Isopropanol eingeleitet werden, um dort abzureagieren. Zur Sicherheit muss die Gaseinleitung an der Rückwand des Abzugs aufgebaut werden und die Scheibe bei laufendem Versuch geschlossen gehalten werden, falls die reaktiven Gase nicht komplett zersetzt werden.

(b) H+P-Sätze

Sulfurylchlorid

H330: Lebensgefahr bei Einatmen.

H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.

H335: Kann die Atemwege reizen.

EUH014: Reagiert heftig mit Wasser.

P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P301+P330+P331: BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen.

P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.

P304+P340: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen.

P310: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN:

Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Chlorwasserstoff

H280: Enthält Gas unter Druck; kann bei Erwärmung explodieren.

H331: Giftig bei Einatmen.

H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.

EUH071: Wirkt ätzend auf die Atemwege.

P260: Gas/Dampf nicht einatmen.

P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P303+P361+P353+P315: BEI BERÜHRUNG MIT DER

HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen. Sofort ärztlichen Rat einholen / ärztliche Hilfe hinzuziehen.

P304+P340+P315: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Sofort ärztlichen Rat einholen / ärztliche Hilfe hinzuziehen.

P305+P351+P338+P315: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. Sofort ärztlichen Rat einholen / ärztliche Hilfe hinzuziehen.

P403: An einem gut belüfteten Ort aufbewahren.

P405: Unter Verschluss aufbewahren.

Schwefeldioxid

H280: Enthält Gas unter Druck; kann bei Erwärmung explodieren.

H331: Giftig bei Einatmen.

H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.

H370: Schädigt die Organe (Atmungsorgane; Expositionsweg: Inhalativ)

EUH071: Wirkt ätzend auf die Atemwege.

P260: Gas/Dampf nicht einatmen.

P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P303+P361+P353+P315: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten

Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen. Sofort ärztlichen Rat einholen / ärztliche Hilfe hinzuziehen.

P304+P340+P315: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Sofort ärztlichen Rat einholen / ärztliche Hilfe hinzuziehen.

P305+P351+P338+P315: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser

spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. Sofort ärztlichen Rat einholen / ärztliche Hilfe hinzuziehen.

P403: An einem gut belüfteten Ort aufbewahren.

P405: Unter Verschluss aufbewahren.

Chlorcyclohexan

H226: Flüssigkeit und Dampf entzündbar.

H315: Verursacht Hautreizungen.

H319: Verursacht schwere Augenreizung.

H335: Kann die Atemwege reizen.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P261: Einatmen von Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol vermeiden.
P302+P352: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen.
P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Isopropanol

H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H319: Verursacht schwere Augenreizung.
H336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.
Sicherheitshinweise - P-Sätze:
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P233: Behälter dicht verschlossen halten.
P240: Behälter und zu befüllende Anlage erden.
P241: Explosionsgeschützte elektrische/Lüftungs-/Beleuchtungs-Geräte verwenden.
P242: Funkenarmes Werkzeug verwenden.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Ethanolamin

H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H312: Gesundheitsschädlich bei Hautkontakt.
H332: Gesundheitsschädlich bei Einatmen.
H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
H335: Kann die Atemwege reizen.
H412: Schädlich für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P301+P312+P330: BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen. Mund ausspülen.
P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.
P304+P340+P312: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P305+P351+P338+P310: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

Natriumhydroxid

H290: Kann gegenüber Metallen korrosiv sein.
H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
P234: Nur in Originalverpackung aufbewahren.
P260: Staub nicht einatmen.

P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.
P304+P340+P310: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Azobisisobutyronitril

H242: Erwärmung kann Brand verursachen.
H302+H332: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken oder bei Einatmen.
H412: Schädlich für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
EUH044: Explosionsgefahr bei Erhitzen unter Einschluss.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P235: Kühl halten.
P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P304+P340+P312: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P370+P378: Bei Brand: Zum Löschen Trockensand, Trockenlöschpulver oder alkoholbeständigen Schaum verwenden.
P403: An einem gut belüfteten Ort aufbewahren.

Cyclohexan

H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H304: Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein.
H315: Verursacht Hautreizungen.
H336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.
H410: Sehr giftig für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P233: Behälter dicht verschlossen halten.
P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P301+P310: BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.
P331: KEIN Erbrechen herbeiführen.

Natriumcarbonat

H319: Verursacht schwere Augenreizung.
P264: Nach Gebrauch gründlich waschen.
P280: Augenschutz/Gesichtsschutz tragen
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
P337+P313: Bei anhaltender Augenreizung: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.



P2 – Nucleophile Substitution

(a) Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Benzylbromid ist vor der Entsorgung **zu deaktivieren**. Benzylbromid ist ein starkes Tränengas und hautreizend, daher ausschließlich im Abzug arbeiten und Schutzhandschuhe verwenden! Reste an Benzylbromid müssen stets und sofort durch ein Deaktivierungsreagenz vernichtet werden, bevorzugt iPrOH/Ethanolamin, alternativ EtOH/verdünnte 2M Natronlauge (1/1), o.ä..

(b) H+P-Sätze

Triphenylphosphan: Achtung



H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H317 Kann allergische Hautreaktionen verursachen.
H319 Verursacht schwere Augenreizung.
H411 Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung. P260 Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol nicht einatmen.
P273 Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P303+P361+P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen/duschen.
P305+351+338 BEI BERÜHRUNG MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang vorsichtig mit Wasser ausspülen. Eventuell. vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter ausspülen.

Benzylbromid: Achtung



H319 Verursacht schwere Augenreizung.
H335 Kann die Atemwege reizen.
H315 Verursacht Hautreizungen.
P260 Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol nicht einatmen.
P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P303+P361+P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen/duschen.
P305+351+338 BEI BERÜHRUNG MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang vorsichtig mit Wasser ausspülen. Eventuell. vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter ausspülen.

o-Xylol: Achtung



H226 Flüssigkeit und Dampf entzündbar.
H332 Gesundheitsschädlich bei Einatmen.
H312 Gesundheitsschädlich bei Hautkontakt.
H315 Verursacht Hautreizungen.
P260 Staub/ Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol nicht einatmen.
P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P303+P361+P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen/duschen.

P305+351+338 BEI BERÜHRUNG MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang vorsichtig mit Wasser ausspülen. Eventuell. vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter ausspülen.

Petrolether: Gefahr



H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H304: Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein.
H315: Verursacht Hautreizungen.
H336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.
H361f: Kann vermutlich die Fruchtbarkeit beeinträchtigen.
H373: Kann die Organe schädigen bei längerer oder wiederholter Exposition. - Betroffene Organe: Nervensystem
H411: Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
P201: Vor Gebrauch besondere Anweisungen einholen.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P301+P310: BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.
P331: KEIN Erbrechen herbeiführen.

Toluol: Gefahr



H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H315: Verursacht Hautreizungen.
H361d: Kann vermutlich das Kind im Mutterleib schädigen.
H336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.
H373: Kann die Organe schädigen bei längerer oder wiederholter Exposition. - Betroffene Organe: Zentrales Nervensystem
H304: Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein.
H412: Schädlich für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
P202: Vor Gebrauch alle Sicherheitshinweise lesen und verstehen.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P301+P310: BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.
P331: KEIN Erbrechen herbeiführen.

Benzyltriphenylphosphoniumbromid: Achtung



H315 H319 Verursacht schwere Augenreizung.
H335 Kann die Atemwege reizen.
P260 Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol nicht einatmen.
P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P303+P361+P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen/duschen.
P305+351+338 BEI BERÜHRUNG MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang vorsichtig mit Wasser ausspülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter ausspülen.



P3 – Eliminierung

(a) Hauptschutzmaßnahmen

Vorsicht: Vermeiden Sie das Einatmen größerer Mengen an Cyclohexendämpfen, da Aspirationsgefahr besteht. Konsequenz im Abzug arbeiten.

(b) H+P Sätze

Cyclohexen: Gefahr



(C₆H₁₀; M = 82.15 g/mol; Sdp. 83 °C)

H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H312 Gesundheitsschädlich bei Hautkontakt.
P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen und anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P233 Behälter dicht verschlossen halten.
P240 Behälter und zu befüllende Anlage erden.
P241 Explosionsgeschützte elektrische Geräte/Lüftungsanlagen/Beleuchtung/... verwenden P242 Nur funkenfreies Werkzeug verwenden.
P243 Maßnahmen gegen elektrostatische Aufladungen treffen.
P264 Nach Handhabung ... gründlich waschen.
P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/ Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P301+P312 BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P302+P352 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen.
P303+P361+P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen/duschen.
P322 Gezielte Maßnahmen (siehe ... auf diesem Kennzeichnungsetikett).
P330 Mund ausspülen.
P370+P378 Bei Brand: ... zum Löschen verwenden.
P403+P235, An einem gut belüfteten Ort aufbewahren. Kühl halten.
P501 Inhalt/Behälter ... zuführen.

Cyclohexanol: Achtung



C₆H₁₂O; M = 100.16 g/mol; Smp. 26 °C; Sdp. 162 °C

H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H315 Verursacht Hautreizungen.
H332 Gesundheitsschädlich bei Einatmen.
H335 Kann die Atemwege reizen.
P261 Einatmen von Staub / Rauch / Gas / Nebel / Dampf / Aerosol vermeiden.
P264 Nach Gebrauch Hände gründlich waschen.

