
Inhaltsverzeichnis

1.	Gerätekunde (Ü 1)	13
1.1.	Umgang mit der Waage	13
1.2.	Auf- und Abbau einer Apparatur	14
1.3.	Heizen	15
1.4.	Kühlen	16
1.5.	Rühren	17
1.6.	Trocknen	17
1.7.	Standardapparaturen	18
1.8.	Reinigung der Glasgeräte	20
1.9.	Weiterführende Literatur	21
2.	Gesundheits-, Arbeits- und Brandschutz (Ü 2)	22
2.1.	Gesundheits- und Arbeitsschutz	22
2.2.	Brandschutz	24
2.2.1.	Vorbeugende Maßnahmen	24
2.2.2.	Verhalten bei Bränden	24
2.2.3.	Erwärmung brennbarer Flüssigkeiten	25
2.3.	Gefährliche Chemikalien	25
2.3.1.	Alphabetische Übersicht	25
2.3.2.	Krebserzeugende Stoffe	30
2.4.	Literaturhinweise	31
3.	Allgemeine Arbeitsmethoden	32
3.1.	Destillation	32
3.1.1.	Einfache Destillation unter Normaldruck (Ü 3)	32
3.1.1.1.	Theoretische Grundlagen	32
3.1.1.2.	Arbeitstechnik	35
3.1.1.3.	Aufgaben	35
3.1.1.4.	Kontrollfragen	36
3.1.2.	Rektifikation unter Normaldruck (Ü 4)	36
3.1.2.1.	Theoretische Grundlagen	36
3.1.2.2.	Arbeitstechnik	39
3.1.2.3.	Aufgaben	40
3.1.2.4.	Kontrollfragen	41
3.1.3.	Vakuumdestillation (Ü 5)	41
3.1.3.1.	Theoretische Grundlagen	41
3.1.3.2.	Arbeitstechnik	43
3.1.3.3.	Aufgaben	44

3.1.3.4.	Kontrollfragen	45
3.1.4.	Rektifikation im Vakuum (Ü 6)	45
3.1.4.1.	Theoretische Grundlagen	45
3.1.4.2.	Arbeitstechnik	45
3.1.4.3.	Aufgaben	47
3.1.4.4.	Kontrollfragen	47
3.1.5.	Wasserdampfdestillation (Ü 7)	48
3.1.5.1.	Theoretische Grundlagen	48
3.1.5.2.	Arbeitstechnik	49
3.1.5.3.	Aufgaben	50
3.1.5.4.	Kontrollfragen	51
3.2.	Extraktion (Ü 8)	51
3.2.1.	Theoretische Grundlagen	51
3.2.2.	Arbeitstechnik	53
3.2.2.1.	Ausschütteln von Lösungen	53
3.2.2.2.	Extraktion von Feststoffen	54
3.2.3.	Aufgaben	54
3.2.3.1.	Extraktion von Coffein aus Teestaub	54
3.2.3.2.	Extraktion von Adipinsäure aus einer wäßrigen Lösung mit Butanol	55
3.2.3.3.	Bestimmung von Verteilungskoeffizienten von Iod zwischen Wasser und Tetra- chlorkohlenstoff	55
3.2.4.	Kontrollfragen	56
3.3.	Chromatographie (Ü 9)	56
3.3.1.	Theoretische Grundlagen	56
3.3.2.	Arbeitstechnik	58
3.3.2.1.	Papierchromatographie	58
3.3.2.2.	Dünnschichtchromatographie	59
3.3.2.3.	Säulenchromatographie	60
3.3.3.	Aufgaben	62
3.3.4.	Kontrollfragen	66
3.4.	Sublimation (Ü 10)	66
3.4.1.	Theoretische Grundlagen	66
3.4.2.	Arbeitstechnik	67
3.4.3.	Aufgaben	68
3.4.4.	Kontrollfragen	69
3.5.	Kristallisation (Ü 11)	69
3.5.1.	Theoretische Grundlagen	69
3.5.2.	Arbeitstechnik	72
3.5.2.1.	Auswahl des Lösungsmittels	72
3.5.2.2.	Durchführung der Umkristallisation	73
3.5.3.	Aufgaben	74
3.5.4.	Kontrollfragen	75
3.6.	Schmelztemperaturbestimmung (Ü 12)	76
3.6.1.	Theoretische Grundlagen	76
3.6.2.	Arbeitstechnik	78
3.6.2.1.	Schmelztemperatur	78
3.6.2.2.	Mischschmelztemperatur	81
3.6.3.	Aufgaben	82
3.6.4.	Kontrollfragen	83
3.7.	Bestimmung des Brechungsindex – Refraktometrie (Ü 13)	83
