

# Inhaltsverzeichnis

|            |                                                                                |           |
|------------|--------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>1</b>   | <b>Sicherheit im Labor – Allgemeine Hinweise zum chemischen Arbeiten</b>       | <b>1</b>  |
| <b>1.1</b> | <b>Gesetzliche Grundlagen</b>                                                  | <b>2</b>  |
| 1.1.1      | Regelwerk (Gesetze, Verordnungen und Vorschriften)                             | 2         |
| 1.1.2      | Arbeitsplatzgrenzwert (AGW)                                                    | 5         |
| 1.1.3      | Biologischer Grenzwert (BGW)                                                   | 6         |
| 1.1.4      | Wassergefährdungsklassen (WGK)                                                 | 7         |
| <b>1.2</b> | <b>Allgemeine Regeln für das Arbeiten im Labor</b>                             | <b>7</b>  |
| 1.2.1      | Zugang zu den einschlägigen Informationen                                      | 7         |
| 1.2.2      | Allgemeine Sicherheitseinrichtungen                                            | 8         |
| 1.2.3      | Persönliche Schutzausrüstung und Hygiene                                       | 8         |
| 1.2.4      | Weitere allgemeine Vorsichtsmaßnahmen im Labor                                 | 10        |
| 1.2.5      | Entsorgung von Chemikalien                                                     | 12        |
| <b>1.3</b> | <b>Gefahren durch reaktive Chemikalien</b>                                     | <b>12</b> |
| 1.3.1      | Kenndaten                                                                      | 12        |
| 1.3.2      | Extrem entzündliche, leichtentzündliche und entzündliche Substanzen            | 14        |
| 1.3.3      | Explosionsgefährliche Substanzen                                               | 15        |
| 1.3.4      | Brandfördernde Substanzen                                                      | 16        |
| 1.3.5      | Weitere Gefahren durch die Reaktivität von Chemikalien ohne eigene Piktogramme | 16        |
| <b>1.4</b> | <b>Gefahren durch giftige (toxische) Chemikalien</b>                           | <b>17</b> |
| 1.4.1      | Akut toxische Substanzen                                                       | 18        |
| 1.4.2      | Ätzende und reizende Substanzen                                                | 20        |
| 1.4.3      | Krebserzeugende, erbgutverändernde und reproduktionstoxische Stoffe            | 21        |
| 1.4.4      | Sensibilisierende Stoffe                                                       | 22        |
| 1.4.5      | Weitere toxische Eigenschaften                                                 |           |
| <b>1.5</b> | <b>Gefahren für die Umwelt</b>                                                 | <b>24</b> |
| <b>1.6</b> | <b>Weitere typische Gefahren im Labor</b>                                      | <b>25</b> |
| 1.6.1      | Schnittverletzungen                                                            | 25        |
| 1.6.2      | Verbrennungen und Verbrühungen                                                 | 25        |
| <b>1.7</b> | <b>Verhalten bei Laborunfällen</b>                                             | <b>26</b> |
| 1.7.1      | Laborbrände                                                                    | 26        |
| 1.7.2      | Erste Hilfe bei Verletzungen                                                   | 27        |
| 1.7.3      | Verschüttete Chemikalien                                                       | 30        |
| <b>1.8</b> | <b>Entsorgung von Chemikalien – Recycling</b>                                  | <b>31</b> |
|            | <b>Literaturverzeichnis</b>                                                    | <b>34</b> |

|            |                                                                                                              |           |
|------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>2</b>   | <b>Glasgeräte und Reaktionsapparaturen .....</b>                                                             | <b>35</b> |
| <b>2.1</b> | <b>Schliff- und Schraubverbindungen .....</b>                                                                | <b>36</b> |
| 2.1.1      | Kegelschliffe (Normschliff) .....                                                                            | 36        |
| 2.1.2      | Kugelschliffe .....                                                                                          | 37        |
| 2.1.3      | Planschliffverbindungen (Flanschverbindungen).....                                                           | 37        |
| 2.1.4      | Behandlung von Schliffverbindungen .....                                                                     | 37        |
| 2.1.5      | Spezielle Schliffe .....                                                                                     | 40        |
| 2.1.6      | Rohr- und Schlauchverbindungen .....                                                                         | 40        |
| 2.1.7      | Hähne.....                                                                                                   | 41        |
| <b>2.2</b> | <b>Bauteile für Schliffapparaturen .....</b>                                                                 | <b>42</b> |
| 2.2.1      | Reaktionsgefäße.....                                                                                         | 42        |
| 2.2.2      | Kühler .....                                                                                                 | 43        |
| 2.2.3      | Tropftrichter.....                                                                                           | 45        |