P280 Schutzhandschuhe/ Schutzkleidung/ Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P301+P312 BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt/... anrufen.
P302+P352 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser waschen.
P304+P340 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen.
P321 Besondere Behandlung (siehe Kennzeichnungsetikett).
P330 Mund ausspülen.
P332+P313 Bei Hautreizung: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.
P362 Kontaminierte Kleidung ausziehen.
P403+P233 An einem gut belüfteten Ort aufbewahren. Behälter dicht verschlossen halten.
P405 Unter Verschluss aufbewahren.
P501 Inhalt/Behälter Entsorgung zuführen.

ortho-Phosphorsäure, 85%: Gefahr



(H₃PO₄; M = 98.0 g/mol; Smp. 40 °C; Sdp 158 °C)

H314 Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
P260 Staub / Rauch / Gas / Nebel / Dampf / Aerosol nicht einatmen.
P264 Nach Gebrauch Hände gründlich waschen.
P280 Schutzhandschuhe/ Schutzkleidung/ Augenschutz/ Gesichtsschutz tragen.
P301+P330+P331 BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen.
P303+P361+P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen/duschen.
P304+P340 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen.
P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
P310 Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.
P321 Besondere Behandlung (siehe ... auf diesem Kennzeichnungsetikett).
P405 Unter Verschluss aufbewahren.
P501 Inhalt/Behälter Entsorgung zuführen.

Magnesiumsulfat

(MgSO₄; M = 120.37 g/mol)
Kein gefährlicher Stoff nach CLP.

Natriumchlorid

(NaCl; M = 58.44 g/mol)
Kein gefährlicher Stoff nach CLP.



P4 – Addition

(a) Hauptschutzmaßnahmen

Diboran und **Bortrifluoridetherat** sind giftig! Im Abzug arbeiten und Schutzhandschuhe tragen.
Wasserstoffperoxid, Natriumborhydrid, und Bortrifluoridetherat können zu schweren Augenschädigungen führen: konsequent

Schutzbrille tragen. Bei Augenkontakt sofort mind. 10 min mit Augendusche spülen. Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen. **Tetrahydrofuran** kann explosive Peroxide bilden => Teststäbchen verwenden. Bei Brand: Löschpulver oder Trockensand oder CO₂-Löscher verwenden.

(b) H/P-Sätze

2-Phenylpropen: Gefahr



(C₉H₁₀; M = 118.18 g/mol; Sdp. 166°C)

H226: Flüssigkeit und Dampf entzündbar.
H304: Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein.
H317: Kann allergische Hautreaktionen verursachen.
H319: Verursacht schwere Augenreizung.
H335: Kann die Atemwege reizen.
H361fd: Kann vermutlich die Fruchtbarkeit beeinträchtigen. Kann vermutlich das Kind im Mutterleib schädigen.
H411: Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P301+P310+P331: BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen. KEIN Erbrechen herbeiführen.
P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Natriumborhydrid: Gefahr



(NaBH₄; M = 37.83 g/mol; Smp. (Zersetz.) 379 °C)

H260: In Berührung mit Wasser entstehen entzündbare Gase, die sich spontan entzünden können.
H301: Giftig bei Verschlucken.
H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
H360FD: Kann die Fruchtbarkeit beeinträchtigen. Kann das Kind im Mutterleib schädigen.
EUH014: Reagiert heftig mit Wasser.
P231+P232: Inhalt unter inertem Gas handhaben und aufbewahren. Vor Feuchtigkeit schützen.
P260: Staub nicht einatmen.
P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.
P304+P340+P310: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.

Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Bortrifluorid-Etherat: Gefahr



(C₄H₁₀BF₃O; M = 141.93 g/mol; Sdp. 126 °C)

H226: Flüssigkeit und Dampf entzündbar.
H302+H332: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken oder bei Einatmen.
H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
H372: Schädigt die Organe bei längerer oder wiederholter Exposition. (Nieren; Inhalativ).
H412: Schädlich für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.
P304+P340+P310: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Diboran: Gefahr



(B₂H₆; M = 27.67 g/mol; Sdp. -92.5 °C)

H220: Extrem entzündbares Gas.
H280: Enthält Gas unter Druck; kann bei Erwärmung explodieren.
H330: Lebensgefahr bei Einatmen.
P260: Gas/Dampf nicht einatmen.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P377: Brand von ausströmendem Gas: Nicht löschen, bis Undichtigkeit gefahrlos beseitigt werden kann.
P381: Bei Undichtigkeit alle Zündquellen entfernen.
P304+P340: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen.
P315: Sofort ärztlichen Rat einholen / ärztliche Hilfe hinzuziehen.
P403: An einem gut belüfteten Ort aufbewahren.
P405: Unter Verschluss aufbewahren.

Tetrahydrofuran: Gefahr



(C₄H₈O; M = 72.11 g/mol; Sdp. 65 °C)

H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H319: Verursacht schwere Augenreizung.
H335: Kann die Atemwege reizen.
H336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.
H351: Kann vermutlich Krebs erzeugen.
EUH019: Kann explosionsfähige Peroxide bilden.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/
Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P301+P312+P330: BEI VERSCHLUCKEN: Bei
Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt
anrufen. Mund ausspülen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN:
Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.
Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit
entfernen. Weiter spülen.
P370+P378: Bei Brand: Löschpulver oder Trockensand
zum Löschen verwenden.
P403+P235: An einem gut belüfteten Ort aufbewahren.
Kühl halten.

Wasserstoffperoxid (30%): Gefahr



(H_2O_2 ; $M = 34.01 \text{ g/mol}$; Sdp. 106°C)
H272: Kann Brand verstärken; Oxidationsmittel.
H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H332: Gesundheitsschädlich bei Einatmen.
H318: Verursacht schwere Augenschäden.
P220: Von Kleidung und anderen brennbaren Materialien
fernhalten.
P261: Einatmen von Staub/Rauch/Gas/
Nebel/Dampf/Aerosol vermeiden.
P280: Augenschutz tragen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN:
Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.
Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit
entfernen. Weiter spülen.

Natriumhydroxid (2 N): Gefahr



(NaOH ; $M = 40.00 \text{ g/mol}$)
H290: Kann gegenüber Metallen korrosiv sein.
H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und
schwere Augenschäden.
P234: Nur in Originalverpackung aufbewahren.
P260: Staub nicht einatmen.
P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/
Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT
(oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke
sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder
duschen.
P304+P340+P310: BEI EINATMEN: Die Person an die
frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen.
Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt
anrufen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN:
Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.
Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit
entfernen. Weiter spülen.



P5 – Ester

(a) ausgewählte Schutzmaßnahmen

Vorsicht beim Umgang mit konz. Schwefelsäure -
starke Ätzwirkung auf die Haut, schwere
Augenschädigung. Schutzhandschuhe tragen.

(b) H+P-Sätze

konz. Schwefelsäure



(H_2SO_4 ; $M = 98.08 \text{ g/mol}$; Smp. -1.1°C (98%), Sdp. ca.
 335°C (98%, azeotropes Gemisch mit Wasser)
H290: Kann gegenüber Metallen korrosiv sein.
H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und
schwere Augenschäden.
P234: Nur in Originalverpackung aufbewahren.
P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/-
Gesichtsschutz tragen.
P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT
(oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke
sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder
duschen.
P304+P340+P310: BEI EINATMEN: Die Person an die
frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen.
Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt
anrufen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN:
Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.
Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit
entfernen. Weiter spülen.
P363: Kontaminierte Kleidung vor erneutem Tragen
waschen.

Methanol



(CH_4O ; $M = 32.04 \text{ g/mol}$; Sdp. 65°C)
H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H301+H311+H331: Giftig bei Verschlucken, bei
Hautkontakt oder bei Einatmen.
H370: Schädigt die Organe: Augen, zentrales
Nervensystem
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen
Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht
rauchen.
P233: Behälter dicht verschlossen halten.
P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/-
Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P301+P310: BEI VERSCHLUCKEN: Sofort
GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT
(oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke
sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder
duschen.
P304+P340+P311: BEI EINATMEN: Die Person an die
frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen.
GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

O-Acetylsalicylsäure (Aspirin)



($\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4$; $M = 180.16 \text{ g/mol}$; Smp. $134\text{--}136^\circ\text{C}$)

H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken. P264:
Nach Gebrauch Haut gründlich waschen. P270: Bei
Gebrauch nicht essen, trinken oder rauchen.
P301+P312: BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein
GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P501: Inhalt/ Behälter einer anerkannten
Abfallentsorgungsanlage zuführen.

Methylsalicylat (Wintergrünöl)



($\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3$; $M = 152.15 \text{ g/mol}$; Sdp. 223°C)

H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H317: Kann allergische Hautreaktionen verursachen.
H318: Verursacht schwere Augenschäden.
H361d: Kann vermutlich das Kind im Mutterleib
schädigen.
H412: Schädlich für Wasserorganismen, mit langfristiger

Wirkung.

P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.

P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P301+P312: BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P302+P352: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN:

Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.

Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P308+P313: BEI Exposition oder falls betroffen: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.



P6 – Diels-Alder-Reaktion

Keine ausgewählte Schutzmaßnahmen

Maleinsäureanhydrid

H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.

H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.

H317: Kann allergische Hautreaktionen verursachen.

H334: Kann bei Einatmen Allergie, asthmaartige

Symptome oder Atembeschwerden verursachen.