3.7.1.	Theoretische Grundlagen	83
3.7.2.	Arbeitstechnik	84
3.7.3.	Aufgaben	85
3.7.4.	Kontrollfragen	85
3.8.	Polarimetrie (Ü 14)	86

3.8.1.	Theoretische Grundlagen	86
3.8.2.	Arbeitstechnik	86
3.8.3.	Aufgaben	87
3.8.4.	Kontrollfragen	88
4.	Organische Synthese	89
4.1.	Radikalische Substitution an Alkanen	89
4.1.1.	Theoretische Grundlagen	89
4.1.2.	Arbeitsvorschriften Benzylbromid (Ü 15) 91 – 3-Brom-cyclohex-1-en (Ü 16) 92 – Synthese von Tetramethylbernsteinsäuredinitril und Bestimmung der Zersetzungsgeschwin- digkeit von 2,2'-Azo-diisobutyronitril (Ü 17) 93	
4.1.3.	Kontrollfragen	94
4.2.	Nukleophile Substitution am gesättigten Kohlenstoffatom	95
4.2.1.	Theoretische Grundlagen	95
4.2.2.	Arbeitsvorschriften Ethylbromid und Propylbromid (Ü 18) 96 – Ethyliodid (Ü 19) 97 – Hexyli- odid, Cyclohexyliodid (Ü 20) 97 – Nitrohexan und Salpetrigsäurehexylester (Ü 21) 98 – tert-Butylchlorid (Ü 22) 98 – Kinetik der Verseifung von tert- Butylchlorid (Kinetik einer S _N 1-Reaktion) (Ü 23) 99	
4.2.3.	Kontrollfragen	100
4.3.	Eliminierung	100
4.3.1.	Theoretische Grundlagen	100
4.3.2.	Arbeitsvorschriften Cyclohexen (Ü 24) 102 – Cyclohexa-1,3-dien (Ü 25) 102	
4.3.3.	Kontrollfragen	103
4.4.	Elektrophile Addition an Alkene	103
4.4.1.	Theoretische Grundlagen	103
4.4.2.	Arbeitsvorschriften 1,2-Dibrom-ethan (Ü 26) 105 – 1,2,3-Tribrom-propan (Ü 27) 106 – trans-1,2- Dibrom-cyclohexan (Ü 28) 106 – 1,2-Dibrom-1-phenyl-ethan (Ü 29) 107 – meso- Dibrombernsteinsäure (Ü 30) 108 – Diels-Alder-Addukt Bicyclo[2.2.2]oct-2-en- 5,6-dicarbonsäureanhydrid (Ü 31) 108 – Diels-Alder-Addukt Bicyclo[2.2.2]- 2,3:5,6-dibenzoocta-2,5-dien-7,8-dicarbonsäureanhydrid (Ü 32) 109	
4.4.3.	Kontrollfragen	109
4.5.	Radikalische Addition an Alkene	109
4.5.1.	Theoretische Grundlagen	109
4.5.2.	Arbeitsvorschrift für 1,3-Dibrom-propan (Ü 33)	110
4.5.3.	Kontrollfragen	111
4.6.	Elektrophile Substitution an Aromaten	111
4.6.1.	Theoretische Grundlagen	111
4.6.2.	Arbeitsvorschriften m-Dinitro-benzen (Ü 34) 112 – 1-Chlor-2,4-dinitro-benzen (Ü 35) 113 – o-Ni- tro-phenol (Ü 36) 113 – p-Acetamino-benzensulfonylchlorid (Ü 37) 114 – Sulfanilsäure (Ü 38) 114 – Brombenzen (Ü 39) 115 – Methylorange (Helian- thin) (Ü 40) 115 – 1-Phenylazo-naphth-2-ol (Ü 41) 116	
4.6.3.	Kontrollfragen	116
4.7.	Nukleophile Substitution am aktivierten Aromaten	117
4.7.1.	Theoretische Grundlagen	117
4.7.2.	Arbeitsvorschriften 2,4-Dinitro-phenylhydrazin (Ü 42) 118 – 2,4-Dinitro-phenol (Ü 43) 118	
4.7.3.	Kontrollfragen	119

4.8.	Nukleophile Reaktionen an Aldehyden und Ketonen	119
4.8.1.	Theoretische Grundlagen	119
4.8.2.	Arbeitsvorschriften Acetessigsäureethylesterethylenacetal (Ü 44) 120 – Cyclohexanonethylenacetal (Ü 45) 122 – 1,5-Diphenyl-penta-1,4-dien-3-on (Ü 46) 122 – Cyclohexanon- oxim (Ü 47) 122 – Osazone der D-Glucose und D-Mannose (Ü 48) 123	
