

# Protokoll zum Praktikum in Organischer Chemie

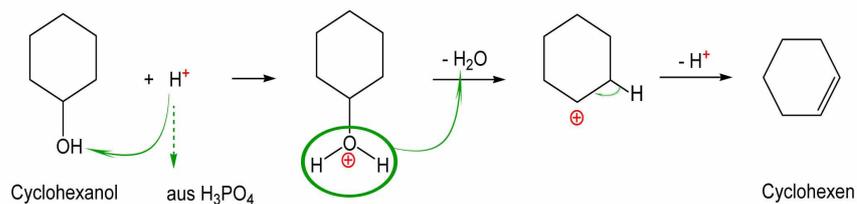
## I. Kurstag

### Versuch I.I: Eliminierung von Wasser aus Alkoholen

#### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

|                      |   |       |
|----------------------|---|-------|
| <b>Cyclohexanol</b>  | 25 g (0,25 mol)<br><b>R20/22</b> Gesundheitsschädlich beim Einatmen und Verschlucken<br>S26-36/37/39              | Xn    |
| <b>Cyclohexen</b>    | <b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br>S16-26-36/37/39                               | F, Xn |
| <b>Natriumsulfat</b> | <b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br>S26-36  |       |
| <b>Phosphorsäure</b> | 10ml<br><b>R34</b> Verursacht Verätzungen<br><b>R22</b> Gesundheitsschädlich beim Verschlucken<br>S26-27-36/37/39 | C     |

#### 2. Reaktionsgleichungen

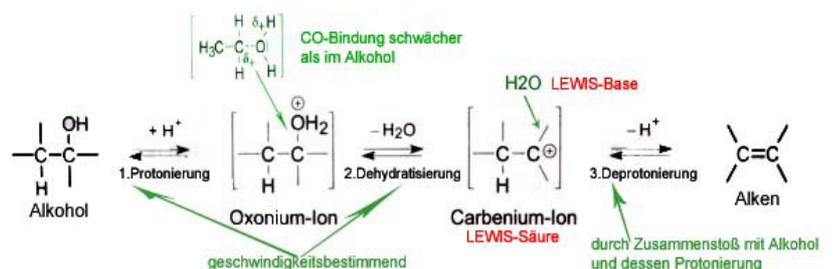


Molare Massen: **Cyclohexanol**  
100,16 g/mol

**Cyclohexen**  
82,14 g/mol

#### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- Eliminierung: Dehydratisierung von Alkoholen
- säurekatalysierte  $\beta$ -Eliminierung nach  $E_1$ -Mechanismus (wegen Kinetik 1. Ordnung) mit 2 Übergangszuständen, dem **Oxonium-Ion** und dem **Carbenium-Ion**



#### Nachprotokoll

Ausbeute: etwas über 50% ist gut

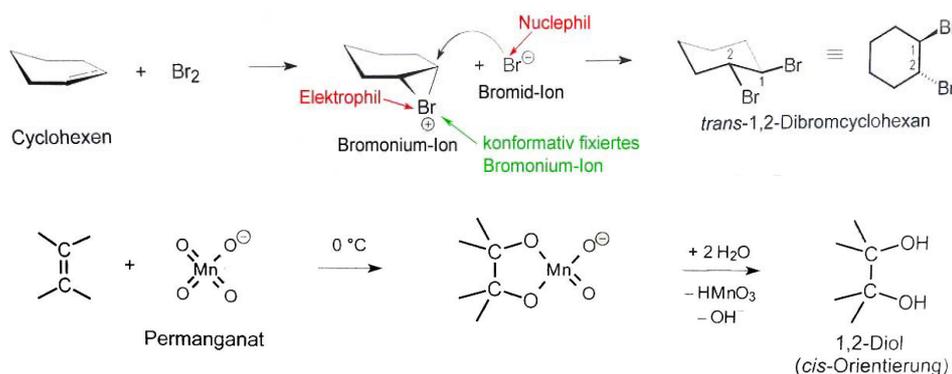
Siedepunkt: ca. 84 °C

- Reaktionsgemisch färbt sich bernsteinfarben
- im Auffangkolben kondensiert eine klare Flüssigkeit  $\rightarrow$  2 Phasen
- Thermometer steigt auf 105 °C, fällt dann aber wieder auf 75 °C ab

## Versuch 1.2: Identifizierung des Reaktionsproduktes

### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

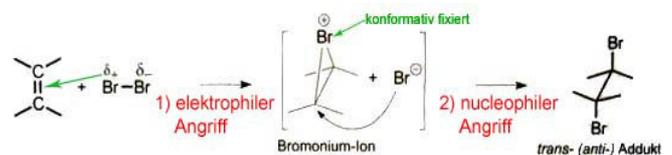
|                          |  |        |
|--------------------------|--|--------|
| <b>Braunstein</b>        | <b>R20/22</b> Gesundheitsschädlich beim Einatmen und Verschlucken<br>S25   | Xn     |
| <b>Brom</b>              | 5 Tropfen<br><b>R8</b> Feuergefahr bei Berührung mit brennbaren Stoffen<br><b>R26</b> Sehr giftig beim Einatmen<br><b>R35</b> Verursacht schwere Verätzungen<br>S7/9-26-36/37/39-45  | T,C,N  |
| <b>Cyclohexen</b>        | <b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br>S16-26-36/37/39  | F, Xn  |
| <b>Eisessig</b>          | <b>R21</b> Gesundheitsschädlich bei Berührung mit der Haut<br><b>R35</b> Verursacht schwere Verätzungen<br>S16-45-26-36/37/39  | C      |
| <b>Kaliumpermanganat</b> | <b>R8</b> Feuergefahr bei Berührung mit brennbaren Stoffen<br><b>R25</b> Gesundheitsschädlich beim Verschlucken<br><b>R34</b> Verursacht Verätzungen<br><b>R36/37/39</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br>S17-45-26-36/37/39 | O,Xn,N |



### 2. Reaktionsgleichungen

### 3. Kurze Diskussion der Mechanismen

- elektrophile Addition von Halogenen führt in 2 Schritten aufgrund eines konformativ fixierten Bromonium-Ions als Übergangszustand stereoselektiv zu trans-1,2-Dihalogenalkanen
- Kaliumpermanganat cycloaddiert an Alkene zu cyclischem Ester, der zu einem 1,2-Diol hydrolysiert (stereoselektive cis-1,2-Dihydroxylierung)



### Nachprotokoll

- Versuch: Brom wird sofort entfärbt
- Versuch: violette Farbe verschwindet

Quellen: Breitmaier/Jung, Dane/Wille/Laatsch, Organikum, Beyer/Walter, Vollhardt/Schore

# Protokoll zum Praktikum in Organischer Chemie

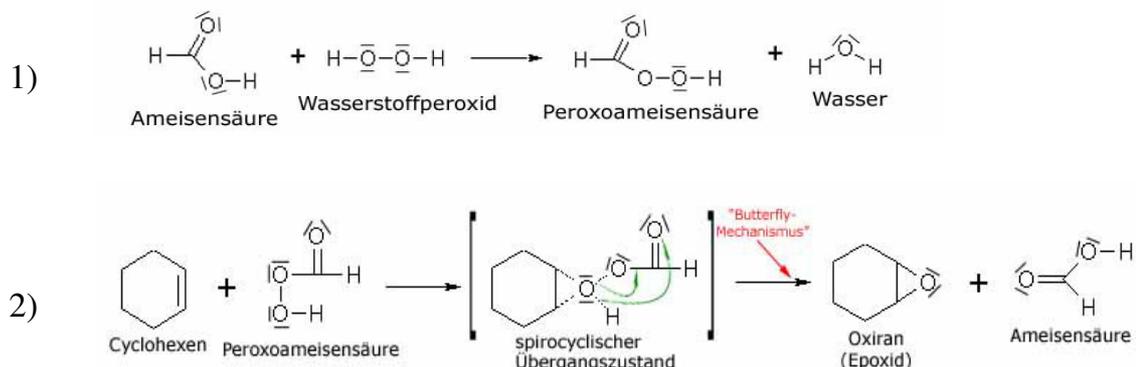
## 2. Kurstag

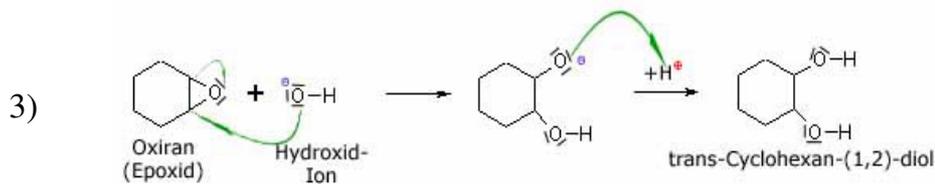
### Versuch 2.1: Darstellung von trans-Cyclohexan-(1,2)-diol

#### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

|                             |   |       |
|-----------------------------|---|-------|
| <b>Ameisensäure</b>         | 50 ml<br><b>R35</b> Verursacht schwere Verätzungen<br><b>R22</b> Gesundheitsschädlich beim Verschlucken<br><b>R42/43</b> Sensibilisierung durch Einatmen und Hautkontakt möglich<br>S26-36/37/39-23 | C     |
| <b>Cyclohexanol</b>         | <b>R20/22</b> Gesundheitsschädlich beim Einatmen und Verschlucken<br>S26-36/37/39   | Xn    |
| <b>Cyclohexen</b>           | 4,6 g<br><b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br>S16-26-36/37/39  | F, Xn |
| <b>Essigsäureethylester</b> | 100 ml<br><b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br>S16-33-26-36  | F     |
| <b>Kaliumiodid</b>          | <b>R61</b> Kann das Kind im Mutterleib schädigen<br><b>R42/43</b> Sensibilisierung durch Einatmen und Hautkontakt möglich<br><b>R36/38</b> Reizt die Augen und die Haut<br>S45-26-36/37/39          | Xn    |
| <b>Natriumhydroxid</b>      | 45 ml<br><b>R34</b> Verursacht Verätzungen<br>S45-26-28-36/37/39  | C     |
| <b>Natriumsulfat</b>        | <b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br>S26-36  |       |
| <b>Salzsäure</b>            | <b>R34</b> Verursacht Verätzungen<br><b>R14</b> Reagiert heftig mit Wasser<br>S26-27-36/37/39-23  | C     |
| <b>Wasserstoffperoxid</b>   | 5,7 g<br><b>R8</b> Feuergefahr bei Berührung mit brennbaren Stoffen<br><b>R34</b> Verursacht Verätzungen<br>S17-45-26-36/37/39  | C     |