H372: Schädigt die Organe bei längerer oder wiederholter Exposition (Atemungsorgane; Inhalativ)

EUH071: Wirkt ätzend auf die Atemwege.

P260: Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol nicht einatmen.

P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/

Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P301+P312: BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein

GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT

(oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.

P304+P340+P310: BEI EINATMEN: Die Person an die

frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen.

Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt

anrufen.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN:

Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.

Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Anthracen

H319: Verursacht schwere Augenreizung.

H410: Sehr giftig für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung.

P264: Nach Gebrauch Haut gründlich waschen.

P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.

P280: Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN:

Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.

Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P337+P313: Bei anhaltender Augenreizung: Ärztlichen

Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.

P391: Verschüttete Mengen aufnehmen.

Xylol, Isomerengemisch

H226: Flüssigkeit und Dampf entzündbar.

H304: Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein.

H312+H332: Gesundheitsschädlich bei Hautkontakt oder bei Einatmen.

H315: Verursacht Hautreizungen.

H319: Verursacht schwere Augenreizung.

H335: Kann die Atemwege reizen.

H373: Kann die Organe schädigen bei längerer oder wiederholter Exposition.

P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P260: Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol nicht einatmen.

P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung tragen.

P301+P310: BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN:

Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.

Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P370+P378: Bei Brand: Löschpulver oder Trockensand zum Löschen verwenden.

Diels-Alder Produkt

H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.

H315: Verursacht Hautreizungen.

H319: Verursacht schwere Augenreizung.

H335: Kann die Atemwege reizen.

P261 Einatmen von Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/ Aerosol vermeiden.

P264 Nach Gebrauch kontaminierte Oberflächen

gründlich waschen.

P270 Bei Gebrauch nicht essen, trinken oder rauchen.

P271 Nur im Freien oder in gut belüfteten Räumen verwenden.

P280 Schutzhandschuhe / Schutzkleidung / Augenschutz / Gesichtsschutz tragen.

P301+P312 Bei Verschlucken: Sofort

Giftinformationszentrum oder Arzt anrufen.

P302+P352 Bei Berührung mit der Haut: Mit viel Wasser waschen.

P304+P340 Bei Einatmen: Die Person an die frische Luft

bringen und für ungehinderte Atmung sorgen.

P305+P351+P338 Bei Kontakt mit den Augen: Einige

Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell

vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen.

Weiter spülen.

P330 Mund ausspülen.

P332+P313 Bei Hautreizung: Ärztlichen Rat einholen /

ärztliche Hilfe hinzuziehen.

P337+P313 Bei anhaltender Augenreizung: Ärztlichen Rat

einholen / ärztliche Hilfe hinzuziehen.

P362 Kontaminierte Kleidung ausziehen.

P403+P233 An einem gut belüfteten Ort aufbewahren.

Behälter dicht verschlossen halten.

P405 Unter Verschluss aufbewahren.

P501 Inhalt / Behälter dem entsprechenden

Chemikalienabfall zuführen.

4-Chlor-7-nitrobenzo-2-oxa-1,3-diazol

H315: Verursacht Hautreizungen.

H319: Verursacht schwere Augenreizung.

P264: Nach Gebrauch Haut gründlich waschen.

P280: Schutzhandschuhe/Augenschutz/ Gesichtsschutz tragen.

P302+P352: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
P332+P313 Bei Hautreizung: Ärztlichen Rat einholen / ärztliche Hilfe hinzuziehen.
P337+P313 Bei anhaltender Augenreizung: Ärztlichen Rat einholen / ärztliche Hilfe hinzuziehen.

K₂CO₃

H315: Verursacht Hautreizungen.
H319: Verursacht schwere Augenreizung.
H335: Kann die Atemwege reizen.
P261: Einatmen von Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol vermeiden.
P264: Nach Gebrauch Haut gründlich waschen.
P271: Nur im Freien oder in gut belüfteten Räumen verwenden.
P280: Schutzhandschuhe/Augenschutz/ Gesichtsschutz tragen.
P302+P352: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

1,2-Diaminoethan

H226: Flüssigkeit und Dampf entzündbar.
H302+H332: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken oder bei Einatmen.
H311: Giftig bei Hautkontakt.
H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
H317: Kann allergische Hautreaktionen verursachen.
H334: Kann bei Einatmen Allergie, asthmaartige Symptome oder Atembeschwerden verursachen.
H412: Schädlich für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/ Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.
P304+P340+P310: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Acetonitril

H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H302+H312+H332: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken, bei Hautkontakt oder bei Einatmen.
H319: Verursacht schwere Augenreizung.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/ Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P301+P312: BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.
P304+P340+P312: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P7 – Elek. Aromat. Substitution

(a) Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Phosphoroxychlorid ist vor der Entsorgung zu deaktivieren.

Phosphoroxychlorid: H330 Lebensgefahr bei Einatmen → Abzug möglichst geschlossen halten (vor allem beim Öffnen der Flasche), Abzugspartner informieren. **EUH029 Entwickelt bei Berührung mit Wasser giftige Gase** → Abzug beim Gießen des Reaktionsgemisches auf Eis möglichst geschlossen halten, bei erkennbarer Gasentwicklung Abzug schließen und Assistenten verständigen.

(b) H+P-Sätze

N,N-Dimethylanilin

H301 + H311 + H331 Giftig bei Verschlucken, Hautkontakt oder Einatmen.
H351 Kann vermutlich Krebs erzeugen.
H411 Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
P201 Vor Gebrauch besondere Anweisungen einholen.
P273 Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/ Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P301 + P310 BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.
P330 Mund ausspülen.
P302 + P352 + P312 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser waschen. Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.
P304 + P340 + P311 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.

Phosphoroxychlorid (Phosphorylchlorid)

H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H314 Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden. H330 Lebensgefahr bei Einatmen.
H372 Schädigt die Organe bei längerer oder wiederholter Exposition durch Einatmen.
P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/ Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P301 + P312 BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.
P303 + P361 + P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen.
P304 + P340 + P310 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.
P305 + P351 + P338 + P314 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser ausspülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter ausspülen. Bei Unwohlsein ärztlichen Rat einholen/ ärztliche Hilfe hinzuziehen.
EUH014 Reagiert heftig mit Wasser. EUH029 Entwickelt bei Berührung mit Wasser giftige Gase.

Dimethylformamid

H226 Flüssigkeit und Dampf entzündbar.
H312 + H332 Gesundheitsschädlich bei Hautkontakt oder Einatmen.
H319 Verursacht schwere Augenreizung. H360D Kann das Kind im Mutterleib schädigen. P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz/Gehörschutz tragen.
P303 + P361 + P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen.
P304 + P340 + P312 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.
P305 + P351 + P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser ausspülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter ausspülen.
P308 + P313 BEI Exposition oder falls betroffen: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.

Diethylether

H224 Flüssigkeit und Dampf extrem entzündbar.
H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H336 Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.
P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P240 Behälter und zu befüllende Anlage erden.
P241 Explosionsgeschützte elektrische/Lüftungs-/Beleuchtungsgeräte verwenden.
P301 + P312 BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.
P403 + P233 An einem gut belüfteten Ort aufbewahren. Behälter dicht verschlossen halten.
EUH019 Kann explosionsfähige Peroxide bilden.
EUH066 Wiederholter Kontakt kann zu spröder oder rissiger Haut führen.

Natronlauge

H290 Kann gegenüber Metallen korrosiv sein.
H314 Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P301 + P330 + P331 BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen.
P303 + P361 + P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen.

P305 + P351 + P338 + P310 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser ausspülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter ausspülen. Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.

Dimethylaminobenzaldehyd

H317 Kann allergische Hautreaktionen verursachen.
P261 Einatmen von Staub / Rauch / Gas / Nebel / Dampf / Aerosol vermeiden.
P272 Kontaminierte Arbeitskleidung nicht außerhalb des Arbeitsplatzes tragen.
P280 Schutzhandschuhe / Schutzkleidung / Augenschutz / Gesichtsschutz tragen.
P302 + P352 Bei Berührung mit der Haut: Mit viel Wasser waschen.
P333 + P313 Bei Hautreizung oder -ausschlag: Ärztlichen Rat einholen / ärztliche Hilfe hinzuziehen.
P362 + P364 Kontaminierte Kleidung ausziehen und vor erneutem Tragen waschen.

P8 – Nuc. Aromat. Substitution

keine Ausgewählte Schutzmaßnahmen

N-(2,4-Dinitrophenyl)-pyridiniumchlorid

(Stoff toxikologisch nicht untersucht, daher Abschätzung des Gefährdungspotentials!): H226 H228 H314 H317 H300+H310+H330, P260 P262 P271 P280 P303+P361+P353 P305+P351+P338 P310

1-Chlor-2,4-dinitrobenzol

H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken
H310 Kann vermutlich das Kind im Mutterleib schädigen
H315 Verursacht Hautreizungen
H317 Kann allergische Hautreaktionen verursachen
H318 Verursacht schwere Augenschäden
H410 Kann vermutlich das Kind im Mutterleib schädigen
P301 + P330 + P331 - BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen
P310 - Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen
P302 + P352 - BEI KONTAKT MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen
P332 + P313 - Bei Hautreizung: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen
P305 + P351 + P338 - BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
P280 - Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen

Pyridin

H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar
H302+H312+H332 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken, Hautkontakt oder Einatmen
H315 Verursacht Hautreizungen
H319 Verursacht schwere Augenreizung
P210 Von offener Flamme und heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen.
P233 Kann vermutlich das Kind im Mutterleib schädigen
P280 Schutzhandschuhe/Augenschutz tragen
P302+P352 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser waschen
P304+P340 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen

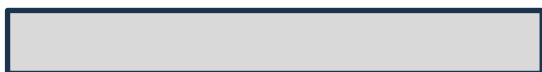
P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN:
Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.
Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Ethanol

H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar
H319 Verursacht schwere Augenreizung
P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellenarten fernhalten.
Nicht rauchen
P233 Behälter dicht verschlossen halten
P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN:
Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.
Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen

Diethylether

H224 Kann vermutlich das Kind im Mutterleib schädigen
H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken
H336 Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen
P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellenarten fernhalten.
Nicht rauchen.
P243 Maßnahmen gegen elektrostatische Entladungen treffen.
P261 Einatmen von Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol vermeiden.
P303+P361+P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen [oder duschen].
P304+P340 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen.
P312 Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.
EUH019 Kann explosionsfähige Peroxide bilden.
EUH066 Wiederholter Kontakt kann zu spröder oder rissiger Haut führen..