4.8.3.	Kontrollfragen	123
4.9.	Nukleophile Reaktionen an Carbonsäuren und ihren Derivaten	124
4.9.1.	Theoretische Grundlagen	124
4.9.2.	Arbeitsvorschriften Benzoesäureethylester (Ü 49) 124 – Essigsäurebutylester (Ü 50) 126 – Phenyl- essigsäure (Ü 51) 126 – Cyanacetamid (Ü 52) 127	
4.9.3.	Kontrollfragen	127
4.10.	Umlagerungen	127
4.10.1.	Theoretische Grundlagen	127
4.10.2.	Arbeitsvorschriften ϵ -Caprolactam (Ü 53) 128 – 1,2,3,4-Tetrahydrocarbazol (Ü 54) 129	
4.10.3.	Kontrollfragen	129
4.11.	Polymerisation	129
4.11.1.	Theoretische Grundlagen	129
4.11.2.	Arbeitsvorschriften Polyacrylonitril (Ü 55) 131 – Polystyren (Ü 56) 132 – Polyvinylacetat (Ü 57) 132 – Polymethylmethacrylat (Piacryl) (Ü 58) 132 – Vernetzung eines ungesättigten Polyesters (Ü 59) 132 – Verzweigtes Polymethylmethacrylat (Ü 60) 133 – Styren durch Depolymerisation von Polystyren (Ü 61) 133	
4.11.3.	Kontrollfragen	134
4.12.	Hydrierung	134
4.12.1.	Theoretische Grundlagen	134
4.12.2.	Arbeitsvorschriften Anilin (Ü 62) 135 – 3-Phenyl-propansäure (Ü 63) 136 – 4,4'-Dichlor-azoxy- benzen (Ü 64) 137	
4.12.3.	Kontrollfragen	137
4.13.	Oxidation und Dehydrierung	137
4.13.1.	Theoretische Grundlagen	137
4.13.1.1.	Oxidation von Kohlenwasserstoffen	138
4.13.1.2.	Oxidation von Alkoholen und Aldehyden	138
4.13.1.3.	Oxidation von Aromaten zu Chinonen	139
4.13.1.4.	Dehydrierung	139
4.13.2.	Arbeitsvorschriften Aromatische Carbonsäuren (Ü 65) 140 – Cyclohexanonphenylhydrazon (Ü 66) 140 – Benzoesäure (Ü 67) 141 – Anthrachinon (Ü 68) 141 – Carbazol (Ü 69) 142	
4.13.3.	Kontrollfragen	142
4.14.	Mikrobielle und enzymatische Reaktionen	143
4.14.1.	Theoretische Grundlagen	143
4.14.2.	Arbeitsvorschrift für (S)-(+)-3-Hydroxy-buttersäureethylester durch Hefere- duktion von Acetessigsäureethylester (Ü 70)	144
4.14.3.	Kontrollfragen	145
4.15.	Reaktionen und Isolierung von Naturstoffen	146
4.15.1.	Theoretische Grundlagen	146
4.15.2.	Arbeitsvorschriften D-Galactose aus Lactose (Milchzucker) (Ü 71) 147 – meso-Galactarsäure (Schleimsäure) aus Lactose (Milchzucker) (Ü 72) 147 – Furfural (Ü 73) 148 – Trimyristin (Ü 74) 149 – Piperin (Ü 75) 149 – Hämin aus Rinderblut (Ü 76) 150 – Coffein aus Tee (Ü 77) 150	

4.15.3.	Kontrollfragen	151
4.16.	Protokollführung	151
4.17.	Literaturhinweise	152
5.	Anleitung zum Literaturstudium (Ü 78)	154
5.1.	Lehrbücher	154
5.2.	Handbücher und Referateorgane	155
5.3.	Originalliteratur	158
6.	Identifizierungen (Ü 79–Ü 94)	159
6.1.	Identifizierung von Einzelsubstanzen	160
6.1.1.	Vorproben	161
6.1.1.1.	Schmelztemperatur	162
6.1.1.2.	Siedetemperatur	162
6.1.1.3.	Farbe, Geruch, Dichte	163
6.1.1.4.	Verhalten in der Flamme	165
6.1.1.5.	Löslichkeit	166