| 2.2.4      | Aufsätze und Übergangsstücke .....                                                                           | 45        |
| 2.2.5      | Trockenrohre und Blasenähler.....                                                                            | 46        |
| 2.2.6      | Rühren .....                                                                                                 | 47        |
| 2.2.7      | Heizen und Kühlen .....                                                                                      | 49        |
| 2.2.8      | Temperaturmessung.....                                                                                       | 51        |
| <b>2.3</b> | <b>Standard-Reaktionsapparaturen .....</b>                                                                   | <b>53</b> |
| 2.3.1      | Erhitzen unter Rückfluss .....                                                                               | 53        |
| 2.3.2      | Varianten der einfachen Standard-Reaktionsapparatur .....                                                    | 54        |
| 2.3.3      | Mehralskolben-Apparaturen .....                                                                              | 55        |
| 2.3.4      | Varianten der Dreihalskolben-Apparatur – portionsweise Zugabe eines<br>Feststoffs während der Reaktion ..... | 56        |
| <b>2.4</b> | <b>Standard-Destillationsapparaturen .....</b>                                                               | <b>58</b> |
| <b>3</b>   | <b>Klassische Methoden zur Charakterisierung organischer<br/>Verbindungen .....</b>                          | <b>63</b> |
| <b>3.1</b> | <b>Der Schmelzpunkt .....</b>                                                                                | <b>64</b> |
| 3.1.1      | Physikalische Grundlagen .....                                                                               | 64        |
| 3.1.2      | Eutektische Gemische.....                                                                                    | 65        |
| 3.1.3      | Bestimmung des Schmelzpunkts .....                                                                           | 67        |
| 3.1.4      | Bestimmungen von Mischschmelzpunkten .....                                                                   | 71        |
| <b>3.2</b> | <b>Der Siedepunkt .....</b>                                                                                  | <b>72</b> |
| 3.2.1      | Bestimmung des Siedepunkts.....                                                                              | 72        |
| <b>3.3</b> | <b>Der Brechungsindex, Refraktometrie.....</b>                                                               | <b>74</b> |
| 3.3.1      | Physikalische Grundlagen .....                                                                               | 74        |
| 3.3.2      | Prinzip des <i>Abbé</i> -Refraktometers .....                                                                | 75        |
| <b>3.4</b> | <b>Der spezifische Drehwert [<math>\alpha</math>], Polarimetrie .....</b>                                    | <b>77</b> |
| 3.4.1      | Physikalische Grundlagen .....                                                                               | 77        |
| 3.4.2      | Messprinzip .....                                                                                            | 78        |

|             |                                                                                                                                            |            |
|-------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| <b>4</b>    | <b>Trennung, Reinigung und chemische Analytik organischer Verbindungen</b>                                                                 | <b>79</b>  |
| <b>4.1</b>  | <b>Trenn- und Reinigungsmethoden – ein Überblick</b>                                                                                       | <b>80</b>  |
| <b>4.2</b>  | <b>Nachweis von Heteroelementen</b>                                                                                                        | <b>81</b>  |
| <b>4.3.</b> | <b>Chemischer Nachweis funktioneller Gruppen</b>                                                                                           | <b>83</b>  |
|             | <b>Literaturverzeichnis</b>                                                                                                                | <b>87</b>  |
| <b>5</b>    | <b>Destillation</b>                                                                                                                        | <b>89</b>  |
| <b>5.1</b>  | <b>Physikalische Grundlagen</b>                                                                                                            | <b>90</b>  |
| 5.1.1       | Druckabhängigkeit des Siedepunkts                                                                                                          | 90         |
| 5.1.2       | Ideale Mischungen                                                                                                                          | 93         |
| 5.1.3       | Nicht ideale Mischungen                                                                                                                    | 95         |
| <b>5.2</b>  | <b>Einstufendestillation</b>                                                                                                               | <b>96</b>  |
| 5.2.1       | Aufbau und Inbetriebnahme einer einfachen Destillationsapparatur                                                                           | 97         |
| 5.2.2       | Fraktionierende Einstufendestillation                                                                                                      | 100        |