P9 – Nucleophile Ringöffnung

keine Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Zincke und König Salz

(Stoff toxikologisch nicht untersucht, daher Abschätzung des Gefährdungspotentials!): H226 H228 H314 H317 H300+H310+H330, P260 P262 P271 P280 P303+P361+P353 P305+P351+P338 P310

Anilin

H301+H311+H331 Giftig bei Verschlucken, Hautkontakt oder Einatmen
H317 Kann allergische Hautreaktionen verursachen
H318 Verursacht schwere Augenschäden
H341 Kann vermutlich genetische Defekte verursachen
H351 Kann vermutlich Krebs erzeugen
H372 Schädigt die Organe bei längerer oder wiederholter Exposition
H410 Sehr giftig für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung
P273 Freisetzung in die Umwelt vermeiden
P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen
P302+P352 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen

P304+P340 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen
P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN:
Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.
Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P308+P313 BEI Exposition oder falls betroffen: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen

4-Bromoanilin

H311 Giftig bei Hautkontakt
H319 Verursacht schwere Augenreizung
H315 Verursacht Hautreizungen
H373 Kann die Organe schädigen bei längerer oder wiederholter Exposition
H302 + H332 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken oder Einatmen
P301 + P330 + P331 BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen
P312 Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen
P302 + P352 BEI KONTAKT MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen
P304 + P340 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen
P337 + P313 Bei anhaltender Augenreizung: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen
P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen

1,3,3-Trimethyl-2-methylenindol

H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken
H315 Verursacht Hautreizungen
H410 Kann vermutlich das Kind im Mutterleib schädigen
P273 Freisetzung in die Umwelt vermeiden
P301 + P312 - BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen
P302 + P352 - BEI KONTAKT MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen

2,4-Dinitroanilin

H411 Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung
H373 Kann die Organe schädigen bei längerer oder wiederholter Exposition
H300 + H310 + H330 Kann vermutlich das Kind im Mutterleib schädigen
P301 + P310 BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen
P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen
P361 Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen
P302 + P350 BEI KONTAKT MIT DER HAUT: Behutsam mit viel Wasser und Seife waschen
P310 Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen
P304 + P340 BEI EINATMEN: An die frische Luft bringen und in einer Position ruhigstellen, die das Atmen erleichtert
P260 Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol nicht einatmen
P273 Freisetzung in die Umwelt vermeiden

Konzentrierte Salzsäure

H290 Kann gegenüber Metallen korrosiv sein
H314 Kann vermutlich das Kind im Mutterleib schädigen
H335 Kann vermutlich das Kind im Mutterleib schädigen
P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen

P303+P361+P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen [oder duschen]
P304+P340 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen
P305+P351+P338 Kann vermutlich das Kind im Mutterleib schädigen
P310 Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen

Methanol

H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar
H301+H311+H331 Giftig bei Verschlucken, Hautkontakt oder Einatmen
H370 Kann vermutlich das Kind im Mutterleib schädigen
P210 Von Hitze, Funken, offener Flamme, heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen
P270 Bei Gebrauch nicht essen, trinken oder rauchen
P280 Schutzhandschuhe/Augenschutz tragen
P303+P361+P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen [oder duschen]
P304+P340 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen
P308+P311 BEI Exposition oder falls betroffen: GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen

Ethanol

H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar
H319 Verursacht schwere Augenreizung
P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellenarten fernhalten. Nicht rauchen
P233 Behälter dicht verschlossen halten
P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen

Aceton

H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar
H319 Verursacht schwere Augenreizung
H336 Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen
P210 Von Hitze, Funken, offener Flamme, heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen.
P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
P403+P233 An einem gut belüfteten Ort aufbewahren. Behälter dicht verschlossen halten
EUH066 Wiederholter Kontakt kann zu spröder oder rissiger Haut führen.



P10 – Acetalisierung

keine Ausgewählte Schutzmaßnahmen

3-Nitrobenzaldehyd: Achtung

H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H411: Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
P264: Nach Gebrauch Haut gründlich waschen.

P270: Bei Gebrauch nicht essen, trinken oder rauchen.
P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P301+P312: BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P391: Verschüttete Mengen aufnehmen.
P501: Inhalt/ Behälter einer anerkannten Abfallentsorgungsanlage zuführen.

Ethylenglykol: Achtung

H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H373: Kann die Organe schädigen bei längerer oder wiederholter Exposition. - Betroffene Organe: Nieren - Expositionsweg: Oral
P301+P312+P330: BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM der Arzt anrufen. Mund ausspülen.
P314: Bei Unwohlsein ärztlichen Rat einholen / ärztliche Hilfe hinzuziehen.

p-Toluolsulfonsäure: Achtung

H315: Verursacht Hautreizungen.
H319: Verursacht schwere Augenreizung.
H335: Kann die Atemwege reizen.
P261: Einatmen von Staub vermeiden.
P264: Nach Gebrauch Haut gründlich waschen.
P271: Nur im Freien oder in gut belüfteten Räumen verwenden.
P280: Schutzhandschuhe/Augenschutz/ Gesichtsschutz tragen.
P302+P352: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser waschen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Toluol: Gefahr

H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H315: Verursacht Hautreizungen. H361d: Kann vermutlich das Kind im Mutterleib schädigen.
H336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.
H373: Kann die Organe schädigen bei längerer oder wiederholter Exposition. - Betroffene Organe: Zentrales Nervensystem
H304: Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein. H412: Schädlich für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
P202: Vor Gebrauch alle Sicherheitshinweise lesen und verstehen.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P301+P310: BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.
P331: KEIN Erbrechen herbeiführen.

Natronlauge: Gefahr

H290: Kann gegenüber Metallen korrosiv sein.
H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
P234: Nur in Originalverpackung aufbewahren.

P260: Staub nicht einatmen.
P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/ Augenschutz/ Gesichtsschutz tragen.
P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.
P304+P340+P310: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Kaliumcarbonat: Achtung



H315: Verursacht Hautreizungen.
H319: Verursacht schwere Augenreizung.
H335: Kann die Atemwege reizen.
P261: Einatmen von Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol vermeiden.
P264: Nach Gebrauch Haut gründlich waschen.
P271: Nur im Freien oder in gut belüfteten Räumen verwenden.
P280: Schutzhandschuhe/Augenschutz/ Gesichtsschutz tragen.
P302+P352: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Ethanol: Achtung



H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H319: Verursacht schwere Augenreizung.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P233: Behälter dicht verschlossen halten.
P240: Behälter und zu befüllende Anlage erden.
P241: Explosionssgeschützte elektrische/Lüftungs-/Beleuchtungs-/... Geräte verwenden.
P242: Funkenarmes Werkzeug verwenden.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

3-Nitrobenzaldehydethylenacetal: Achtung



H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H315: Verursacht Hautreizungen.
H319: Verursacht schwere Augenreizung.
H335: Kann die Atemwege reizen.
P261: Einatmen von Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol vermeiden.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P11 – Carbonyl + Het-Nuc 1

keine ausgewählte Schutzmaßnahmen

Butandisäureanhydrid:

H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
H317: Kann allergische Hautreaktionen verursachen.
H334: Kann bei Einatmen Allergie, asthmaartige Symptome oder Atembeschwerden verursachen.
P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P301+P330+P331: BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen.
P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.
P304+P340: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
P310: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

Calciumchlorid:

H319: Verursacht schwere Augenreizung.
P264: Nach Gebrauch Haut gründlich waschen.
P280: Augenschutz/Gesichtsschutz tragen
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
P337+P313: Bei anhaltender Augenreizung: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.

Methanol:

H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H301+H311+H331: Giftig bei Verschlucken, bei Hautkontakt oder bei Einatmen.
H370: Schädigt die Organe.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P233: Behälter dicht verschlossen halten.
P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P301+P310: BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.
P304+P340+P311: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

Bernsteinsäuremonomethylester:

H315: Verursacht Hautreizungen.
H319: Verursacht schwere Augenreizung.
P264: Nach Gebrauch Haut gründlich waschen.

P280: Schutzhandschuhe/ Augenschutz/ Gesichtsschutz tragen.
P302 + P352: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser waschen.
P337 + P313: Bei anhaltender Augenreizung: Ärztlichen Rat einholen/ ärztliche Hilfe hinzuziehen.
P362 + P364: Kontaminierte Kleidung ausziehen und vor erneutem Tragen waschen.
P332 + P313: Bei Hautreizung: Ärztlichen Rat einholen/ ärztliche Hilfe hinzuziehen.



