

Lustiges aus Protokollen

Wenn die Lachmuskeln sich wieder beruhigt haben, empfehle ich die Durchsicht der eigenen Werke, vor allem zu Beginn des Studiums. Denn natürlich waren alle Verfasser dieser Textzitate der Meinung, die zu beschreibenden Sachverhalte korrekt wiedergegeben zu haben.

Theoretische Erörterungen

- Der besondere Wert des NBS beruht darauf, dass Brom hier als Proton abgegeben wird.
- Es ist gut zu wissen, dass bei der Hydroborierung das angreifende Teilchen ein Elektrophil ist.
- Um den Eindruck zu vermeiden, daß bei der Reaktion KOH entstünde, folgt nun die stöchiometrische Reaktionsgleichung.
- Die Schwefelsäure dient zur Zerstörung möglicher Etherbildungsprodukte.
- Es herrscht Hydrolysegefahr.
- Wenn man Allylpositionen mit elementarem Brom halogeniert, addiert sich das Br₂ auch direkt an die Allylstellung und aus einem Alken wird ein Alkan.
- Die Finkelsteinreaktion erfährt durch das Allyl eine Mesomeriestabilisierung (die p-Orbitale liegen parallel zur Reaktionsachse).
- Die überhitzte Flüssigkeit neigt schon bei kleinsten Erschütterungen zu explosionsartigen Vorgängen.
- Der tatsächliche Druck im Inneren der Apparatur dürfte allerdings wegen der relativ großen freien Weglänge der Schlauchverbindungen höher sein.
- Reaktion 2a führt zu einem Reaktionsfortsatz, während Reaktion 2b zu einem Abbruch der Reaktion führt. Die Reaktionsfortsatzabbruchsreaktion 2Cl -> Cl₂ führte mit der Zeit zur Abnahme der Cl -Konzentration.
- Der Grund liegt im sterischen.
- Michael-Add. begünstigt, da die Carbonylgruppen einen für sich neg. Substituenten hat, als bei Crotonsäure, d.h. er hat +I. Als er -I hatte, erfolgte die Michael-Addition zuerst.
- Sowohl Ether wie auch Olefin brauchen für Ihre Bildung hohe Temperaturen. Die räumliche Gestalt der Moleküle hat jedoch einen entgegengesetzten Einfluß auf die Produktbildung.
- Hier handelt es sich um eine indirekte Bindung.
- Reaktionen in 2-Phasen-Gemischen nennt man Phasentransferkatalyse.
- Unter Fluoreszenz versteht man das Leuchten eines Stoffes im UV-Bereich.
- Der Siedepunkt einer Flüssigkeit ist erreicht, wenn diese durch Energiezufuhr ohne Temperaturerhöhung quantitativ den gasförmigen Aggregatzustand erreicht.
- Zur Finkelsteinreaktion:
Dieser Mechanismus läuft nur an primären C-Atomen ab, an tertiären nicht. Bei diesen verläuft die Reaktion nach S_N1, da Iod aber eine sehr gute Abgangsgruppe ist (nicht nur ein starkes Nucleophil) wird hier nicht das Iodid gebildet.
- Das Gemisch ... komplexiert die Lösung.
- Das Ganze erfolgt über pyrolytische Addition.
- ...Man geht von der längsten kurzen Seitenkette mit 5 C-Atomen aus.
- Zum Verhalten von Triphenylmethanfarbstoffen in Lauge:
Da das Molekül nicht mehr planar ist, geht das konjugierte, chromophore Molekül verloren.
- Deuterierungsgrad: Die Substanz hat durch das Wochenende und Komplikationen beim anderen Präparat etwa 5 Tage gestanden, so daß Deuterium in der Zeit zu normalem Wasserstoff zerfallen ist oder sich zu Helium umgewandelt hat.
Wasserstoff: D -> H + n
Helium: T -> ³He
³He + n(Höhenstrahlung) -> ⁴He
- Ein Siedeverzug liegt vor, wenn die Dampfphase unterhalb der Flüssigkeit liegt.
- Es wurde ein weitaus geringerer Wert des Theobromingehaltes gefunden, als es in der Literatur angegeben wird. Dies ist zum großen Teil darauf zurückzuführen, daß in den Versuchen sehr viele Schritte involviert sind, die zu Substanzverlust "geradezu einladen".
- Da das Benzylradikal für ein Radikal eine besonders stabile Spezies darstellt bildet sich dieses auch bevorzugt unter radikalischen Bedingungen.
- Es erfolgt Inversion durch doppelte Retention.
- Die Säure fungiert bei diesem Reaktionsmechanismus als Säure.