| 5.2.3       | Anwendungsbereiche der Einstufendestillation                                                                                               | 102        |
| 5.2.4       | Einstufendestillation bei vermindertem Druck                                                                                               | 103        |
| 5.2.5       | Anwendungsbereiche der Einstufendestillation bei vermindertem Druck                                                                        | 106        |
| 5.2.6       | Destillation unbekannter Produktgemische                                                                                                   | 106        |
| 5.2.7       | Spezielle Apparaturen zu Einstufendestillation                                                                                             | 106        |
| 5.2.8       | Destillation von Festsubstanzen                                                                                                            | 108        |
| <b>5.3</b>  | <b>Mehrstufendestillation (Rektifikation)</b>                                                                                              | <b>110</b> |
| 5.3.1       | Apparaturen für Mehrstufendestillationen                                                                                                   | 111        |
| 5.3.2       | Destillations-Kolonnenkopf                                                                                                                 | 112        |
| 5.3.3       | Destillationskolonnen – physikalische und theoretische Grundlagen –<br>theoretische Bödenzahl – theoretische Trennstufen – Trennstufenhöhe | 114        |
| <b>5.4</b>  | <b>Destillation azeotroper Mischungen</b>                                                                                                  | <b>118</b> |
| 5.4.1       | Siedeverhalten mischbarer Flüssigkeiten mit Azeotrop                                                                                       | 118        |
| 5.4.2       | Siedeverhalten nicht mischbarer Flüssigkeiten mit Azeotrop                                                                                 | 119        |
| 5.4.2.1     | Kontinuierliche Entfernung von Reaktionswasser aus einem<br>Reaktionsgemisch durch azeotrope Destillation                                  | 120        |
| 5.4.2.2     | Wasserdampfdestillation                                                                                                                    | 122        |
| <b>5.5</b>  | <b>Halbmikro- und Mikrodestillationsapparaturen</b>                                                                                        | <b>124</b> |
| 5.5.1       | Variable Halbmikrodestillationsapparatur (5–80 ml)                                                                                         | 124        |
| 5.5.2       | Kugelrohrdestillation (0.5–10 ml)                                                                                                          | 125        |
| 5.5.3       | Kurzwegdestillation und Mikrodestillation über einen Bogen (Krümmer)                                                                       | 126        |
| 5.5.4       | Mikrodestillation in Glasrohren                                                                                                            | 127        |
| 5.5.5       | Destillationsaufsatz zur Destillation großer Flüssigkeitsmengen                                                                            | 127        |
| 5.5.6       | Ringspaltkolonnen                                                                                                                          | 128        |

|            |                                                 |            |
|------------|-------------------------------------------------|------------|
| <b>5.6</b> | <b>Vakuumpumpen – Vakuummessgeräte .....</b>    | <b>129</b> |
| 5.6.1      | Druck – Definition und Einheiten .....          | 129        |
| 5.6.2      | Wasserstrahlpumpen.....                         | 131        |
| 5.6.3      | Membranpumpen.....                              | 132        |
| 5.6.4      | Drehschieberpumpen (Ölpumpen) .....             | 133        |
| 5.6.5      | Vakuumpumpen für das Hochvakuum.....            | 135        |
| 5.6.6      | Druckmessung .....                              | 136        |
|            | <b>Literaturverzeichnis .....</b>               | <b>140</b> |
| <br>       |                                                 |            |
| <b>6</b>   | <b>Filtration .....</b>                         | <b>141</b> |
| <br>       |                                                 |            |
| 6.1        | Einfache Filtration.....                        | 143        |
| 6.2        | Filtration unter vermindertem Druck .....       | 144        |
| 6.3        | Filtration mit Überdruck .....                  | 147        |
| 6.4        | Filtrierhilfsmittel .....                       | 148        |
| 6.5        | Filtration durch Zentrifugieren .....           | 149        |
| <br>       |                                                 |            |
| <b>7</b>   | <b>Umkristallisation .....</b>                  | <b>151</b> |
| <br>       |                                                 |            |
| 7.1        | Allgemeines Prinzip der Umkristallisation ..... | 152        |
| 7.2        | Umkristallisation im Makromaßstab .....         | 153        |
| 7.3        | Umkristallisation im Halbmikromaßstab .....     | 159        |
| 7.4        | Umkristallisation im Mikromaßstab .....         | 160        |
| 7.5        | Umkristallisation unbekannter Verbindungen..... | 162        |
| <br>       |                                                 |            |