#### 2. Reaktionsgleichungen





### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- Addition des **elektrophilen** Peroxy-O-Atoms der Persäure an die  $\pi$ -Bindung, während die Carbonylgruppe das Proton aus der OH-Gruppe übernimmt; es entsteht das Epoxid "Cyclohexenoxid" (1-Oxabicyclo[4.1.0]heptan)
- Schritt 3 ist eigentlich eine Addition von Wasser ( $OH^-$  und  $H^+$ ); die nucleophile Ringöffnung erfolgt nach dem  **$S_N2$ -Mechanismus** und ist regioselektiv (hier vernachlässigbar) und **stereospezifisch**; bei  $S_N2$ -Reaktionen kommt es zu einer **Inversion** der Konfiguration (sog. WALDEN-Umkehr) im Asymmetriezentrum (daher *trans*)

### Nachprotokoll

Gemisch aus Ameisensäure,  $H_2O_2$  und Cyclohexen erwärmt sich  
 $\rightarrow$  Probe mit Kaliumiodidlösung  $\rightarrow$  keine Färbung  
 $\rightarrow$  Verseifung mit Natronlauge  $\rightarrow$  Erhitzen mit Heizpilz

## Versuch 2.2: Oxidation von Mehrfachbindungen

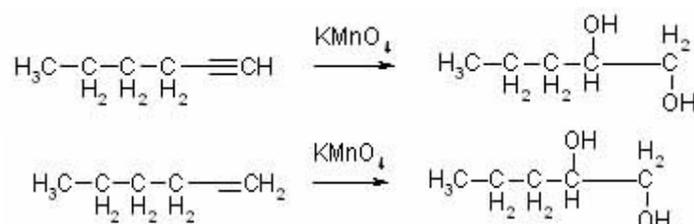
### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

**Hexen** 1 ml F, Xn  
**R20/21/22** Gesundheitsschädlich beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut  
**R36/37/38** Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut  
 S16-26-33-3/7

**Hexin** 1 ml F, Xn  
**R36/37/38** Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut  
 S16-26-36/37/39

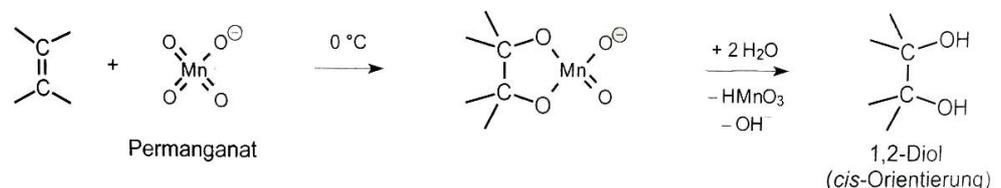
**Kaliumpermanganat** 1 ml O, Xn, N  
**R8** Feuergefahr bei Berührung mit brennbaren Stoffen  
**R25** Gesundheitsschädlich beim Verschlucken  
**R34** Verursacht Verätzungen  
 S17-45-26-36/37/39

### 2. Reaktionsgleichungen



### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- Oxidationsmittel wie  $KMnO_4$ , Ozon oder Osmiumtetroxid oxidieren CC-Mehrfachbindungen zu Diolen, wobei Braunstein entsteht



- Kaliumpermanganat cycloaddiert zu cyclischem Ester, der zu einem 1,2-Diol hydrolysiert
- wegen einseitiger Knüpfung zweier CO-Bindungen: cis-Stereoselektivität (nur bei 1,2-Cycloalkandiolen sichtbar)

## Nachprotokoll

Hexin: Braunstein entsteht

Hexen: Braunstein entsteht, jedoch deutlich langsamer als bei Hexin

## Versuch 2.3: Acidität von Alkinen

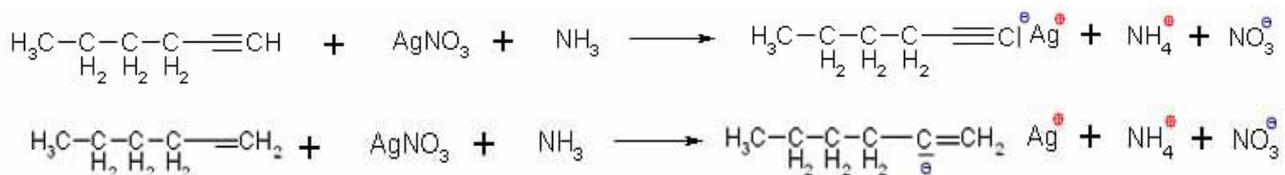
### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

|                     |  |  |  |
|---------------------|--|--|--|
| <b>Ammoniaklsg.</b> | 1 ml   |  |  |
|                     | <b>R22</b> Gesundheitsschädlich beim Verschlucken          |  |  |
|                     | <b>R34</b> Verursacht Verätzungen                          |  |  |
|                     | S45-26-36/37/39  |  |  |
| <b>Hexen</b>        | 1 Tropfen<br>siehe 2.2                                     |  |  |
| <b>Hexin</b>        | 1 Tropfen<br>siehe 2.2                                     |  |  |
| <b>Silbernitrat</b> | einige Tropfen   |  |  |
|                     | <b>R8</b> Feuergefahr bei Berührung mit brennbaren Stoffen |  |  |
|                     | <b>R22</b> Gesundheitsschädlich beim Verschlucken          |  |  |
|                     | <b>R34</b> Verursacht Verätzungen                          |  |  |
|                     | <b>R40</b> Irreversibler Schaden möglich                   |  |  |
|                     | S17-45-26-36/37/39v  |  |  |

Xi

Xi

### 2. Reaktionsgleichungen



### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- Dreifachbindungen zeigen ähnliche Additionsreaktionen wie Doppelbindungen. Im Unterschied zu Einfach- und Doppelbindungen acidifiziert die CC-Dreifachbindung die terminalen H-Atome.
- Alkine sind CH-Säuren. Erkennbar ist dies an der Bildung schwerlöslicher Schwermetallalkynylide mit Silber(I)-Salzen in Lösung

#### Relative Acidität von Alkanen, Alkenen und Alkinen:

|                 |                 |   |                 |   |       |
|-----------------|-----------------|---|-----------------|---|-------|
|                 | Alkan           | < | Alken           | < | Alkin |
| Hybridisierung  | sp <sup>3</sup> |   | sp <sup>2</sup> |   | sp    |
| pK <sub>s</sub> | 50              |   | 44              |   | 25    |

## Nachprotokoll

Die Lösungen färben sich gelb

→ Reaktion verläuft mit Hexin schneller

## Versuch 2.4: Radikalische Substitution an Alkanen

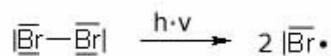
### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

|                        |  |          |
|------------------------|--|----------|
| <b>Brom</b>            | <b>R8</b> Feuergefahr bei Berührung mit brennbaren Stoffen<br><b>R26</b> Sehr giftig beim Einatmen<br><b>R34</b> Verursacht Verätzungen<br>S7/9-26-36/37/39-45   | T, C, N  |
| <b>Bromwasserstoff</b> | <b>R35</b> Verursacht schwere Verätzungen<br><b>R37</b> Reizt die Atmungsorgane<br>S7/9-26-45  | C        |
| <b>Chloroform</b>      | <b>R45</b> Kann Krebs erzeugen<br><b>R46</b> Kann vererbare Schäden verursachen<br><b>R22</b> Gesundheitsschädlich beim Verschlucken<br><b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br><b>R48/20/22</b> Gesundheitsschädlich: Gefahr ernster Gesundheitsschäden bei längerer Exposition durch Einatmen und Verschlucken<br>S45-26-36/37/39-23 | Xn       |
| <b>n-Octan</b>         | 2 ml<br><b>R20/22</b> Gesundheitsschädlich beim Einatmen und Verschlucken<br><b>R36</b> Reizt die Augen<br><b>R37</b> Reizt die Atmungsorgane<br>S16-26-36   | F, Xn, N |

### 2.

### Reaktionsgleichungen

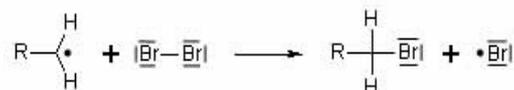
#### Startreaktion



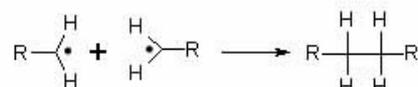
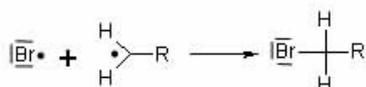
#### Kettenreaktionsschritt 1



#### Kettenreaktionsschritt 2



#### Abbruchreaktionen



### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- ein Brom-Molekül wird photolytisch in 2 Brom-Radikale gespalten (Photodissoziation)
- Brom-Radikal und Octan-Molekül reagieren zu Bromwasserstoff und Octyl-Radikal
- Octyl-Radikal reagiert mit einem Brom-Molekül, es entstehen Bromoctan und ein neues Brom-Radikal; dieser Reaktionsschritt ist exotherm und hält die Reaktion am laufen
- treffen 2 Radikale aufeinander, bildet sich ein Molekül und kein weiteres Radikal; die Kettenreaktion endet