P12 – Carbonyl + Het-Nuc 2

(a) Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Di-tert-butylidicarbonat: Akut toxisch beim Einatmen und sehr volatil.

4-(Dimethylamino)pyridin: Toxisch und gut hautgängig.

Diethylether: Sehr volatil und die Dämpfe sind hochentzündlich! Von Zündquellen und heißen Oberflächen fernhalten. Kann bei längerer Lagerung explosionsfähige Peroxide bilden.

(b) H+P/Risikoaufstellung

Bernsteinsäuremonomethylester:

H315: Verursacht Hautreizungen.
H319: Verursacht schwere Augenreizung.
P264: Nach Gebrauch Haut gründlich waschen.
P280: Schutzhandschuhe/ Augenschutz/ Gesichtsschutz tragen.
P302 + P352: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser waschen.
P337 + P313: Bei anhaltender Augenreizung: Ärztlichen Rat einholen/ ärztliche Hilfe hinzuziehen.
P362 + P364: Kontaminierte Kleidung ausziehen und vor erneutem Tragen waschen.
P332 + P313: Bei Hautreizung: Ärztlichen Rat einholen/ ärztliche Hilfe hinzuziehen.

Calciumchlorid:

H319: Verursacht schwere Augenreizung.
P264: Nach Gebrauch Haut gründlich waschen.
P280: Augenschutz/Gesichtsschutz tragen
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
P337+P313: Bei anhaltender Augenreizung: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.

4-(Dimethylamino)pyridin:

H301+H331: Giftig bei Verschlucken oder bei Einatmen.
H310: Lebensgefahr bei Hautkontakt.
H315: Verursacht Hautreizungen.
H318: Verursacht schwere Augenschäden.
H370: Schädigt die Organe. Betroffene Organe: Nervensystem
H411: Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
P262: Nicht in die Augen, auf die Haut oder auf die Kleidung gelangen lassen.

P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.

P280:

Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P301+P310: BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P302+P352+P312: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser waschen. Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

tert-Butanol:

H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.

H332: Gesundheitsschädlich bei Einatmen.

H319: Verursacht schwere Augenreizung.

H335: Kann die Atemwege reizen.

H336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.

P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P233: Behälter dicht verschlossen halten.

P240: Behälter und zu befüllende Anlage erden.

P241: Explosionssgeschützte elektrische/Lüftungs-/Beleuchtungs-/... Geräte verwenden.

P304+P340+P312: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Di-tert-butyl dicarbonate:

H226: Flüssigkeit und Dampf entzündbar.

H330: Lebensgefahr bei Einatmen.

H315: Verursacht Hautreizungen.

H317: Kann allergische Hautreaktionen verursachen.

H318: Verursacht schwere Augenschäden.

H335: Kann die Atemwege reizen.

P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P233: Behälter dicht verschlossen halten.

P280:

Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.

P304+P340+P310: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Diethylether:

H224: Flüssigkeit und Dampf extrem entzündbar.

H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.

H336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.

P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P233: Behälter dicht verschlossen halten.

P240: Behälter und zu befüllende Anlage erden.

P241: Explosionsgeschützte elektrische/Lüftungs-/Beleuchtungs-/... Geräte verwenden.

P301+P312: BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P403+P233: An einem gut belüfteten Ort aufbewahren. Behälter dicht verschlossen halten.

Salzsäure:

H290: Kann gegenüber Metallen korrosiv sein.

H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.

H335: Kann die Atemwege reizen.

P234: Nur in Originalverpackung aufbewahren.

P261: Einatmen von Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol vermeiden.

P271: Nur im Freien oder in gut belüfteten Räumen verwenden.

P280:

Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Isohexan:

H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.

H304: Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein.

H315: Verursacht Hautreizungen.

H336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.

H411: Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.

P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P233: Behälter dicht verschlossen halten.

P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.

P301+P310+P331: BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen. KEIN Erbrechen herbeiführen.

P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.

Ethylacetat:

H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.

H319: Verursacht schwere Augenreizung.

H336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.

P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P233: Behälter dicht verschlossen halten.

P240: Behälter und zu befüllende Anlage erden.

P241: Explosionsgeschützte elektrische/Lüftungs-/Beleuchtungs-/... Geräte verwenden.

P242: Funkenarmes Werkzeug verwenden.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Natriumhydrogencarbonat: –

Magnesiumsulfat: –

Bernsteinsäure-tert-butylmethylester: -



P13 – Wittig

keine ausgewählte Schutzmaßnahmen

Benzaldehyd:

H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.

H332: Gesundheitsschädlich bei Einatmen.

H315: Verursacht Hautreizungen.

H319: Verursacht schwere Augenreizung.

H335: Kann die Atemwege reizen.

H360D: Kann das Kind im Mutterleib schädigen.

H411: Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.

P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.

P301+P312: BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P302+P352: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen.

P304+P340+P312: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.

Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P308+P313: BEI Exposition oder falls betroffen: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.

Dichlormethan:

H315: Verursacht Hautreizungen.

H319: Verursacht schwere Augenreizung.

H336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.

H351: Kann vermutlich Krebs erzeugen.

P201: Vor Gebrauch besondere Anweisungen einholen.

P302+P352: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.

Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P308+P313: BEI Exposition oder falls betroffen: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.

Natronlauge (konz.)

H290: Kann gegenüber Metallen korrosiv sein.

H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden

P234: Nur in Originalverpackung aufbewahren.

P260: Staub nicht einatmen.

P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder

duschen.

P304+P340+P310: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Calciumchlorid

H319: Verursacht schwere Augenreizung.

P264: Nach Gebrauch Haut gründlich waschen.

P280: Augenschutz/Gesichtsschutz tragen

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.

Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P337+P313: Bei anhaltender Augenreizung: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.

Ethanol

H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.

H319: Verursacht schwere Augenreizung.

P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P233: Behälter dicht verschlossen halten.

P240: Behälter und zu befüllende Anlage erden.

P241: Explosionsgeschützte elektrische/Lüftungs-/Beleuchtungs-/... Geräte verwenden.

P242: Funkenarmes Werkzeug verwenden.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.

Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Hexan

H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.

H304: Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein.

H315: Verursacht Hautreizungen.

H336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.

H361f: Kann vermutlich die Fruchtbarkeit beeinträchtigen.

H373: Kann die Organe (Nervensystem) schädigen bei längerer oder wiederholter Exposition.

H411: Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.

P202: Vor Gebrauch alle Sicherheitshinweise lesen und verstehen.

P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.

P301+P310: BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.

P331: KEIN Erbrechen herbeiführen.

Triphenylphosphinoxid

H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.

H412: Schädlich für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.

P264: Nach Gebrauch Haut gründlich waschen.

P270: Bei Gebrauch nicht essen, trinken oder rauchen.

P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.

P301+P312: BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P501: Inhalt/ Behälter einer anerkannten Abfallentsorgungsanlage zuführen.

Stilben

H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.

H319: Verursacht schwere Augenreizung.

H411: Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.

P264: Nach Gebrauch Haut gründlich waschen.

P270: Bei Gebrauch nicht essen, trinken oder rauchen.

P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.

P280: Augenschutz/Gesichtsschutz tragen

P301+P312: BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.

Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P14 – Knoevenagel

(a) Ausgewählte Schutzmaßnahmen

KOH und konz. HCl sind vor der Entsorgung zu verdünnen als Deaktivierungsmethode.

Achtung: Besondere Vorsicht gilt beim Handhaben von **Furfural** (Lebensgefahr bei Einatmen). Bei Erhitzen den Abzug stets geschlossen halten. Piperidin ist giftig. Besondere Vorsicht beim Umgang mit **Diethylether** (extrem niedriger Siedepunkt und Flammpunkt (insbesondere bei Zündquellen im Abzug wie Heizplatten oder Steckdosen (Funken))).

(b) H+P/Risikoauflistung

Furfural:

H226 Flüssigkeit und Dampf entzündbar.

H301 Giftig bei Verschlucken.

H312 Gesundheitsschädlich bei Hautkontakt.

H315 Verursacht Hautreizungen.

H319 Verursacht schwere Augenreizung.

H330 Lebensgefahr bei Einatmen.

H335 Kann die Atemwege reizen.

H351 Kann vermutlich Krebs erzeugen.

H412 Schädlich für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.

P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellenarten fernhalten. Nicht rauchen.

P260 Nebel/Dampf/Aerosol nicht einatmen.

P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/

Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P302+P352 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser waschen.

P304+P340 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen.

P310 Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.

Malonsäure:

H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H318 Verursacht schwere Augenschäden.
P280 Schutzhandschuhe/Augenschutz tragen.
P301+P312 BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.
P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Pyridine:

H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H302+H312+H332 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken, Hautkontakt oder Einatmen.
H315 Verursacht Hautreizungen.
H319 Verursacht schwere Augenreizung.
P210 Von offener Flamme und heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen.
P233 Behälter dicht verschlossen halten.
P280 Schutzhandschuhe/Augenschutz tragen.
P302+P352 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser waschen.
P304+P340 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen.
P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Piperidine:

H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H311+H331 Giftig bei Hautkontakt oder Einatmen.
H314 Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
P210 Von Hitze, Funken, offener Flamme, heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen.
P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P301+P330+P331 BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen.
P303+P361+P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen [oder duschen].
P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
P311 GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.