| <b>8</b>   | <b>Sublimation.....</b>                         | <b>169</b> |
| <br>       |                                                 |            |
| 8.1        | Physikalische Grundlagen .....                  | 170        |
| 8.2        | Sublimation als Reinigungsmethode.....          | 172        |
| 8.3        | Apparaturen zur Sublimation .....               | 173        |
| 8.4        | Gefriertrocknung.....                           | 176        |

|             |                                                                       |     |
|-------------|-----------------------------------------------------------------------|-----|
| <b>9</b>    | <b>Extraktion</b> .....                                               | 179 |
| <b>9.1</b>  | <b>Physikalische Grundlagen</b> .....                                 | 180 |
| <b>9.2</b>  | <b>Flüssig/flüssig-Extraktion</b> .....                               | 182 |
| <b>9.3</b>  | <b>Fest/flüssig-Extraktion</b> .....                                  | 187 |
| <br>        |                                                                       |     |
| <b>10</b>   | <b>Chromatographie</b> .....                                          | 189 |
| <b>10.1</b> | <b>Physikalische Grundlagen der Flüssigkeitschromatographie</b> ..... | 191 |
| <b>10.2</b> | <b>Dünnschichtchromatographie (DC)</b> .....                          | 195 |
|             | 10.2.1 Durchführung der Dünnschichtchromatographie.....               | 195 |
|             | 10.2.2 Identifizierung der Substanzflecken.....                       | 197 |
|             | 10.2.3 Auswertung und Dokumentation.....                              | 199 |
|             | 10.2.4 Kontrolle von Reaktionsabläufen.....                           | 202 |
| <b>10.3</b> | <b>Säulenchromatographie (SC, HPLC)</b> .....                         | 203 |
|             | 10.3.1 Grundlagen der Säulenchromatographie.....                      | 203 |
|             | 10.3.2 Ermittlung der Trennbedingungen mit Hilfe der DC.....          | 210 |
|             | 10.3.3 Praxis der Säulenchromatographie.....                          | 210 |
|             | 10.3.4 Rückgewinnung des Laufmittels.....                             | 215 |
|             | 10.3.5 Störungen und Fehler.....                                      | 216 |
|             | 10.3.6 Flash-Chromatographie (Blitz-Chromatographie).....             | 217 |
|             | 10.3.7 Hochdruckflüssigkeitschromatographie (HPLC).....               | 218 |
|             | 10.3.8 Ionenaustauschchromatographie.....                             | 220 |
| <b>10.4</b> | <b>Gaschromatographie (GC)</b> .....                                  | 222 |
|             | 10.4.1 Einführung.....                                                | 222 |
|             | 10.4.2 Die Trennsäulen.....                                           | 223 |
|             | 10.4.3 Physikalische Aspekte der Liquid Gas Chromatography (LGC)..... | 224 |
|             | 10.4.4 Aufbau eines Gaschromatographen.....                           | 224 |
|             | 10.4.5 Arbeitsweise des Gaschromatographen.....                       | 226 |
|             | <b>Literaturverzeichnis</b> .....                                     | 229 |
| <br>        |                                                                       |     |
| <b>11</b>   | <b>Spezielle Methoden</b> .....                                       | 231 |
| <b>11.1</b> | <b>Arbeiten mit Gasen</b> .....                                       |     |
|             | 10.1.1 Allgemeines zum Arbeiten mit Gasen.....                        | 232 |
|             | 10.1.2 Arbeiten unter Schutzgas.....                                  | 241 |
|             | 10.1.3 Arbeiten mit verflüssigten Gasen.....                          | 252 |
| <b>11.2</b> | <b>Mikrowellenunterstützte Synthese</b> .....                         | 256 |
| <b>11.3</b> | <b>Continuous Flow</b> .....                                          | 262 |
|             | <b>Literaturverzeichnis</b> .....                                     | 268 |

|             |                                                                          |     |
|-------------|--------------------------------------------------------------------------|-----|
| <b>12</b>   | <b>Trocknen von Feststoffen, Lösungen und Lösungsmitteln</b>             | 269 |
| <b>12.1</b> | <b>Trockenmittel</b>                                                     | 270 |
| <b>12.2</b> | <b>Trocknen von Feststoffen</b>                                          | 275 |
| <b>12.3</b> | <b>Trocknen von Lösungen</b>                                             | 276 |
| <b>12.4</b> | <b>Reinigung und Trocknen von Lösungsmitteln</b>                         | 277 |
| 12.4.1      | Trocknen mit Aluminiumoxid                                               | 278 |
| 12.4.2      | Trocknen mit Molekularsieben                                             | 279 |
| 12.4.3      | Trocknen mit Alkalimetallen und Metallhydriden                           | 280 |
| <b>12.5</b> | <b>Spezielle Reinigung und Trocknung häufig verwendeter Solventien</b>   | 282 |
| 12.5.1      | Kohlenwasserstoffe                                                       | 283 |
| 12.5.2      | Chlorierte Kohlenwasserstoffe                                            | 288 |
| 12.5.3      | Ether                                                                    | 290 |
| 12.5.4      | Ester                                                                    | 295 |
| 12.5.5      | Aprotische, dipolare Lösungsmittel                                       | 296 |
| 12.5.6      | Amine                                                                    | 299 |