### Nachprotokoll

die braune Lösung entfärbt sich

# Protokoll zum Praktikum in Organischer Chemie

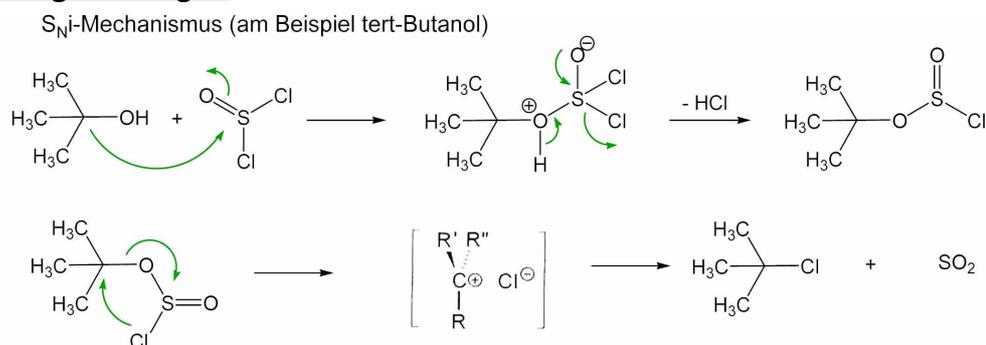
## 3. Kurstag

### Versuch 3.1: Darstellung von tert.-Butylchlorid aus tert.-Butanol

#### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

|                       |  |    |
|-----------------------|--|----|
| <b>Butanol</b>        | 30 g<br><b>R20/21/22</b> Gesundheitsschädlich beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut<br>S16-26-36  | Xi |
| <b>Thionylchlorid</b> | 33 ml<br><b>R34</b> Verursacht Verätzungen<br><b>R14</b> Reagiert heftig mit Wasser<br><b>R20/21/22</b> Gesundheitsschädlich beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut<br>S45-26-28-27-36/37/39 | C  |
| <b>Natriumsulfat</b>  | <b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br>S26-36   |    |

#### 2. Reaktionsgleichungen



#### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- bei Darstellung von **Chloralkanen** durch nukleophile Substitution der **Alkohole** mit **Thionylchlorid**
- findet nur in **wenig polaren, aprotischen Lösungsmitteln** statt
- **$S_N1$ -Mechanismus** (Substitution innerhalb eines Moleküls)

#### Nachprotokoll

Beim Zutropfen erwärmt sich die Lösung stark, es treten Dämpfe aus.

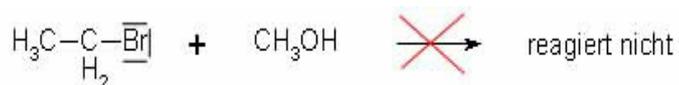
Nach dem Trocknen bleibt eine klare Flüssigkeit zurück.

## Versuch 3.2: Nukleophilie und Basizität

### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

|                     |   |       |
|---------------------|---|-------|
| <b>Ethylbromid</b>  | 10 Tropfen<br><b>R45</b> Kann Krebs erzeugen<br><b>R20/21/22</b> Gesundheitsschädlich beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut<br><b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br>S16-45-26-36/37/39-51-1/2 | F, Xn |
| <b>Methanol</b>     | 5 ml<br><b>R23/25</b> Giftig beim Einatmen und Verschlucken<br><b>R36/38</b> Reizt die Augen und die Haut<br>S7-16-24-45-33   | F, T  |
| <b>Silbernitrat</b> | <b>R8</b> Feuergefahr bei Berührung mit brennbaren Stoffen<br><b>R34</b> Verursacht Verätzungen<br><b>R22</b> Gesundheitsschädlich beim Verschlucken<br><b>R40</b> Irreversibler Schaden möglich<br>S17-45-26-36/37/39                            | Xi    |

### 2. Reaktionsgleichungen



### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- $\text{CH}_3\text{OH}$  ist **schlechtes Nukleophil**
- *Nukleophilie ist direkt proportional zur Basizität*
- Reaktion findet nicht statt

### Nachprotokoll

Es gibt keine erkennbare Veränderung.

## Versuch 3.3: Nukleophilie und Basizität

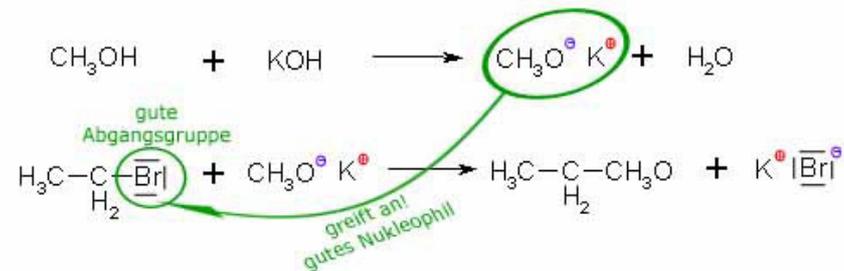
### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

|                       |  |      |
|-----------------------|--|------|
| <b>Ethylbromid</b>    | siehe 3.2  |      |
| <b>Methanol</b>       | siehe 3.2  |      |
| <b>Kaliumhydroxid</b> | <b>R8</b> Feuergefahr bei Berührung mit brennbaren Stoffen<br><b>R45</b> Kann Krebs erzeugen<br><b>R46</b> Kann vererbare Schäden verursachen<br><b>R61</b> Kann das Kind im Mutterleib schädigen<br><b>R41</b> Gefahr ernster Augenschäden<br>S26-37-36/37/39 | T, N |
| <b>Silbernitrat</b>   | siehe 3.2  |      |

**Salpetersäure** **R8** Feuergefahr bei Berührung mit brennbaren Stoffen  
**R23/24/25** Giftig beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut  
**R34** Verursacht Verätzungen  
**R14** Reagiert heftig mit Wasser  
 S17-26-27-36/37/39

Xi, N

## 2. Reaktionsgleichungen



## 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- $\text{CH}_3\text{O}^-$  ist ein **gutes Nukleophil**, da die **konjugierte Säure sehr schwach** ist (je stärker eine Base, umso schwächer die konjugierte Säure, und *Basizität ist direkt proportional zur Nukleophilie*)
- $\text{Br}^-$  ist eine **gute Abgangsgruppe**, da die **konjugierte Säure sehr stark** ist (je schwächer eine Base, umso stärker die konjugierte Säure und HBr ist sogar stärker als HCl(!) und die *Basizität ist indirekt proportional zur Qualität als Abgangsgruppe*)

## Nachprotokoll

Die Lösung erhält eine milchige Trübung.

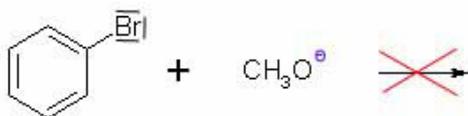
## Versuch 3.4: Nukleophilie und Basizität

### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

**Brombenzol** 10 Tropfen Xi, N  
**R20/21/22** Gesundheitsschädlich beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut  
**R36/37/38** Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut  
 S16-26-36

sonst wie 3.3

### 2. Reaktionsgleichungen



### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- Brombenzol kann nicht nukleophil angegriffen werden, da es resonanzstabilisiert ist und einen großen Elektronenüberschuss besitzt

## Nachprotokoll

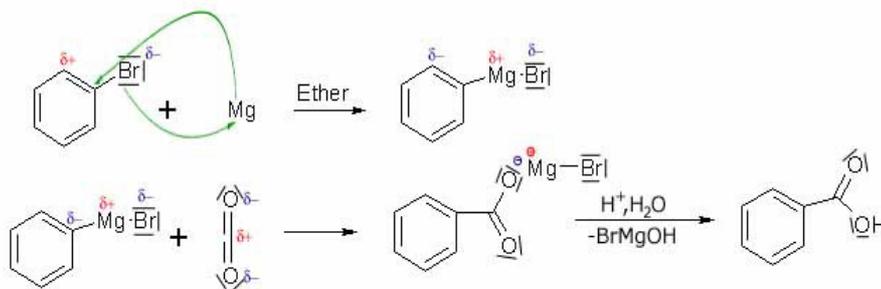
Es findet keine erkennbare Reaktion statt.

## Versuch 3.5: Synthese mit Grignard-Reagenzien

### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

|                       |   |        |
|-----------------------|---|--------|
| <b>Brombenzol</b>     | 1 ml<br>siehe 3.4   |        |
| <b>Diethylether</b>   | 5 ml<br><b>R20/21/22</b> Gesundheitsschädlich beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut<br><b>R36/37/39</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br><b>R19</b> Kann explosionsfähige Peroxide bilden<br>S16-3/7-29-33-37/39 | F+, Xn |
| <b>Magnesiumspäne</b> | 0,1 g<br><b>R15</b> Reagiert mit Wasser unter Bildung hochentzündlicher Gase<br>S7-8-43-36/37/39  | F      |
| <b>Salzsäure</b>      | 5 ml verd.<br><b>R34</b> Verursacht Verätzungen<br><b>R14</b> Reagiert heftig mit Wasser<br>S26-27-36/37/39-23  | C      |

### 2. Reaktionsgleichungen



### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- **Halogenarene** reagieren mit **Magnesium** zu **Alkylmagnesiumhalogeniden** (Grignard-Reagenzien)
- metallorganische Verbindungen (**Grignard-Reagenzien**) addieren **nukleophil** an Carbonylverbindungen

⇒ Synthese von Carbonsäuren aus CO<sub>2</sub>

## Nachprotokoll

Nach Zugabe der Reagenzien ist leichte Blasenbildung und Erwärmen zu beobachten. Die Lösung wird tiefblau. Nach Zugabe von Trockeneis erfolgt heftiges Sprudeln. Mit Salzsäure klart die Lösung zum Teil auf, starke Blasenbildung. Die filtrierte Etherlösung verliert ihre braune Farbe beim Verdunsten. Es bleibt weiße Benzoesäure zurück.