Konz. HCl:

H290 Kann gegenüber Metallen korrosiv sein.
H314 Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
H335 Kann die Atemwege reizen.
P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P303+P361+P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen [oder duschen].
P304+P340 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen.
P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P310 Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.

Diethylether:

H224 Flüssigkeit und Dampf extrem entzündbar.
H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H336 Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.
P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellenarten fernhalten. Nicht rauchen.
P243 Maßnahmen gegen elektrostatische Entladungen treffen.
P261 Einatmen von Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol vermeiden.
P303+P361+P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen [oder duschen].
P304+P340 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen.
P312 Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.

Cyclohexan:

H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H304 Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein.
H315 Verursacht Hautreizungen.
H336 Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.
H410 Sehr giftig für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung.
P210 Von Hitze, Funken, offener Flamme, heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen.
P273 Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P301+P330+P331 BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen.
P302+P352 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen.
P403+P233 An einem gut belüfteten Ort aufbewahren. Behälter dicht verschlossen halten.

Toluol:

H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H304 Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein.
H315 Verursacht Hautreizungen. H336 Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.
H361d Kann vermutlich das Kind im Mutterleib schädigen.
H373 Kann die Organe schädigen (Zentralnervensystem) bei längerer oder wiederholter Exposition (bei Einatmen).
H412 Schädlich für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellenarten fernhalten. Nicht rauchen.
P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P302+P352 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen.
P308+P313 BEI Exposition oder falls betroffen: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.
P331 KEIN Erbrechen herbeiführen.



P15 – Darzens

(a) Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Natrium ist vor Entsorgung zu deaktivieren.

Achtung: Natriumbrände lassen sich mit Metallbrandpulver (Kochsalz), Kaliumchlorid, behelfsweise mit Sand löschen. Sand reagiert jedoch in gewissem Rahmen mit Na, was die Löschwirkung mindert. **Keinesfalls dürfen Wasser, Schaum, Löschpulver, Kohlenstoffdioxid** oder Halone verwendet werden. Diese Löschmittel reagieren mit Natrium zum Teil stark exotherm, was gegebenenfalls zu stärkeren Bränden und Explosionen führen kann.

Achtung: Diethylether kann explosive Peroxide bilden. Diethylether ist hochflüchtig und als Flüssigkeit oder Dampf extrem entzündlich. Aufgrund seiner Flüchtigkeit und extrem niedrigen Zündtemperatur (175°C, bereits einfach mit einem Heizrührer zu erreichen) gilt er als eine der gefährlichsten Brandgefahren im Labor.

(b) H- und P-Sätze

Benzaldehyd: Gefahr

H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.

H332: Gesundheitsschädlich bei Einatmen.

H315: Verursacht Hautreizungen.

H319: Verursacht schwere Augenreizung.

H335: Kann die Atemwege reizen.

H360D: Kann das Kind im Mutterleib schädigen.

H411: Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.

P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.

P301+P312: BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P302+P352: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen.

P304+P340+P312: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.

Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P308+P313: BEI Exposition oder falls betroffen: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.

Chloressigsäureethylester: Gefahr



H226 Flüssigkeit und Dampf entzündbar

H301+H311+H331 Giftig bei Verschlucken, Hautkontakt oder Einatmen

H318 Verursacht schwere Augenschäden

H400 Sehr giftig für Wasserorganismen

P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellenarten fernhalten. Nicht rauchen.

P260 Nebel/Dampf nicht einatmen

P273 Freisetzung in die Umwelt vermeiden

P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/

Augenschutz/Gesichtsschutz tragen

P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN:

Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.

Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen

P308+P313 BEI Exposition oder falls betroffen: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.

Natrium: Gefahr

H260 In Berührung mit Wasser entstehen entzündbare Gase, die sich spontan entzünden können.

H314 Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.

EUH014: Reagiert heftig mit Wasser.

P223 Keinen Kontakt mit Wasser zulassen

P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/

Augenschutz/Gesichtsschutz tragen

P301+P330+P331 BEI VERSCHLUCKEN: Mund

ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen

P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN:

Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.

Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P370+P378 Bei Brand: Metallbrandpulver zum Löschen verwenden - kein Wasser verwenden.

EUH014 Reagiert heftig mit Wasser.

Methanol: Gefahr

H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar

H301+H311+H331 Giftig bei Verschlucken, Hautkontakt oder Einatmen

H370 Kann vermutlich das Kind im Mutterleib schädigen

P210 Von Hitze, Funken, offener Flamme, heißen

Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen

P270 Bei Gebrauch nicht essen, trinken oder rauchen

P280 Schutzhandschuhe/Augenschutz tragen

P303+P361+P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen [oder duschen]

P304+P340 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen

P308+P311 BEI Exposition oder falls betroffen:

GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen

Magnesium: Gefahr

H228: Entzündbarer Feststoff.

H252: In großen Mengen selbsterhitzungsfähig; kann in Brand geraten.

H261: In Berührung mit Wasser entstehen entzündbare Gase.

P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellenarten fernhalten. Nicht rauchen.

P223: Keinen Kontakt mit Wasser zulassen.

P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/

Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P302+P335+P334: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT:

Lose Partikel von der Haut abbürsten. In kaltes Wasser tauchen oder nassen Verband anlegen.

P370+P378: Bei Brand: Zum Löschen Trockenlöschpulver verwenden.

P402+P404: An einem trockenen Ort aufbewahren. In einem geschlossenen Behälter aufbewahren.

Essigsäure: Gefahr


H226 Flüssigkeit und Dampf entzündbar
H314 Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden
P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellenarten fernhalten. Nicht rauchen
P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen
P301+P330+P331 BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen
P303+P361+P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen [oder duschen]
P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen
P310 Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen

Diethylether: Gefahr


H224 Kann vermutlich das Kind im Mutterleib schädigen.
H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H336 Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.
EUH019 Kann explosionsfähige Peroxide bilden.
EUH066 Wiederholter Kontakt kann zu spröder oder rissiger Haut führen.
P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellenarten fernhalten. Nicht rauchen.
P243 Maßnahmen gegen elektrostatische Entladungen treffen.
P261 Einatmen von Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol vermeiden.
P303+P361+P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen [oder duschen].
P304+P340 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen.
P312 Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.



P16 – Grignard

(a) Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Grignard-Reagenz: Brandgefahr (THF); heftige Reaktion mit Wasser (brennbares THF, reaktive RMgX-Spezies).

(b) H+P/Risikoauflistung

Calciumchlorid: Achtung

H319: Verursacht schwere Augenreizung.
P264: Nach Gebrauch Haut gründlich waschen.
P280: Augenschutz/Gesichtsschutz tragen
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P337+P313: Bei anhaltender Augenreizung: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.

Benzaldehyd: Achtung

H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H332: Gesundheitsschädlich bei Einatmen.
H315: Verursacht Hautreizungen.
H319: Verursacht schwere Augenreizung.
H335: Kann die Atemwege reizen.
H360D: Kann das Kind im Mutterleib schädigen.
H411: Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P301+P312: BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P302+P352: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen.
P304+P340+P312: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
P308+P313: BEI Exposition oder falls betroffen: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.

Magnesium: Gefahr

H260: In Berührung mit Wasser entstehen entzündbare Gase, die sich spontan entzünden können.
H250: Entzündet sich in Berührung mit Luft von selbst.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P222: Keinen Kontakt mit Luft zulassen.
P223: Keinen Kontakt mit Wasser zulassen.
P231+P232: Inhalt unter inertem Gas handhaben und aufbewahren. Vor Feuchtigkeit schützen.
P233: Behälter dicht verschlossen halten.
P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

Tetrahydrofuran: Gefahr

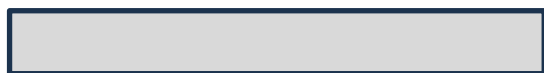
H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H319: Verursacht schwere Augenreizung.
H335: Kann die Atemwege reizen.
H336: Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.
H351: Kann vermutlich Krebs erzeugen.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P301+P312+P330: BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen. Mund ausspülen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
P370+P378: Bei Brand: Löschpulver oder Trockensand zum Löschen verwenden.
P403+P235: An einem gut belüfteten Ort aufbewahren. Kühl halten.

Bromethan: Gefahr

H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H302+H332: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken oder bei Einatmen.
H351: Kann vermutlich Krebs erzeugen.
H420: Schädigt die öffentliche Gesundheit und die Umwelt durch Ozonabbau in der äußeren Atmosphäre.
P202: Vor Gebrauch alle Sicherheitshinweise lesen und verstehen.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P301+P312: BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P304+P340+P312: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
P308+P313: BEI Exposition oder falls betroffen: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.
P502: Informationen zur Wiederverwendung oder Wiederverwertung beim Hersteller oder Lieferanten erfragen.

HCl: Gefahr

H290: Kann gegenüber Metallen korrosiv sein.
H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
H335: Kann die Atemwege reizen.
P234: Nur in Originalverpackung aufbewahren.
P261: Einatmen von Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol vermeiden.
P271: Nur im Freien oder in gut belüfteten Räumen verwenden.
P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.



P17 – Reduktion mit NaBH₄

(a) Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Natriumborhydrid ist vor der Entsorgung zu deaktivieren; aber in Berührung mit Wasser entstehen entzündbare Gase die sich spontan entzünden können → Kontakt mit Wasser auf jeden Fall vermeiden!