| 12.5.7      | Alkohole                                                                 | 302 |
| 12.5.8      | Carbonsäuren und Derivate                                                | 305 |
|             | <b>Literaturverzeichnis</b>                                              | 307 |
| <br>        |                                                                          |     |
| <b>13</b>   | <b>Molekülspektroskopie</b>                                              | 309 |
| <b>13.1</b> | <b>Physikalische Grundlagen</b>                                          | 310 |
| <b>13.2</b> | <b>UV/Vis/NIR-Spektroskopie</b>                                          | 312 |
| 13.2.1      | Auswahlregeln                                                            | 313 |
| 13.2.2      | Energieniveauschema                                                      | 313 |
| 13.2.3      | Inkrementssysteme                                                        | 315 |
| 13.2.4      | Aromatische Systeme                                                      | 317 |
| 13.2.5      | Aufnahme von UV/VIS-Spektren – Lösungsmittel für die<br>UV-Spektroskopie | 318 |
| <b>13.3</b> | <b>Infrarotspektroskopie (IR-Spektroskopie)</b>                          | 320 |
| 13.3.1      | Physikalische Grundlagen                                                 | 320 |
| 13.3.2      | Aufnahme von IR-Spektren                                                 | 322 |
| 13.3.3      | Probenbereitung                                                          | 324 |
| 13.3.4      | Interpretation von IR-Spektren                                           | 329 |

|                   |                                                                                                                         |                |
|-------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| <b>13.4</b>       | <b>NMR-Spektroskopie .....</b>                                                                                          | <b>334</b>     |
| 13.4.1            | Physikalische Grundlagen.....                                                                                           | 334            |
| 13.4.2            | Die chemische Verschiebung.....                                                                                         | 337            |
| 13.4.3            | Intensität der Signale.....                                                                                             | 338            |
| 13.4.4            | <sup>1</sup> H-NMR-Spektroskopie.....                                                                                   | 339            |
| 13.4.5            | <sup>13</sup> C-NMR-Spektroskopie.....                                                                                  | 343            |
| 13.4.6            | Inkrementssysteme zur Abschätzung chemischer Verschiebungen<br>in <sup>1</sup> H- und <sup>13</sup> C-NMR-Spektren..... | 345            |
| <b>13.5</b>       | <b>Massenspektrometrie.....</b>                                                                                         | <b>347</b>     |
| 13.5.1            | Bildung von Molekülionen in der Gasphase.....                                                                           | 349            |
| 13.5.2            | Massentrennung .....                                                                                                    | 350            |
| 13.5.3            | Massenspektrometrie von hochmolekularen Verbindungen<br>und Verbindungen mit zahlreichen funktionellen Gruppen.....     | 352            |
| 13.5.4            | Elektronenstoß-induzierte Bruchstückbildung – Fragmentierungen .....                                                    | 352            |
| <b>13.6</b>       | <b>Angabe spektroskopischer Daten .....</b>                                                                             | <b>356</b>     |
| <b>13.7</b>       | <b>Spektrendatenbanken und Simulation von Spektren.....</b>                                                             | <b>360</b>     |
|                   | Literaturverzeichnis.....                                                                                               | 362            |
| <br><b>14</b>     | <br><b>Dokumentation – Literatur – Literaturrecherche .....</b>                                                         | <br><b>363</b> |
| <b>14.1</b>       | <b>Dokumentation .....</b>                                                                                              | <b>364</b>     |
| <b>14.2</b>       | <b>Chemische Fachliteratur .....</b>                                                                                    | <b>366</b>     |
| 14.2.1            | Primärliteratur .....                                                                                                   | 366            |
| 14.2.2            | Sekundärliteratur .....                                                                                                 | 369            |
| <b>14.3</b>       | <b>Literaturrecherche mit elektronischen Medien .....</b>                                                               | <b>372</b>     |
| <b>14.4</b>       | <b>Informationsquellen im Internet .....</b>                                                                            | <b>375</b>     |
| <br><b>Anhang</b> | <br><b>.....</b>                                                                                                        | <br><b>379</b> |
|                   | Liste der H-Sätze und P-Sätze .....                                                                                     | 380            |
|                   | Register .....                                                                                                          | 387            |