Quellen: Breitmaier/Jung, Dane/Wille/Laatsch, Organikum, Beyer/Walter, Vollhardt/Schore

# Protokoll zum Praktikum in Organischer Chemie

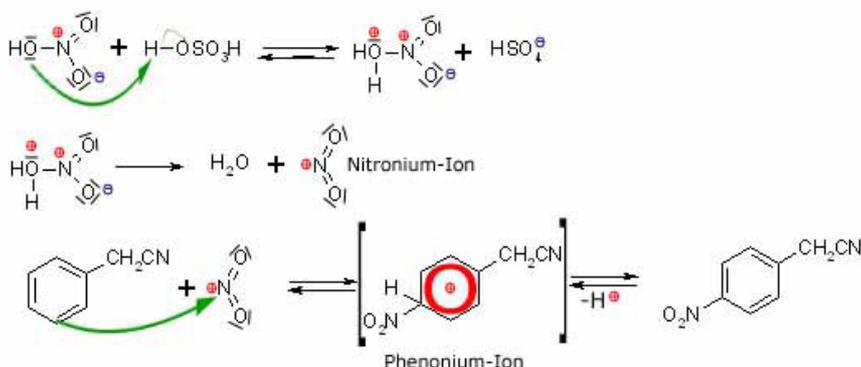
## 4. Kurstag

### Versuch 4.1: Darstellung von (4-Nitrophenyl)acetonitril aus Phenylacetonitril (Benzylcyanid)

#### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

|                      |   |      |
|----------------------|---|------|
| <b>Benzylcyanid</b>  | 23 ml<br><b>R23/24/25</b> Giftig beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut<br><b>R36</b> Reizt die Augen<br><b>R37</b> Reizt die Atmungsorgane<br><b>R38</b> Reizt die Haut<br>S45-26-27-36/37/39  | T    |
| <b>Ethanol</b>       | 120 ml<br><b>R20/22</b> Gesundheitsschädlich beim Einatmen und Verschlucken<br><b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br>S7-16-24-45  | F    |
| <b>Salpetersäure</b> | 65 ml<br><b>R8</b> Feuergefahr bei Berührung mit brennbaren Stoffen<br><b>R23/24/25</b> Giftig beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut<br><b>R34</b> Verursacht Verätzungen<br><b>R14</b> Reagiert heftig mit Wasser<br>S17-26-27-36/37/39 | O, C |
| <b>Schwefelsäure</b> | 65 ml<br><b>R49</b> Kann Krebs erzeugen beim Einatmen<br><b>R23</b> Giftig beim Einatmen<br><b>R34</b> Verursacht Verätzungen<br>S45-36/37/39-23  | C    |

#### 2. Reaktionsgleichungen



#### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- Salpetersäure bildet Nitronium-Ion nur im sauren Bereich, weshalb eine noch stärkere Säure zugegen sein muss; die Mischung aus Salpeter- und Schwefelsäure heißt "Nitriersäure"
- Nitriersäure substituiert schwach aktivierte Aromaten elektrophil in para-Stellung
- über den  $\pi$ -Komplex bildet sich im geschwindigkeitsbestimmenden Schritt das Phenonium-Ion

## Nachprotokoll

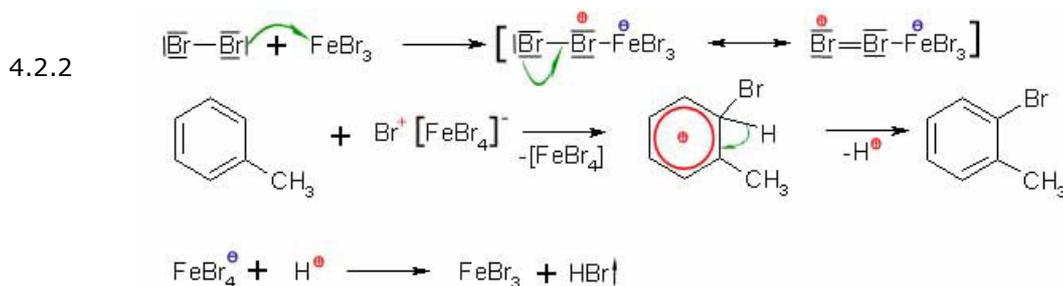
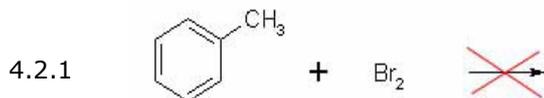
Die Mischung aus Schwefel- und Salpetersäure (Nitriersäure) nimmt eine gelbe Färbung an. Gießt man auf Eis, so fällt ein gelblicher Niederschlag aus, der sich in heißem Ethanol vollständig löst. Mit Abkühlen des Ethanols fallen Kristalle aus.

## Versuch 4.2: Bromierung

### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

|                   |  |         |
|-------------------|--|---------|
| <b>Brom</b>       | 1 ml<br><b>R8</b> Feuergefahr bei Berührung mit brennbaren Stoffen<br><b>R26</b> Sehr giftig beim Einatmen<br><b>R35</b> Verursacht schwere Verätzungen<br>S7/9-26-36/37/39-45 | T, C, N |
| <b>Toluol</b>     | 2 ml<br><b>R23/24/25</b> Giftig beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut<br>S16-45-26-36/37/39   | F, Xn   |
| <b>Eisenspäne</b> | 1 Spatelspitze<br><b>R25</b> Giftig beim Verschlucken<br><b>R36</b> Reizt die Augen<br>S45-26-36/37/39   |         |

### 2. Reaktionsgleichungen



### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- zur Bildung des Elektrophils benötigt man einen **Katalysator** (LEWIS-Säure), um die kovalente Br-Br-Bindung aufzupolarisieren
- die Br-Br-Bindung wird erst bei Bildung des Phenonium-Ions heterolytisch gespalten
- Aufgrund des **(+)-I-Effektes** wird der Zweitsubstituent nach **ortho und para dirigiert**

## Nachprotokoll

Beim Erwärmen steigen Dämpfe auf, die das Indikatorpapier rot färben.

## Aufgabe 4.3: Sulfonierung

### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

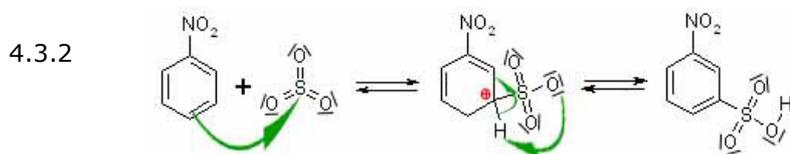
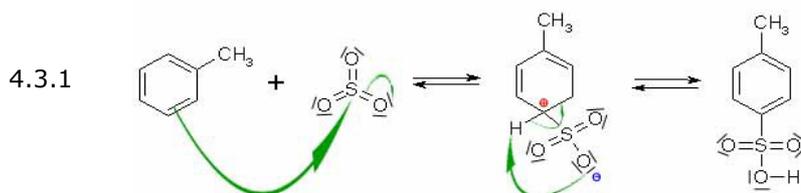
**Nitrobenzol** **R26/27/28** Sehr giftig beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut T, N  
**R33** Gefahr kumulativer Wirkungen  
**R36/37/38** Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut  
 S45-26-36/37/39-23

**p-Toluolsulfonsäure** **R36/37/38** Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut  
 S26-37

**Schwefelsäure** siehe 4.1

**Toluol** siehe 4.2

### 2. Reaktionsgleichungen



### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- **Toluol** wird elektrophil in **para-Stellung** substituiert, da -CH<sub>3</sub> aufgrund von **(+)-I-Effekten** aktivierend wirkt (**Substituent 1.Ordnung**)
- **Nitrobenzol** wird aufgrund des **(-)-M- und (-)-I-Effektes** der -NO<sub>2</sub>-Gruppe desaktiviert; Substitution erfolgt also in **meta-Stellung** (**Substituent 2.Ordnung**)

# Protokoll zum Praktikum in Organischer Chemie

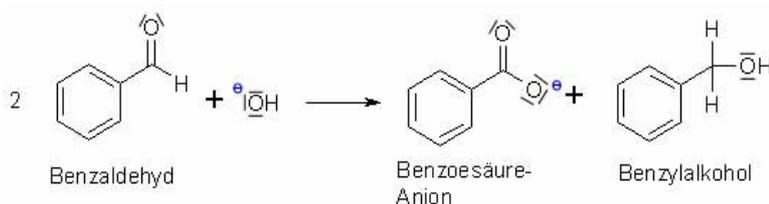
## 5. Kurstag

### Versuch 5.1: Darstellung von Benzoesäure und Benzylalkohol aus Benzaldehyd (Cannizzaro-Reaktion)

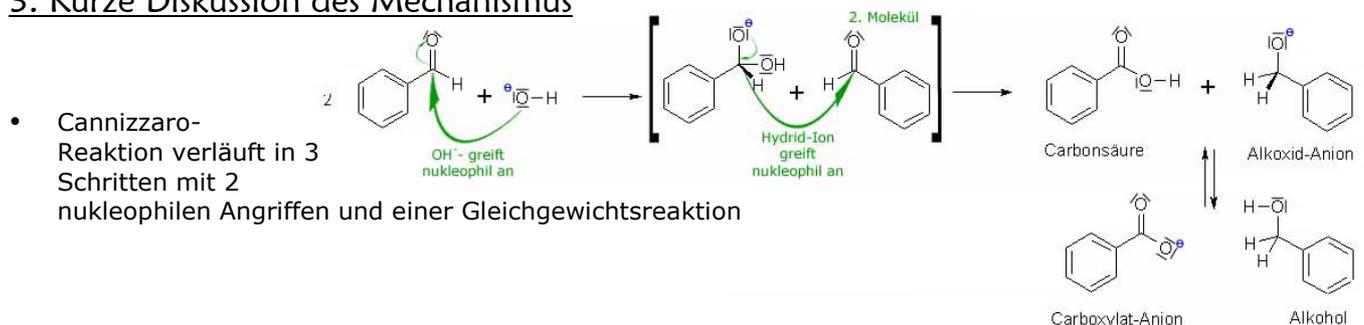
#### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

|                        |  |        |
|------------------------|--|--------|
| <b>Benzaldehyd</b>     | 20 g<br><b>R22</b> Gesundheitsschädlich beim Verschlucken<br><b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br><b>R42/43</b> Sensibilisierung durch Einatmen und Hautkontakt möglich<br><b>R40</b> Irreversibler Schaden möglich<br>S26-36     | Xn     |
| <b>Diethylether</b>    | 50 ml + 50 ml<br><b>R20/21/22</b> Gesundheitsschädlich beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut<br><b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br><b>R19</b> Kann explosionsfähige Peroxide bilden<br>S16-3/7-29-33-37/39 | F+, Xn |
| <b>Kaliumhydroxid</b>  | 18 g<br><b>R34</b> Verursacht Verätzungen<br><b>R20/21/22</b> Gesundheitsschädlich beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut<br>S26-37-36/37/39   | C      |
| <b>Natriumcarbonat</b> | <b>R20/21/22</b> Gesundheitsschädlich beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut<br>S26-36/37/39-22  | Xi     |
| <b>Natriumsulfat</b>   | <b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br>S26-36   |        |
| <b>Salzsäure</b>       | <b>R34</b> Verursacht Verätzungen<br><b>R14</b> Reagiert heftig mit Wasser<br>S26-27-36/37/39-23   | C      |