(b) H+P/Risikoauflistung

4-tert-Butylcyclohexanon

H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H412 Schädlich für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
P264 Nach Gebrauch Gebinde gründlich waschen.
P270 Bei Gebrauch nicht essen, trinken oder rauchen.

P273 Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P301 + P312 Bei Verschlucken: Bei Unwohlsein Giftinformationszentrum / Arzt anrufen.
P501 Inhalt / Behälter zuführen.

Natriumborhydrid

H260 In Berührung mit Wasser entstehen entzündbare Gase, die sich spontan entzünden können.
H301 Giftig bei Verschlucken.
H314 Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
H360FD Kann die Fruchtbarkeit beeinträchtigen. Kann das Kind im Mutterleib schädigen.
P231 + P232 Inhalt unter inertem Gas handhaben und aufbewahren. Vor Feuchtigkeit schützen.
P260 Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol nicht einatmen.
P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz/Gehörschutz tragen.
P303 + P361 + P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen.
P304 + P340 + P310 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.
P305 + P351 + P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser ausspülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter ausspülen.
EUH014 Reagiert heftig mit Wasser.

Methanol

H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H301 + H311 + H331 Giftig bei Verschlucken, Hautkontakt oder Einatmen.
H370 Schädigt die Organe (Augen, Zentralnervensystem).
P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen. P233 Behälter dicht verschlossen halten.
P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz/Gehörschutz tragen.
P301 + P310 BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.
P303 + P361 + P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen.
P304 + P340 + P311 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.

trans-4-(tert-Butyl)cyclohexanol

H315 Verursacht Hautreizungen.
H319 Verursacht schwere Augenreizung.
H335 Kann die Atemwege reizen. P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz tragen.
P302+P352 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser waschen.

cis-4-(tert-Butyl)cyclohexanol

H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
H315 Verursacht Hautreizungen.
H319 Verursacht schwere Augenreizung.
H335 Kann die Atemwege reizen.
P261 Einatmen von Staub / Rauch / Gas / Nebel / Dampf / Aerosol vermeiden.
P264 Nach Gebrauch ... gründlich waschen.
P270 Bei Gebrauch nicht essen, trinken oder rauchen.
P271 Nur im Freien oder in gut belüfteten Räumen verwenden.

P280 Schutzhandschuhe / Schutzkleidung / Augenschutz / Gesichtsschutz tragen.

P301+P312 Bei Verschlucken: Bei Unwohlsein Giftnformationszentrum / Arzt anrufen Mund ausspülen.
P302+P352 Bei Berührung mit der Haut: Mit viel Wasser waschen.

P305+P351+P338 Bei Kontakt mit den Augen: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P332+P313 Bei Hautreizung: Ärztlichen Rat einholen / ärztliche Hilfe hinzuziehen.

P337+P313 Bei anhaltender Augenreizung: Ärztlichen Rat einholen / ärztliche Hilfe hinzuziehen.

P362 Kontaminierte Kleidung ausziehen.

P403+P233 An einem gut belüfteten Ort aufbewahren.

Behälter dicht verschlossen halten.

P405 Unter Verschluss aufbewahren.

P501 Inhalt / Behälter zuführen.

t-BuOMe

H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.

P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellenarten fernhalten. Nicht rauchen.

P280 Schutzhandschuhe / Schutzkleidung / Augenschutz / Gesichtsschutz tragen.

P302+P352 Bei Berührung mit der Haut: Mit viel Wasser waschen.

Salzsäure 1M

H290 Kann gegenüber Metallen korrosiv sein.

P234 Nur in Originalverpackung aufbewahren.

P390 Verschüttete Mengen aufnehmen, um Materialschäden zu vermeiden.

Ethylacetat

H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.

H319 Verursacht schwere Augenreizung.

H336 Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.

P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P233 Behälter dicht verschlossen halten.

P240 Behälter und zu befüllende Anlage erden.

P241 Explosionsgeschützte elektrische/Lüftungs-/Beleuchtungsgeräte verwenden.

P242 Funkenarmes Werkzeug verwenden.

P305 + P351 + P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN:

Einige Minuten lang behutsam mit Wasser ausspülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter ausspülen.

EUH066 Wiederholter Kontakt kann zu spröder oder rissiger Haut führen.

Petrolether

H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.

H304 Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein.

H315 Verursacht Hautreizungen. H336 Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.

H361f Kann vermutlich die Fruchtbarkeit beeinträchtigen.

H373 Kann die Organe (Nervensystem) schädigen bei längerer oder wiederholter Exposition.

H411 Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.

P201 Vor Gebrauch besondere Anweisungen einholen.

P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P273 Freisetzung in die Umwelt vermeiden.

P301 + P310 BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.

P303 + P361 + P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen.

P331 KEIN Erbrechen herbeiführen.

P18 – Oxidation

(a) Ausgewählte Schutzmaßnahmen

4-Chlortoluol ist hautsensibilisierend Kat. 1; Kaliumpermanganat wirkt ätzend auf der Haut: Handschuhe konsequent tragen.

(b) H+P/Risikoauflistung

4-Chlortoluol: Achtung

(C_7H_7Cl ; $M = 126.59 \text{ g/mol}$; Sdp. 162°C)

H226: Flüssigkeit und Dampf entzündbar.

H317: Kann allergische Hautreaktionen verursachen.

H332: Gesundheitsschädlich bei Einatmen.

H411: Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.

P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P233: Behälter dicht verschlossen halten.

P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.

P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/

Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.

P304+P340+P312: BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

4-Chlorbenzoesäure: Achtung

($C_7H_5ClO_2$; $M = 156.57 \text{ g/mol}$; Schmp. $237\text{--}240^\circ\text{C}$)

H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.

P264: Nach Gebrauch Haut gründlich waschen.

P270: Bei Gebrauch nicht essen, trinken oder rauchen.

P301+P312: BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P501: Inhalt/ Behälter einer anerkannten

Abfallentsorgungsanlage zuführen.

Kaliumpermanganat: Gefahr



($KMnO_4$; $M = 158.03 \text{ g/mol}$):

H272: Kann Brand verstärken; Oxidationsmittel.

H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.

H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.

H361d: Kann vermutlich das Kind im Mutterleib schädigen.
H373: Kann die Organe schädigen bei längerer oder wiederholter Exposition.
H410: Sehr giftig für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P220: Von Kleidung und anderen brennbaren Materialien fernhalten.
P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.
P301+P330+P331: BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen.
P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
P310: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

Aliquat 336 (Methyltriocetylammmoniumchlorid):

Gefahr 

H301: Giftig bei Verschlucken.
H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
H360FD: Kann die Fruchtbarkeit beeinträchtigen. Kann das Kind im Mutterleib schädigen.
H373: Kann die Organe schädigen bei längerer oder wiederholter Exposition.
H410: Sehr giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.
P202: Vor Gebrauch alle Sicherheitshinweise lesen und verstehen.
P280: Schutzhandschuhe/ Schutzkleidung/ Augenschutz/Gesichtsschutz.
P303 + P361 + P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen.
P304 + P340 + P310 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM/ Arzt anrufen.
P305 + P351 + P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Natriumhydrogensulfit: Achtung

(NaHSO_3 ; $M = 104.06 \text{ g/mol}$):
H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.
EUH031: Entwickelt bei Berührung mit Säure giftige Gase.
P264: Nach Gebrauch Gesicht, Hände und exponierte Haut gründlich waschen.
P270: Bei Gebrauch nicht essen, trinken oder rauchen.
P301+P330+P331: BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen.
P312: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P501: Inhalt/ Behälter einer anerkannten Abfallentsorgungsanlage zuführen.

Ethanol: Gefahr 

($\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$; $M = 46.07 \text{ g/mol}$; Sdp. 78°C):
H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.
H319: Verursacht schwere Augenreizung.
P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.
P233: Behälter dicht verschlossen halten.
P240: Behälter und zu befüllende Anlage erden.
P241: Explosionsgeschützte elektrische/Lüftungs-/Beleuchtungs-/... Geräte verwenden.
P242: Funkenarmes Werkzeug verwenden.
P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P19 – Dimedon: Michael-Addition

(a) Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Natrium, sowie Kaliumhydroxid und konz. Salzsäure, sind vor der Entsorgung zu deaktivieren.

Achtung: Natrium reagiert stark mit Wasser und bildet entzündbare Gase (deutlich schwächere Reaktion mit Ethanol) - **siehe P15**.

(b) H+P/Risikoauflistung

Natrium:

H260 In Berührung mit Wasser entstehen entzündbare Gase, die sich spontan entzünden können.
H314 Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
P223 Keinen Kontakt mit Wasser zulassen. P280 Schutzhandschuhe/ Schutzkleidung/Augenschutz/ Gesichtsschutz tragen.
P301+P330+P331 BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen.
P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
P370+P378 Bei Brand: Metallbrandpulver zum Löschen verwenden - kein Wasser verwenden.
EUH014 Reagiert heftig mit Wasser.

Diethylmalonat:

H319 Verursacht schwere Augenreizung. P280 Schutzhandschuhe/ Augenschutz tragen.
P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
P337+P313 Bei anhaltender Augenreizung: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.

4-Methyl-3-penten-2-on:

H226-Flüssigkeit und Dampf entzündbar.
H331-Giftig bei Einatmen.

H302+H312-Gesundheitsschädlich bei Verschlucken oder Hautkontakt.