Trocknen

- Zur Trocknung von halogenierten Kohlenwasserstoffen mit Natrium:
Es kommt zu einer starken Reaktion des Natriums zu Na^+ und Cl^- . Da diese Reaktion sehr schnell abläuft (Explosion) und stark exotherm ist, ist diese Trocknungsmethode aus Sicherheitsgründen und finanziellen Gründen (Exsikkator kaputt) nicht zu empfehlen.
- Phosphorpentoxid ist in erster Linie zur Trocknung von Wasser geeignet.
- Kaliumhydroxid nimmt nicht nur Wasser auf. Bei größeren Wassermengen im Lösungsmittel reagiert es auch mit Wasser.

Arbeitssicherheit

- Zur Frage, warum ein Stoff, der bereits mit dem Warnsymbol „T“ gekennzeichnet ist, nicht auch das Warnsymbol „Xi“ bekommt, obwohl mit R36 (Reizt die Augen) gekennzeichnet wird:
Der Stoff ist so giftig, dass er beim direkten Kontakt mit den Augen bereits zum Tode führt. Daher merkt man die Reizung nicht mehr.
- Zur Analyse, warum die Beschriftung eines vorgegebenen Gefahrstoffetiketts falsch war:
Ist die Fortpflanzungsfähigkeit gestört (R62) kann der Chemiker auch nichts mehr vererben (R46).
- Bei manchen Warnsymbolen oder R- und S-Sätzen ist die Gefahr noch nicht hinreichend untersucht.

Versuchsdurchführung

- Für 3 Stunden wurde unter Zuhilfenahme eines Dimroth-Kühlers und Feuchtigkeitsausschluß rückflußgekühlt.
- 100 g wurden in einen bestickstofften Photoreaktor gegeben.
- Daraufhin wurde die Temperatur auf 95 °C erwärmt.
- Der Schmelzpunkt änderte sich kaum bei der anschließenden Vakuumdestillation in eine Sublimationsapparatur.
- Die Phase, in der das gewünschte Produkt überdestilliert, ist länger bei konstanter Temperatur.
- Während des Kochens verändert sich die Färbung der Mischung von gelb zu orange zu rot zu orange zu gelb.
- Nachdem sich die Lösung auf 60 °C erwärmt hat, wird diese Temperatur 3 Stunden bis zum Negativergebnis des Tests auf Peroxid mittels Wasserbad gehalten.
- In einer doppelten Apparatur mit Kolben, Tropftrichter und Rückflußkühler werden im ersten Kolben unter wasserfreier Stickstoffatmosphäre 100 ml Ether abs. vorgelegt und mit 1,8 g Lithiumschnitzeln versetzt, danach wird in Ether gelöstes Brombenzol in das Reaktionsgefäß gegeben, erst 2 ml bis die Reaktion anspringt, nach dem Ausfallen von LiBr wird der Rest zutropft und anschließend wird 20 Min erhitzt. Nach beendeter Reaktion wird mit Überdruck die Lithium-Lsg. in Reaktionsgefäß II gedrückt, in dem sich vorgelegtes γ -Bromstyrol befindet, das Ph-Lithium wird mittels Tropftrichter portionsweise zugegeben.
- Nach beendeter Zugabe hat sich so viel Lithiumstyrol gebildet, zu dem über einen anderen Tropftrichter in Ether gelöstes Benzophenon tropfenweise zugegeben wird, worauf die Lösung durch das gebildete Acetylcannabinol gelblich wurde. Nach einer Stunde wurde noch eine Stunde gekocht. Der Niederschlag wird mit verd. HCl gelöst. Die org. Phase wird mit Na_2SO_4 getrocknet und im Roti der Ether abgezogen.
- Eingießen in 2l Eiswasser beendete die Reaktion und nahm die Temperaturerhöhung beim Verdünnen der Säure mit Wasser, aus dem Reaktionsgemisch.
- Es wurde dem Skript gemäß umgesetzt und destilliert, wobei ich im Nachhinein die Destillation für überflüssig erachte, da auch schon vorher die Kristallisation weißer Nadeln zu beobachten war und diese vermutlich auch bei sofortiger Umkristallisation so schön ausgefallen wären. Der Effekt der Destillation ist also lediglich eine Ausbeuteverringerung also nicht eben zu sinnvoll. Es tut mir jedenfalls leid um die schönen Kristalle, die in all den benutzten Kolben hängen.
- Um nicht zu trocken zu destillieren, stoppte ich die Destillation, als noch 8 ml im Kolben vorhanden waren.
- Nach 31 Minuten und 30 Sekunden gab es einen starken Temperaturabfall, woraufhin mit der Erhöhung der Temperatur zur Destillation der 2. Fraktion begonnen wurde.
- Es machte Schwierigkeiten, die Phasen zu erkennen. Wir haben in einem Scheidetrichter getrennt und dabei drehten sich die Phasen um.
- Mit Rückflußkühler und Gasableitung an 2 Waschflaschen wird vorsichtig zum Sieden erhitzt.
- Durch vorsichtiges Heizen konnte man sich langsam an eine konstante Siedetemperatur herantasten die im Versuch 57 °C betrug.
- Nach 1 Stunde beruhigte sich die Lösung und konnte ohne weitere Eingriffe noch 4 Stunden gekocht werden.
- Die Lösung kühlte langsam ab, da das Produkt sehr stark zum Ausölen neigt.
- Der pH-Wert wird neutralisiert.