#### 2. Reaktionsgleichungen



#### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus



## Nachprotokoll

Benzaldehyd + KOH + Wasser → weiße Trübung

nächster Tag + H<sub>2</sub>O → Trübung löst sich → **gelb**

nach 2-maligem Ausschütteln: 2 Phasen

Phase 1: mit conc. HCl → kühlen → Benzoesäure (weiß) fällt aus

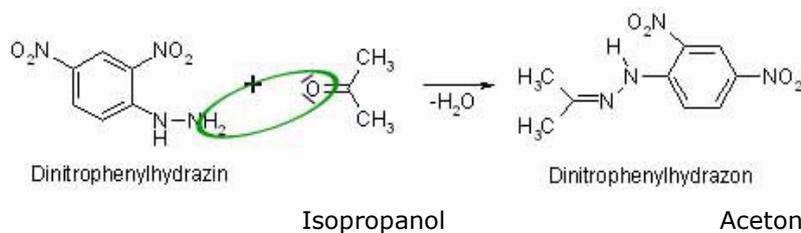
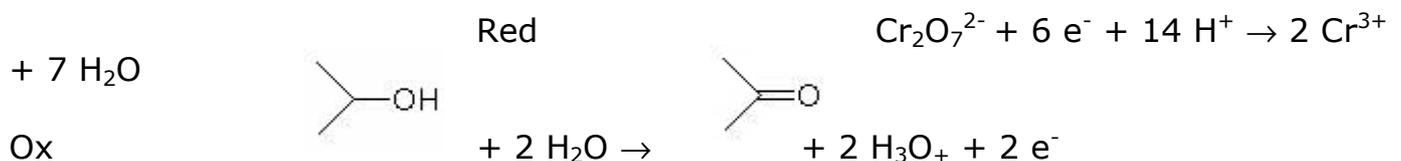
Phase 2: + Bisulfitlsg. + Sodalsg. → kochen → klare Flüssigkeit → rotationsverdampfen → klarer Benzylalkohol

## Versuch 5.2: Oxidation von Carbonylverbindungen

### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

|                              |  |       |
|------------------------------|--|-------|
| <b>Dinitrophenylhydrazin</b> | 5 ml   | Xn    |
|                              | <b>R5</b> Beim Erwärmen explosionsfähig  |       |
|                              | <b>R20/21/22</b> Gesundheitsschädlich beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut |       |
|                              | <b>R43</b> Sensibilisierung durch Hautkontakt möglich  |       |
|                              | <b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut                                 |       |
|                              | S16  |       |
| <b>Isopropanol</b>           | 1 ml   | F, Xi |
|                              | <b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut                                 |       |
|                              | <b>R41</b> Gefahr ernster Augenschäden   |       |
|                              | S16-33-26-36   |       |
| <b>Kaliumchromat</b>         |  | T, N  |
|                              | <b>R8</b> Feuergefahr bei Berührung mit brennbaren Stoffen                                       |       |
|                              | <b>R45</b> Kann Krebs erzeugen   |       |
|                              | <b>R46</b> Kann vererbare Schäden verursachen  |       |
|                              | <b>R61</b> Kann das Kind im Mutterleib schädigen   |       |
|                              | <b>R41</b> Gefahr ernster Augenschäden   |       |
|                              | S17-26-27-36/37/39   |       |
| <b>Schwefelsäure</b>         | 20 Tropfen   | C     |
|                              | <b>R49</b> Kann Krebs erzeugen beim Einatmen   |       |
|                              | <b>R23</b> Giftig beim Einatmen  |       |
|                              | <b>R34</b> Verursacht Verätzungen  |       |
|                              | S45-36/37/39-23  |       |

### 2. Reaktionsgleichungen



### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- Aldehyde und Ketone können durch Oxidation von Alkoholen erhalten werden

- Aldehyde und Ketone reagieren mit Hydrazin unter Wasserabspaltung zu Hydrazon

## Nachprotokoll

Isopropanol + Kaliumchromat + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> conc. → grün (wg. Cr<sup>3+</sup>)  
 + H<sub>2</sub>O + 2,4-Dinitrophenylhydrazin → gelb

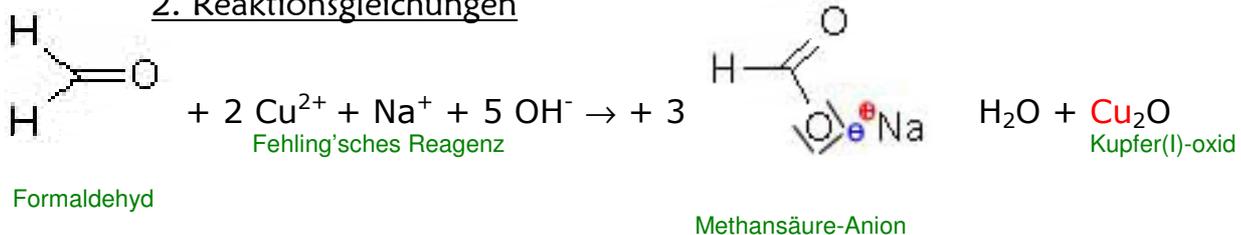
## Versuch 5.3: Fehling-Probe

### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

**Fehling'sche Lösung** 3 ml

**Formalin** 5 Tropfen T  
**R45** Kann Krebs erzeugen  
**R46** Kann vererbare Schäden verursachen  
**R23/24/25** Giftig beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut  
**R34** Verursacht Verätzungen  
**R42/43** Sensibilisierung durch Einatmen und Hautkontakt möglich  
 S45-26-36/37/39-51-1/2

### 2. Reaktionsgleichungen



### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- Aldehyde können im Gegensatz zu Ketonen zu Carbonsäure oxidiert werden, weshalb es typische RedOx-Reaktionen als Nachweis gibt

## Nachprotokoll

Fehling I u. II (1:1) + 5 Tropfen Formalin → erhitzen → roter Niederschlag (Cu<sub>2</sub>O)

## Versuch 5.4: Aldoladdition

### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

**Aceton** 0,5 ml F, Xi  
**R37/38** Reizt die Atmungsorgane und die Haut  
**R41** Gefahr ernster Augenschäden  
 S16-33-3/7-26-36

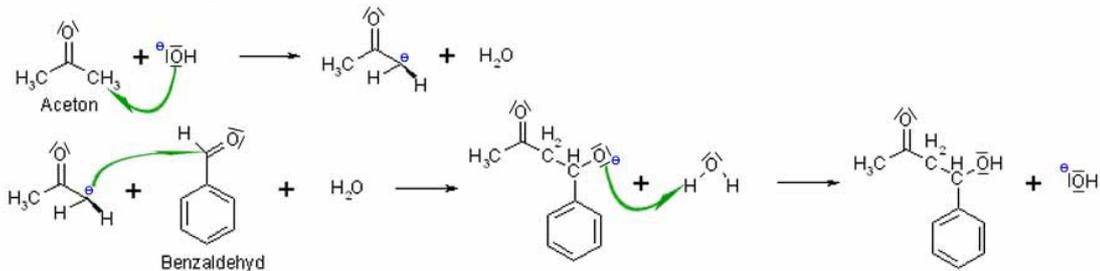
**Benzaldehyd** 1ml  
 siehe 5.1

**Ethanol** 3 ml  
**R20/22** Gesundheitsschädlich beim Einatmen und Verschlucken  
**R36/37/38** Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut  
 S7-16-24-45

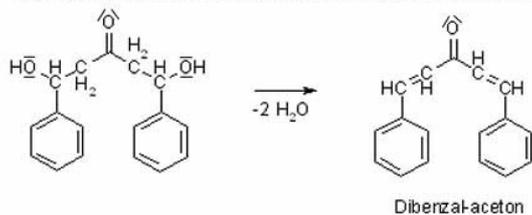
F

**Natriumhydroxid** siehe 5.1

## 2. Reaktionsgleichungen



Ebenso wird die zweite Methylgruppe des Acetons nun deprotoniert und mit Benzaldehyd kovalent verknüpft. Es entsteht:



## 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- Aldehyde und Ketone reagieren in alkalischen Lösungen zu  $\beta$ -Hydroxycarbonyl-Verbindungen ([Aldoladdition](#))
- durch Dehydratisierung entsteht eine  $\alpha,\beta$ -ungesättigte Carbonyl-Verbindung ([Aldolkondensation](#))

## Nachprotokoll

Benzaldehyd + Aceton + Ethanol + NaOH  $\rightarrow$  stehen lassen  $\rightarrow$  Trübung