H315-Verursacht Hautreizungen. H319-Verursacht schwere Augenreizung.

H361fd-Kann vermutlich die Fruchtbarkeit beeinträchtigen. Kann vermutlich das Kind im Mutterleib schädigen. H372-Schädigt die Organe bei längerer oder wiederholter Exposition.

H335-Kann die Atemwege reizen.

H336-Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.

P260-Nebel/Dampf/Aerosol nicht einatmen.

P280-Schutzhandschuhe, Schutzkleidung, Gesichtsschutz tragen.

P302+P352+P312+P362+P364-BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT: Mit viel Wasser und Seife waschen. Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen. Kontaminierte Kleidung ausziehen und vor erneutem Tragen waschen. Und vor erneutem Tragen waschen.

P304+P340+P311-BEI EINATMEN: Die betroffene Person an die frische Luft bringen und in einer Position ruhigstellen, die das Atmen erleichtert.

GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P305+P351+P338+P337+P313-BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser ausspülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter ausspülen. Bei anhaltender Augenreizung: Ärztlichen Rat einholen/ärztliche Hilfe hinzuziehen.

Kaliumhydroxid:

H290 Kann gegenüber Metallen korrosiv sein.

H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.

H314 Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.

P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/ Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P303+P361+P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen [oder duschen].

P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.

Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P310 Sofort Arzt anrufen.

Konz. HCl:

H290 Kann gegenüber Metallen korrosiv sein.

H314 Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.

H335 Kann die Atemwege reizen.

P280 Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/ Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P303+P361+P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen [oder duschen].

P304+P340 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen.

P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.

Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P310 Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.

Ethanol:

H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.

H319 Verursacht schwere Augenreizung.

P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellenarten fernhalten. Nicht rauchen.

P233 Behälter dicht verschlossen halten.

P305+P351+P338 BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN:

Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.

Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Diethylether:

H224 Flüssigkeit und Dampf extrem entzündbar.

H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.

H336 Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen.

P210 Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellenarten fernhalten.

Nicht rauchen.

P243 Maßnahmen gegen elektrostatische Entladungen treffen.

P261 Einatmen von Staub/Rauch/Gas/Nebel/ Dampf/Aerosol vermeiden.

P303+P361+P353 BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen [oder duschen].

P304+P340 BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen.

P312 Bei Unwohlsein

GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen.

P20 – Umsetzung von Enolen

(a) Ausgewählte Schutzmaßnahmen

Bei der Zersetzung von Natriumnitrit können nitrose Gase entstehen; diese nicht einatmen (reizend).

(b) H+P/Risikoauflistung

Malonsäurediethylester

H319: Verursacht schwere Augenreizung.

P264 Nach Gebrauch kontaminierte Oberflächen gründlich waschen.

P280 Schutzhandschuhe / Schutzkleidung / Augenschutz / Gesichtsschutz tragen.

P305+P351+P338 Bei Kontakt mit den Augen: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen.

Weiter spülen.

P337+P313 Bei anhaltender Augenreizung: Ärztlichen Rat einholen / ärztliche Hilfe hinzuziehen.

Essigsäure

H226: Flüssigkeit und Dampf entzündbar.

H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.

P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/ Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P301+P330+P331: BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen.

P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke

sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.

Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P310: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

Natriumnitrit

H272: Kann Brand verstärken; Oxidationsmittel.

H301: Giftig bei Verschlucken.

H319: Verursacht schwere Augenreizung.

H400: Sehr giftig für Wasserorganismen.

P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P220: Von Kleidung und anderen brennbaren Materialien fernhalten.

P264: Nach Gebrauch Haut gründlich waschen.

P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.

P301+P310: BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.

Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Methyl-tert-butylether

H225: Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar.

H315: Verursacht Hautreizungen.

P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P233: Behälter dicht verschlossen halten.

P240: Behälter und zu befüllende Anlage erden.

P241: Explosionsgeschützte elektrische/Lüftungs-/Beleuchtungs-/... Geräte verwenden.

P242: Funkenarmes Werkzeug verwenden.

P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.

Essigsäureanhydrid

H226: Flüssigkeit und Dampf entzündbar.

H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.

H331: Giftig bei Einatmen.

H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.

H335: Kann die Atemwege reizen.

P210: Von Hitze, heißen Oberflächen, Funken, offenen Flammen sowie anderen Zündquellen fernhalten. Nicht rauchen.

P260: Dampf/Aerosol/Nebel nicht einatmen.

P280: Schutzhandschuhe/Augenschutz tragen.

P303+P361+P353: BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen oder duschen.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.

Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P312: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

Zinkstaub stabilisiert

(Anders wenn nicht stabilisiert!)

H410: Sehr giftig für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung.

P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.

P391: Verschüttete Mengen aufnehmen.

P501: Inhalt/ Behälter einer anerkannten Abfallentsorgungsanlage zuführen.

Phosphorpentoxid

H314: Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.

P260: Staub nicht einatmen.

P280: Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/

Augenschutz/Gesichtsschutz tragen.

P301+P330+P331: BEI VERSCHLUCKEN: Mund ausspülen. KEIN Erbrechen herbeiführen.

P305+P351+P338: BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen.

Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

P308+P310: BEI Exposition oder falls betroffen: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.

Diethylacetamidomalonat

H319: Verursacht schwere Augenreizung.

H315 Verursacht Hautreizungen.

H335 Kann die Atemwege reizen.

P280 Schutzhandschuhe / Schutzkleidung / Augenschutz / Gesichtsschutz tragen.

P305+P351+P338 Bei Kontakt mit den Augen: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

Mitwirkende

O. Thorn-Seshold, I. Bauer, P. Holling, P. Mauker, M. Müller, J.-P. Prohaska, M. Reynders, C. Schmitt, A. J. Wiegand, L. Zeisel

Hauptquellen

Einige Versuche und Methodenbeschreibungen wurden aus den folgenden Referenzwerken inspiriert und adaptiert:

- *Autorenkollektiv* [H. Becker, K. Schwetlick, *et al.*] - **Organikum** ([Wiley](#), 24. Auflage, 2015)
- *Autorenkollektiv* [B. Kempf, *et al.*] - Skript zur **Organisch-Chemischen Grundpraktikum I (Gattermannpraktikum)** ([LMU München](#), 2024)
- R. Brückner *et al.* - **Praktikum Preparative Organische Chemie** ([Spektrum](#), 1. Auflage, 2009)
- T. Eicher und L. F. Tietze - **Organisch-chemisches Grundpraktikum** (Georg Thieme Verlag Stuttgart, 1. Auflage, 1993) - nicht mehr erhältlich; jetzt durch **Reactions and Syntheses in the Organic Chemistry Laboratory** ([Wiley](#), 2. Auflage, 2015) ersetzt
- J. W. Zubrick - **The Organic Chem Lab Survival Manual** ([Wiley](#), 11. Auflage, 2011; frühere Versionen anscheinend [frei zugänglich](#))

Die übrigen Versuche und Methoden wurden aus eigener Erfahrung heraus geschrieben.

Zweck

Dieses Skript ist ein Leitfaden für die praktische Chemie, erhebt aber keinen Anspruch auf Vollständigkeit. Es muss mit angemessenen Sicherheitsanweisungen und unter angemessener Aufsicht verwendet werden; wir übernehmen keine Verantwortung für Unfälle oder Schäden, die aus der Verwendung außerhalb der kontrollierten Umgebungen entstehen, für die es bestimmt ist (TU Dresden OC Grundpraktikum). Von diesem Skript wird auch auf zahlreiche Ressourcen anderer Anbieter verwiesen, für die wir nicht verantwortlich sind und nicht haften.

Diese Heft soll nach die Bedingungen für [Lizenz BY-NC-SA 4.0](#) behandelt werden, d.h. sie dürfen **Teilen** (das Material in jedwedem Format oder Medium vervielfältigen und weiterverbreiten) und **Bearbeiten** (das Material remixen, verändern und darauf aufbauen) solange Sie sich an die Lizenzbedingungen halten, u.a. **(1) Namensnennung** — Sie müssen [angemessene Urheber- und Rechteangaben machen](#), einen Link zur Lizenz beifügen und angeben, ob [Änderungen vorgenommen](#) wurden. Diese Angaben dürfen in jeder angemessenen Art und Weise gemacht werden, allerdings nicht so, dass der Eindruck entsteht, der Lizenzgeber unterstütze gerade Sie oder Ihre Nutzung besonders; und **(2) Nicht kommerziell** — Sie dürfen das Material nicht für [kommerzielle Zwecke](#) nutzen.

Schlusswort OC GP

Viel Spaß beim Grundpraktikum OC!

Am Ende des Semesters sollten Sie das Gefühl bekommen, dass Sie sicher und kompetent mit theoretischen Problemstellungen und praktischen Experimenten in der Organischen Chemie umgehen können. Wir freuen uns auch über Ihr Feedback:

Was hat gut funktioniert (oder auch nicht)?

Was war hilfreich und interessant (oder nicht)?

Was hätten ihr gerne anders - oder, mit welchen Synthese- und Analysemethoden fühlt ihr euch schon lange, oder erst jetzt, oder noch nicht sicher?

Vor allem hoffen wir dass die organische Experimentalchemie euch sehr gut gefällt, und dass wir euch jetzt sagen dürfen:

auf Wiedersehen im OC-Forschungslabor!

Forschungsgruppe Thorn-Seshold, TU Dresden