6.1.1.6.	Nachweis von Halogen, Stickstoff, Schwefel	168
6.1.1.7.	Probe auf ungesättigte Verbindungen	169
6.1.2.	Ermittlung der Summenformel	170
6.1.3.	Charakterisierungsreaktionen zur Festlegung der Stoffklasse	171
6.1.3.1.	Carbonsäureanhydride und -halogenide	172
6.1.3.2.	Carbonsäuren	172
6.1.3.3.	Alkalisalze von Carbonsäuren	172
6.1.3.4.	Amine	173
6.1.3.5.	Phenole, Enole	173
6.1.3.6.	Alkohole	174
6.1.3.7.	Aldehyde	174
6.1.3.8.	Carbonsäureester	174
6.1.3.9.	Ketone	175
6.1.3.10.	Carbonsäureamide und Nitrile	175
6.1.3.11.	Nitroverbindungen	175
6.1.3.12.	Halogenkohlenwasserstoffe	176
6.1.3.13.	Kohlenwasserstoffe	176
6.1.4.	Hinweisreaktionen	176
6.1.4.1.	Hinweis auf hydrolysisierbares Halogen	176
6.1.4.2.	Hinweis auf Amine	177
6.1.4.3.	Hinweis auf Phenole, Alkohole	178
6.1.4.4.	Hinweis auf Aldehyde und reduzierende Substanzen	179
6.1.4.5.	Hinweis auf Carbonsäureester	180
6.1.4.6.	Hinweis auf aromatische Kohlenwasserstoffe	181
6.1.5.	Darstellung von Derivaten	181
6.1.5.1.	Hydroxyverbindungen	182
6.1.5.2.	Aldehyde und Ketone	185
6.1.5.3.	Carbonsäuren und Derivate	186
6.1.5.4.	Amine und Nitroverbindungen	190
6.1.5.5.	Kohlenwasserstoffe und Halogenkohlenwasserstoffe	193
6.1.6.	Tabellen physikalischer Daten und Derivate von Verbindungsklassen	196
6.2.	Identifizierung von Substanzen in Gemischen	197
6.2.1.	Destillation	197
6.2.2.	Extraktion	210

6.2.3.	Wasserdampfdestillation	215
6.3.	Protokollführung (Musterprotokoll)	216
6.4.	Chemikalien und Reagenzien	218
6.5.	Herstellung von Reagenzien und Lösungen	219
6.6.	Platzinventar für Identifizierungen	221
6.7.	Kontrollfragen	222
6.8.	Literatur	224
7.	Strukturaufklärung	225
7.1.	UVS-Spektroskopie	225
7.1.1.	Theoretische Grundlagen	225
7.1.2.	Auswertung von UVS-Spektren	229
7.1.3.	Übungen zur UVS-Spektroskopie (Ü 95–Ü 102)	231
7.1.4.	Lösungen	243
7.2.	IR-Spektroskopie	246
7.2.1.	Theoretische Grundlagen	246
7.2.2.	Einfache Anwendungen der IR-Spektroskopie	248
7.2.3.	Übungen zur IR-Spektroskopie (Ü 103–Ü 120)	249
7.2.4.	Lösungen	260
7.3.	Kernmagnetische Resonanzspektroskopie	260
7.3.1.	^1H -NMR-Spektroskopie	260
7.3.1.1.	Theoretische Grundlagen	260
7.3.1.2.	Auswertung von ^1H -NMR-Spektren	263
7.3.1.3.	Übungen zur ^1H -NMR-Spektroskopie (Ü 121–Ü 129)	266
7.3.2.	^{13}C -NMR-Spektroskopie	272
7.3.2.1.	Theoretische Grundlagen	272
7.3.2.2.	Auswertung von ^{13}C -NMR-Spektren	273
7.3.2.3.	Übungen zur ^{13}C -NMR-Spektroskopie (Ü 130–Ü 135)	274
7.3.3.	Lösungen	278
7.4.	Massenspektroskopie	278
7.4.1.	Grundlagen	278
7.4.2.	Auswertung von Massenspektren	280
7.4.3.	Übungen zur Massenspektroskopie (Ü 136–Ü 142)	282
7.4.4.	Lösungen	285
7.5.	Kontrollfragen	285
7.6.	Literatur	286
8.	Chemikalienverzeichnis	287
	Quellennachweis	295
	Sachverzeichnis	296