# Protokoll zum Praktikum in Organischer Chemie

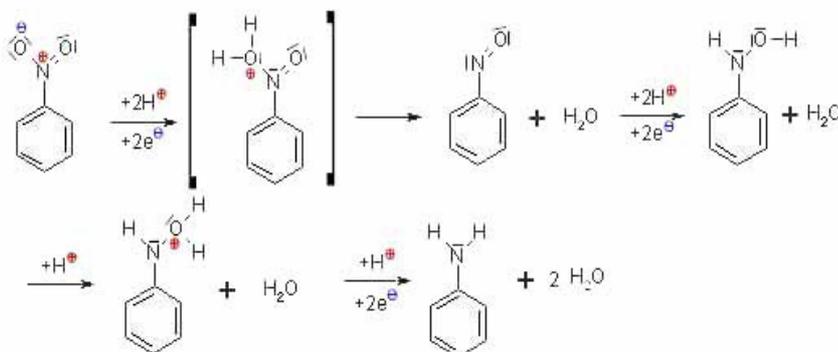
## 6. Kurstag

### Versuch 6.1: Darstellung von Anilin aus Nitrobenzol

#### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

|                        |  |        |
|------------------------|--|--------|
| <b>Anilin</b>          | <b>R23/24/25</b> Giftig beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut<br><b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br><b>R41</b> Gefahr ernster Augenschäden<br><b>R40</b> Irreversibler Schaden möglich<br>S45-26-36/37/39-23 | T, N   |
| <b>Diethylether</b>    | 25 ml<br><b>R20/21/22</b> Gesundheitsschädlich beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut<br><b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br><b>R19</b> Kann explosionsfähige Peroxide bilden<br>S16-3/7-29-33-37/39           | F+, Xn |
| <b>Natriumcarbonat</b> | <b>R20/21/22</b> Gesundheitsschädlich beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut<br>S26-36/37/39-22  | Xi     |
| <b>Nitrobenzol</b>     | <b>R20/21/22</b> Gesundheitsschädlich beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut<br>S26-36/37/39-22  | Xi     |
| <b>Salzsäure</b>       | 70 ml<br><b>R34</b> Verursacht Verätzungen<br><b>R14</b> Reagiert heftig mit Wasser<br>S26-27-36/37/39-23  | C      |
| <b>Zinn</b>            | 15 g<br><b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br>S16-33-26-36/37/39   | Xi     |

#### 2. Reaktionsgleichungen



#### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- Reduktion aromatischer Nitroverbindungen zu primären Aminen mit Zinn und Salzsäure

## Nachprotokoll

5 g Nitrobenzol + 15 g Zinn + 70 ml halbkonz. Salzsäure → 1 Stunde im Wasserbad → Abkühlen → Abgießen von ungelöstem Metall → Verdünnen mit Wasser → auserthern

↓

zur wässrigen Phase 50 ml Wasser + Natriumcarbonat → Aufschäumen → alkal. Reaktion

→ Zinncarbonat-Niederschlag (weiß) wird abgesaugt → cremig

## Versuch 6.2: Basizität von Aminen

### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

|                    |  |      |
|--------------------|--|------|
| <b>Diethylamin</b> | 0,5 ml<br><b>R34</b> Verursacht Verätzungen<br><b>R23/24/25</b> Giftig beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut<br><b>R42/43</b> Sensibilisierung durch Einatmen und Hautkontakt möglich<br>S16-45-26-36/37/39 | F, C |
| <b>Salzsäure</b>   | 5 ml<br>siehe 6.1  |      |



### 2. Reaktionsgleichungen

### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- Amine sind nukleophil, Protonenakzeptoren und bilden Ammonium-Ionen
- aromatische Amine sind schwächer basisch als aliphatische Amine, aber immer noch basischer als Ammoniak
- Basizität beruht auf **Elektronendruck der Alkylgruppe**, weswegen **höhere Substitution größere Basizität** bedeutet

## Nachprotokoll

Diethylamin in Wasser lösen → alkal. Reaktion gegen Indikatorpapier → **blau**

→ Erhitzen → + 5 ml verd. Salzsäure → kein Amin mehr in Dampfphase, Indikatorpapier **rot** (HCl)

## Versuch 6.3: Amine aus Arylammoniumsalzen

### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

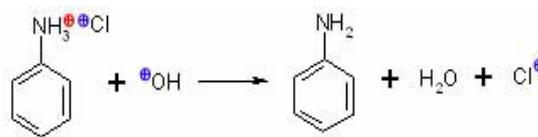
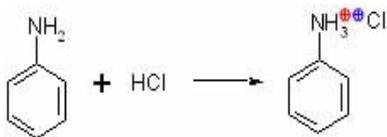
**Anilin** 0,5 ml  
siehe 6.1

**Natriumhydroxid** 5 ml (Lösung)  
**R34** Verursacht Verätzungen  
S-45-26-28-36/37/39

C

**Salzsäure** 5 ml  
siehe 6.1

### 2. Reaktionsgleichungen



### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- aus gutlöslichem Arylammoniumsalz kann mit Hilfe einer Base das Amin freigesetzt werden, welches aufgrund von hydrophoben Wechselwirkungen ölige Tropfen bildet

### Nachprotokoll

Wasser + Anilin → schütteln → Indikatorpapier grün → neutral  
→ + Salzsäure → klare Lösung  
↓ + verd. Natronlauge → ölige Tropfen

## Versuch 6.4: Darstellung von Methylorange (Diazotierung und Azo-Kupplung)

### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

**Dimethylanilin** 2,4 g  
**R45** Kann Krebs erzeugen  
**R23/24/25** Giftig beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut  
**R41** Gefahr ernster Augenschäden  
**R33** Gefahr kumulativer Wirkungen  
S45-26-36/37/39-23

T, N

**Natriumhydroxid** 10 ml (2N-Lösung)  
siehe 6.3

**Natriumnitrit** 1,6 g  
**R8** Feuergefahr bei Berührung mit brennbaren Stoffen  
**R25** Giftig beim Verschlucken  
**R20** Gesundheitsschädlich beim Einatmen  
**R36/37/38** Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut  
**R40** Irreversibler Schaden möglich  
S17-45-26-36/37/39

O, T, N

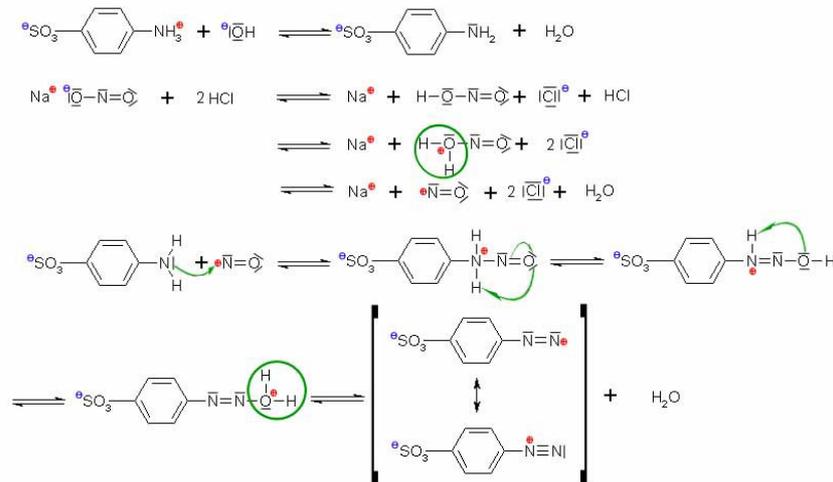
**Salzsäure** 10 ml  
siehe 6.1

**Sulfanilsäure** 4 g  
**R36/37/38** Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut  
S26-36

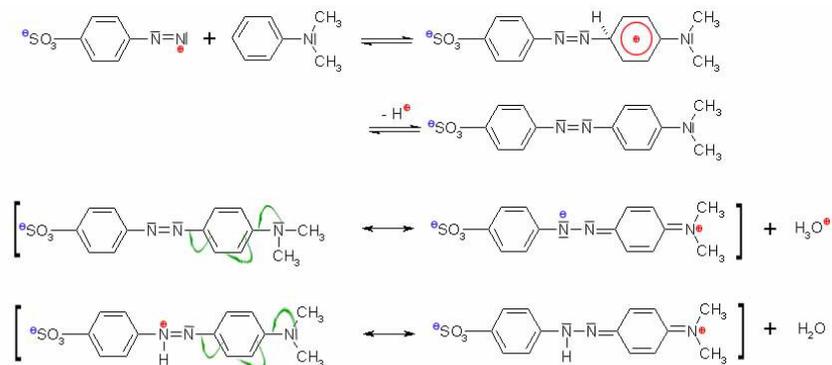
C

## 2. Reaktionsgleichungen

### 6.4.1



### 6.4.2



## 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- Aryldiazonium-Ion ist elektrophil, kann daher mit nukleophilen Aromaten unter Bildung der farbigen Azo-Arene reagieren (kuppeln) (**Azofarbstoffe**)

⇒ **Azo-Kupplung**

## Nachprotokoll

6.4.1 Sulfanilsäure + Natriumnitrit + Wasser + NaOH → Umrühren → klare Lösung (**braunorange**) → Kühlen + HCl (gekühlt) → klare Lösung (nur **dunkler**)

6.4.2 Dimethylanilin + HCl → Kühlen → + Diazoniumlösung + Natronlauge → Natriumsalz scheidet sich ab → Verdünnen mit Wasser → Erwärmen → Abkühlen → Natriumsalz des Helianths scheidet sich kristallin ab → Absaugen → Salz ist **orange**, wird im Säuren **rot**

Quellen: Breitmaier/Jung, Dane/Wille/Laatsch, Organikum, Beyer/Walter, Vollhardt/Schore

# Protokoll zum Praktikum in Organischer Chemie

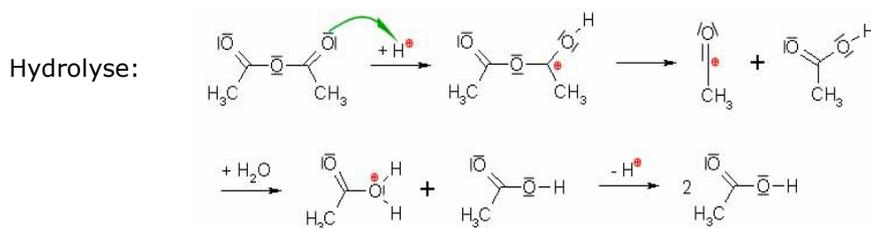
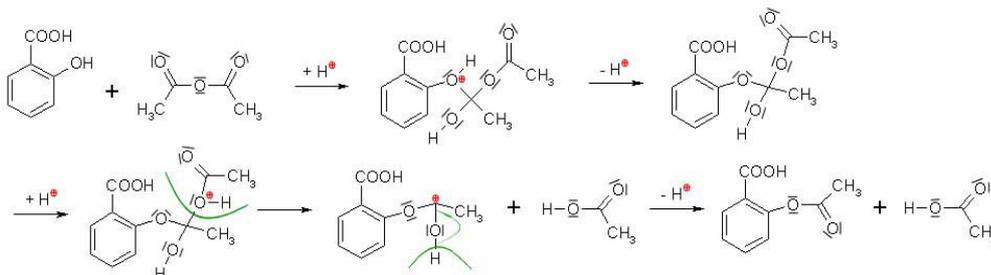
## 7. Kurstag