- Das Wasser und das Wasser/Ethanol-Gemisch, das jeweils nach dem Absaugen im Büchner-Trichter noch an den Kristallen haftete, wurde im Exsikkator über CaCl_2 getrocknet.
- Auseinanderdestillieren eines Flüssigkeitsgemisches:
Die erste Flüssigkeit siedet bei ca $85\text{ }^\circ\text{C}$. Nun muß die Temperatur der Flüssigkeit im Kolben konstant gehalten werden, denn wenn die erste Komponente zum größten Teil abdestilliert ist, sinkt die Temperatur der Gasphase. Dann muß die Temperatur wieder erhöht werden, damit weiter destilliert werden kann. Da die Grenzen von verschiedenen Komponenten nicht klar sind, wird zwischen den beiden Siedepunkten eine Mischphase abdestilliert.
- Durch starkes Rühren mit einem Magnetrührer wurde die Mischung ganz langsam erwärmt.
- 3 g der Festsubstanz werden mit etwas Toluol versetzt und unter einem Rückflußkühler erhitzt.
- Nach Beendigung der Reaktion erwärmte sich das Gemisch langsam auf Raumtemperatur
- Daraufhin wurde die Temperatur auf $95\text{ }^\circ\text{C}$ erwärmt.
- Nach dem Sieden beginnt die Destillation.
- Dadurch, dass beide Fraktionen nicht 100%ig ren sind, ist zu entnehmen, dass es bei der Destillation einen Übergangszustand gibt, in der beide Stoffe siedend.
- Die wäßrige Phase wurde nun auf ihren basischen Charakter hin überprüft, da sich dieses nach der ersten Bearbeitung nicht eingestellt hat, wurde die wäßrige Phase abgetrennt und die organische erneut mit 10% Na_2CO_3 -Lösung versetzt.
- Durch abtrennen des Trockenmittels konnte nun der Ether über dem Rotationsverdampfer abgedampft werden.
- An der Membranpumpe wurde ein Vakuum von 50 mbar angelegt.
- Das Gemisch wurde in der Mikrowelle erst für 2 min, später dann für 5 min bei $120\text{ }^\circ\text{C}$ gehalten.
- Chloroform kann sich unter bestimmten Umständen zu Phosgen, Chlor und Chlorwasserstoff zersetzen, wobei meistens der pH-Wert absinkt. Es wird empfohlen, die Stabilität durch Messen des pH-Wertes im wässrigen Auszug zu kontrollieren. In solchen Fällen sollte ein umgebungsluftunabhängiges Atemschutzgerät verwendet werden. Bei höheren Konzentrationen kann man, so lange kein Gemisch mit anderen Verbindungen vorliegt, ein Gasfilter AX verwendet werden.