### Versuch 7.1: Veresterung von Salicylsäure zu Acetylsalicylsäure

#### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

|                           |   |    |
|---------------------------|---|----|
| <b>Essigsäureanhydrid</b> | <b>5 ml</b><br><b>R34</b> Verursacht Verätzungen<br><b>R20/21/22</b> Gesundheitsschädlich beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut<br>S16-26-36/37/39-23                                      | C  |
| <b>Salicylsäure</b>       | <b>3,5 g</b><br><b>R61</b> Kann das Kind im Mutterleib schädigen<br><b>R22</b> Gesundheitsschädlich beim Verschlucken<br><b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br>S45-26-36/37/39-22 | Xn |
| <b>Schwefelsäure</b>      | <b>5 Tropfen</b><br><b>R49</b> Kann Krebs erzeugen beim Einatmen<br><b>R23</b> Giftig beim Einatmen<br><b>R34</b> Verursacht Verätzungen<br>S45-36/37/39-23   | C  |

#### 2. Reaktionsgleichungen



#### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- **Carbonsäuren** reagieren mit **Alkoholen** zu **Carbonsäureestern** und **Wasser** (säurekatalysiert)
- säurekatalysierte Veresterung (oder auch die Verseifung) ist meist eine Folge von **Gleichgewichtsreaktionen**
- durch Veresterung der **Salicylsäure** als Phenol mit **Acetanhydrid** erhält man z. B. das Analgetikum **Acetylsalicylsäure**, einen Arylester der Essigsäure

## Nachprotokoll

Essigsäureanhydrid + Salicylsäure + Schwefelsäure → weiß und relativ fest  
 → 30 min erwärmen → weißer Feststoff  
 → Abkühlen und Verdünnen → Wasser mit weißem Niederschlag  
 → Absaugen und Waschen → weiße Acetylsalicylsäure (fest)

## Versuch 7.2: Verseifung von Olivenöl

### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

**Olivenöl** 5 ml

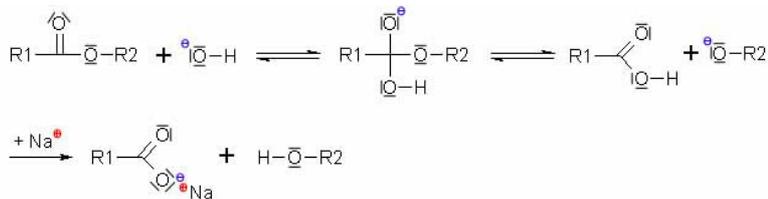
**Natronlauge** 5ml  
**R34** Verursacht Verätzungen  
 S45-26-28-36/37/39

C

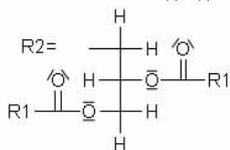
**Ethanol** 10 ml  
**R20/22** Gesundheitsschädlich beim Einatmen und Verschlucken  
**R36/37/38** Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut  
 S7-16-24-45-33

F

### 2. Reaktionsgleichungen



R1 =  $-(\text{CH}_2)_8-\underset{\text{H}}{\text{C}}=\underset{\text{H}}{\text{C}}-(\text{CH}_2)_6-\text{CH}_3$  (Ölsäure)



### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- Pendant zur säurekatalysierten Veresterung
- Folge von Gleichgewichtsreaktionen

! Glycerolester langkettiger Carbonsäuren nennt man Fette (Öle)  
 ! Verfahren der Hydrolyse von Estern dient der Gewinnung von Seifen

## Nachprotokoll

Olivenöl + NaOH + Wasser/Ethanol → gelbe, "öliger" Emulsion  
 → Erhitzen → Sprudeln und leichte Schaumbildung  
 → Abkühlen → feste, schmierige Seife  
 → Absaugen und Trocknen → feste Seife (**gelbbraun**)

Lösen in H<sub>2</sub>O → Schütteln → Schaumbildung

## Versuch 7.3: Acidität von Alkoholen, Phenolen

### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

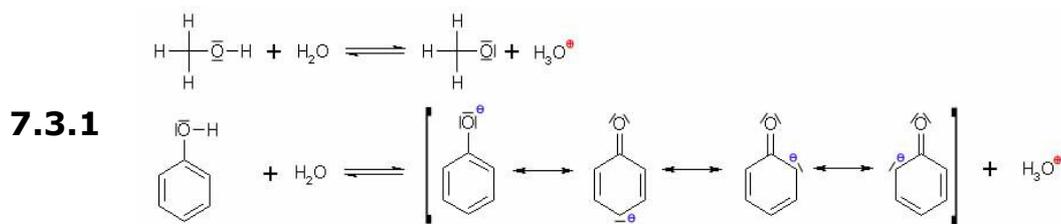
**Methanol** 1 ml C  
**R23/25** Giftig beim Einatmen und Verschlucken  
**R36/38** Reizt die Augen und die Haut  
 S7-16-24-45-33

**Phenol** 1 Spatelspitze T  
**R23/24/25** Giftig beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut  
**R34** Verursacht Verätzungen  
 S45-26-27-36/37/39

**Phenolphthalein** einige Tropfen

**Natronlauge** 2 Tropfen  
 siehe 7.2

### 2. Reaktionsgleichungen



### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- infolge nicht bindender Elektronenpaare am O-Atom sind Alkohole Protonenakzeptoren (auch: Elektronenpaardonatoren: LEWIS-Säuren)
- ggü. Alkali- und Erdalkalimetallen (wie Natrium) reagieren Alkohole als Säuren unter Bildung von Alkoholaten (siehe 7.4)
- Phenole sind erheblich stärkere Säuren als Alkohole (beruht auf Mesomerie)

### Nachprotokoll

7.3.1 pH(Phenol)  $\approx$  4  
 pH(Methanol)  $\approx$  7

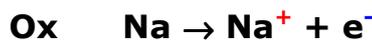
7.3.2 **rotes** Phenolphthalein + OH<sup>-</sup> → **rot**  
 → + Phenol → Entfärben  
 oder  
 → + Methanol → immer noch **rot**

## Versuch 7.4: Acidität von Alkoholen

### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

|                |   |      |
|----------------|---|------|
| <b>Ethanol</b> | 5 ml<br>siehe 7.2   |      |
| <b>Natrium</b> | kleines Stückchen<br><b>R34</b> Verursacht Verätzungen<br><b>R14/15</b> Reagiert heftig mit Wasser unter Bildung hochentzündlicher Gase<br>S16-26-27-36/37/39 | F, C |

### 2. Reaktionsgleichungen



### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- Alkohole sind als äußerst schwache Säuren aufzufassen, in denen das H-Atom der OH-Gruppe durch Metalle, z. B. Natrium, ersetzt werden kann
- Alkohole zeigen demnach ein dem Wasser ähnliches Verhalten
- die salzartigen Verbindungen nennt man Alkoholate, die jedoch nur unter Ausschluss von Feuchtigkeit beständig sind und mit Wasser zu dem betreffenden Alkohol und dem Metallhydroxid reagieren

### Nachprotokoll

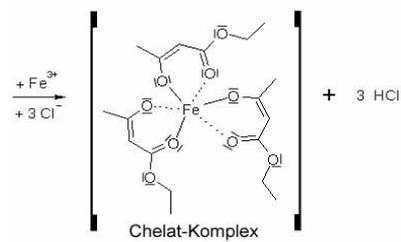
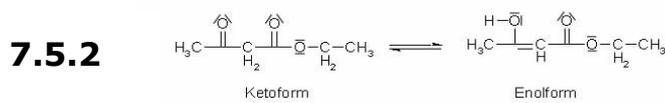
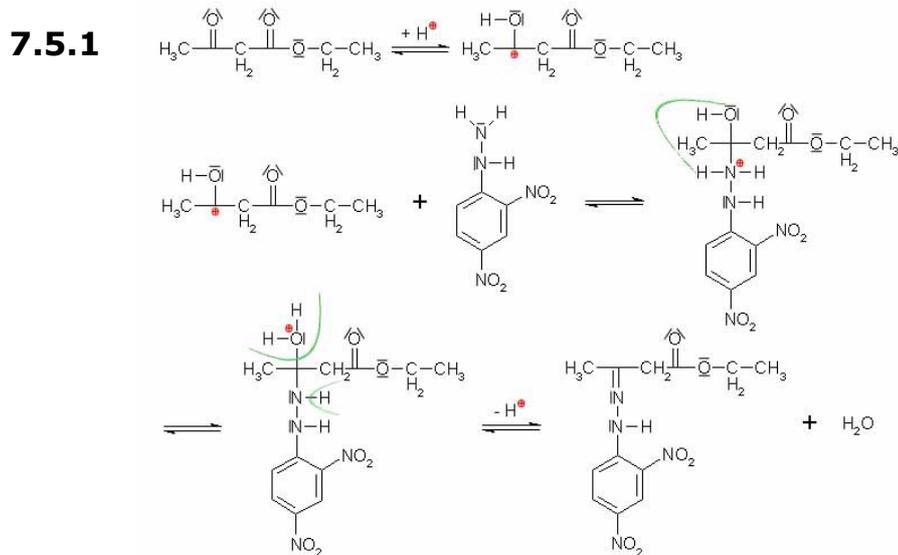
Ethanol + Natrium → Sprudeln bis Na-Metall vollständig gelöst