Umkristallisieren

- Eine Vergrößerung des ND ist auch nicht nach 4 Tagen im Tiefkühlfach entstanden.
- Das LM für eine Umkristallisation sollte die Substanz in der Hitze gut lösen, in der Kälte jedoch nicht oder besser gar nicht.
- Nach dem Abkühlen wird das Produkt mit Hilfe eines Glasstabes auskristallisiert.
- Nach 5 Tagen kristallisierte bei der 1. Fraktion immer noch nichts aus, dann wurde der Kolben zerstört (unfreiwillig).
- Die erste Komponente wurde nunächst mit Ethanol, da dies nicht gelang, mit Wasser umzukristallisieren versucht. Da auch dies nicht gelang, wurde mit Ether geschüttelt, jedoch wurde die falsche Phase verworfen, so daß von der ersten Komponente keine Ausbeute erzielt werden konnte. Die beiden letzten Komponenten wurden mit Wasser umkristallisiert. Die letzte Komponente mußte aufgrund Herunterfallens mit Ether aus Zellstoff extrahiert werden.

Analytik

- Brechungsindex wurde nicht mit angegeben, da ich von der Reinheit des Acetons, klare Flüssigkeit, ausgehe und außerdem geht die Apparatur davon kaputt.
- Die Analyse ist fast analysenrein.
- Zum Nachweis, daß eine Substanz nicht in Thioharnstoff eingeschlossen worden ist:
Bei keiner Thioharnstoffverbindung befinden sich in der abgenutzten Substanz kein Thioharnstoff, wir erhalten also den Schmelzpunkt unserer Substanz.
- Zur Struktursicherung von Benzylchlorid:
...Messung des Brechwertes (fraglich aufgrund der tränenreizenden Wirkung des Produktes)
- Das Gaschromatogramm zeigt, daß es sich um ein fast reines Produkt handelt. Die Substanz enthält ca. 56,57 % *p*-Bromtoluol sowie 41,09 % *o*-Bromtoluol.

Dünnschichtchromatografie:

- Je weiter ein Stoffgemisch läuft, desto größer ist die Trennleistung. Allerdings sollte die Laufmittelfront auch nicht über das Ende der DC-Karte hinauslaufen, da sonst die Stoffe, die von der Polarität her mit dem Laufmittel am ähnlichsten sind - d.h. die schnellsten - "überlaufen" können. Auch sollte die Laufmittelfront nicht zu niedrig laufen, da sonst die Trennleistung nicht mehr besonders groß ist.
- Natürlich sollte auch das Laufmittel nicht über die Karte hinauslaufen, dieses Ergebnis wäre unbrauchbar.
- Ein Substanzgemisch sollte so weit laufen, daß eine Auftrennung klar erkennbar ist, nicht aber so weit, daß die Substanz über das Kartenende hinausläuft.

- Befindet sich der Substanzfleck an der Laufmittelfront, muß auch die Substanz nicht einheitlich sein, da es sein könnte, daß sich die Substanzen erst oberhalb der Laufmittelfont voneinander getrennt hätten.
- Die Karte fluoresziert unter UV-Licht, d.h. es erfolgt eine Anregung durch Adsorption von Protonen.
- Ein Fehler bei der DC wäre, ein Laufmittel zu wählen, von welchem alle Bestandteile gleich stark angezogen werden, so daß entweder keine Substanzbewegung zu beobachten ist, durch gleich hohen Stand auf der Platte.
- Das System des Nachweises von dünnenschichtchromatografischen Flecken beruht darauf, das die Kieselgelplatte mit einem Indikator versehen ist, dessen Anregungsfrequenz bei 254 nm liegt und im UV-Licht die Wellenlänge fluoresziert, d.h. es erscheinen im UV-absorbierende bzw fluoreszierende Stoffe als dunkle Flecken.
- ... über das, was zu tun ist, wenn auf der DC-Karte die Substanz am Startpunkt verbleibt:
Damit sich ein einigermaßen sinnvoll equilibriertes Gleichgewicht mit den zu trennenden Substanzen einstellt, was für die Annahme von aus jeweils nur einem Stoff bestehenden Substanzflecken von wesentlicher Bedeutung ist, sollte demnach ein Laufmittel verwendet werden, welches, was seine Polarität angeht, einfach gesagt von den zu trennenden Substanzen genauso entfernt ist wie das Dünnschichtmaterial, nur auf der gegenüberliegenden Seite. In unserem Fall ist es polarer zu wählen.
- Da Kieselgel polar ist, absorbiert es polare Stoffe weiter unten.
-