## Versuch 7.5: SCHIFFsche Basen

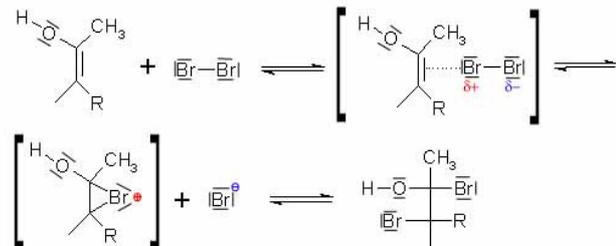
### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

|                                  |   |         |
|----------------------------------|---|---------|
| <b>Acetessigester</b>            | 2 Tropfen und 5 Tropfen<br><b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br><b>R41</b> Gefahr ernster Augenschäden<br>S26-36   | Xi      |
| <b>2,4-Dinitrophenylhydrazin</b> | 3 ml<br><b>R5</b> Beim Erwärmen explosionsfähig<br><b>R20/21/22</b> Gesundheitsschädlich beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut<br><b>R43</b> Sensibilisierung durch Hautkontakt möglich<br><b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br>S16 | Xn      |
| <b>Brom</b>                      | <b>R8</b> Feuergefahr bei Berührung mit brennbaren Stoffen<br><b>R26</b> Sehr giftig beim Einatmen<br><b>R35</b> Verursacht schwere Verätzungen<br>S7/9-26-36/37/39   | T, C, N |

## 2. Reaktionsgleichungen



### Bromentfärben:



## 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- SCHIFFSche-Basen bilden sich z. B. aus Acetessigethylester und primären Aminen unter Wasserabspaltung; Grund: CH-Acidität der  $\beta$ -Oxocarbonsäureester
- Keto-Enol-Tautomerie des Acetessigesters: Nachweis der Enol-Form über Entfärben einer Bromlösung, sowie Bildung eines Eisen(III)-Chelats (rot)

## Nachprotokoll

7.5.1 Acetessigester + Dinitrophenylhydrazin  $\rightarrow$  orangegelbe Lösung  $\rightarrow$  Warten  $\rightarrow$  gelber Feststoff

7.5.2 Acetessigester + Wasser + Eisen(III)-chlorid  $\rightarrow$  rot + Br  $\rightarrow$  gelb  $\rightarrow$  rot  
 + Br  $\rightarrow$  gelb  $\rightarrow$  rot  
 + Br ...

# Protokoll zum Praktikum in Organischer Chemie

## 8. Kurstag

### Versuch 8.1: Ionische Polymerisation von Caprolactam

#### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

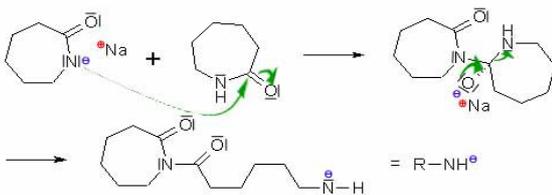
|                            |   |      |
|----------------------------|---|------|
| <b>Caprolactam</b>         | 5 g   |      |
|                            | <b>R23</b> Giftig beim Einatmen   |      |
|                            | <b>R21/22</b> Gesundheitsschädlich beim Verschlucken und bei Berührung mit der Haut |      |
|                            | <b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut                    |      |
|                            | <b>R43</b> Sensibilisierung durch Hautkontakt möglich                               |      |
|                            | S36-22  |      |
| <b>Natrium</b>             | 0,1 g   | F, C |
|                            | <b>R34</b> Verursacht Verätzungen   |      |
|                            | <b>R14/15</b> Reagiert heftig mit Wasser unter Bildung hochentzündlicher Gase       |      |
|                            | S16-26-27-36/37/39  |      |
| <b>Toluylendiisocyanat</b> | 5 Tropfen   | T+   |
|                            | <b>R45</b> Kann Krebs erzeugen  |      |
|                            | <b>R46</b> Kann vererbare Schäden verursachen                                       |      |
|                            | <b>R26</b> Sehr giftig beim Einatmen  |      |
|                            | <b>R42/43</b> Sensibilisierung durch Einatmen und Hautkontakt möglich               |      |
|                            | S23-26-28-38-45   |      |

#### 2. Reaktionsgleichungen

1) Bildung des Lactamanions mit Na



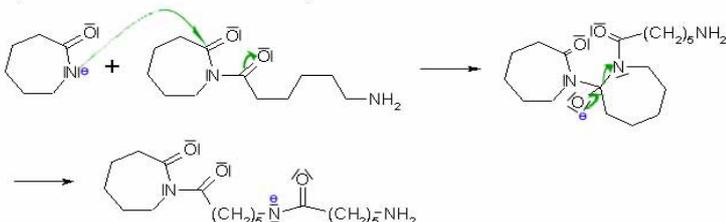
2) Angriff des Anions an Lactam-Monomer



3) Kettenwachstum durch Bildung weiterer Lactamanionen



4) Kettenwachstumsreaktion der N-acylierten Lactame mit den Lactamanionen



### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- anionische Polymerisationen werden durch Anionen gestartet
- Kettenabbrüche kommen durch zugesetzte polare Verbindungen zustande

### Nachprotokoll

Caprolactam + Natrium → Erwärmen → klare Schmelze → bei 90° bis 100° → stürmische Reaktion mit aufsteigenden weißen Dämpfen → goldgelbe Schmelze  
 → + Toluylendiisocyanat → Erhitzen + später Kühlen → Polymer wird fest (steinhart)

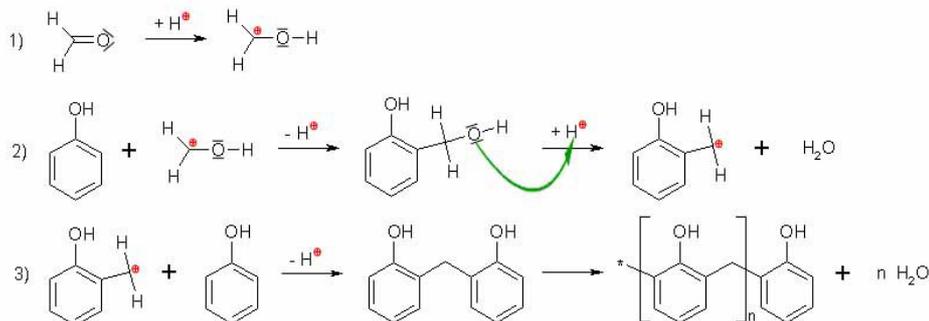
## Versuch 8.2: Polykondensation von Phenol und Formalin

### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

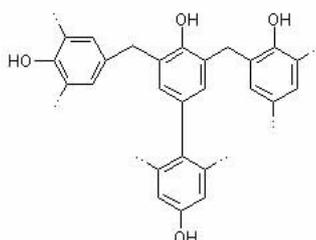
|                  |   |   |
|------------------|---|---|
| <b>Formalin</b>  | 0,5 ml und 5 ml<br><b>R45</b> Kann Krebs erzeugen<br><b>R46</b> Kann vererbare Schäden verursachen<br><b>R23/24/25</b> Giftig beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut<br><b>R34</b> Verursacht Verätzungen<br><b>R42/23</b> Sensibilisierung durch Hautkontakt möglich<br>S36-22 | T |
| <b>Phenol</b>    | 1 g<br><b>R23/24/25</b> Giftig beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut<br><b>R34</b> Verursacht Verätzungen<br>S45-26-27-36/37/39  | T |
| <b>Salzsäure</b> | 2 ml<br><b>R34</b> Verursacht Verätzungen<br><b>R14</b> Reagiert heftig mit Wasser<br>S17-26-27-36/37/39  | C |

### 2. Reaktionsgleichungen

#### 8.2.1



#### 8.2.2



es entsteht hier ein weiter verzweigtes Polymer

### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- Phenoplaste entstehen durch Polykondensation von Phenolen mit Formaldehyd
  - elektrophile Substitution der Phenole durch Formaldehyd
  - Wasserabspaltung der hydroxymethylierten Phenole
  - Chinonmethin verknüpft sich mit weiterem Phenol
- im Überschuss Formaldehyd können verzweigte Polymere entstehen

### Nachprotokoll

8.2.1 Phenol + Wasser + Formalin + Salzsäure → Erhitzen → + 10 ml Wasser → Kühlen → bernsteinfarbener, harziger Tropfen → + Essigester → Tropfen verschwindet

8.2.2 wie oben, jedoch ist der Tropfen fest + Essigester → Tropfen löst sich nicht

## Versuch 8.3: Polykondensation von Harnstoff und Formalin

### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

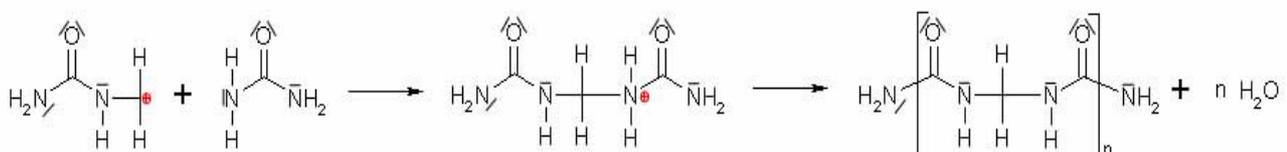
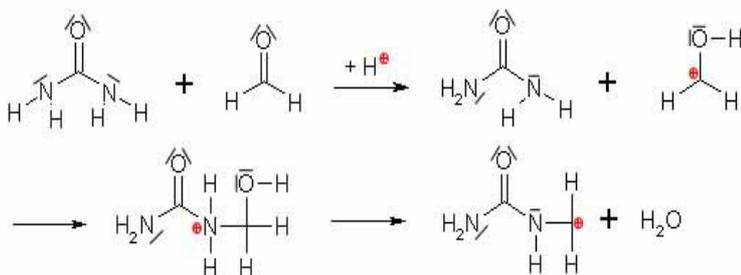
**Formalin** 2 ml  
siehe 8.2

**Harnstofflsg.** 2 ml  
**R40** Irreversibler Schaden möglich  
**R36/37/38** Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut  
S26-36-22

**Schwefelsäure** 5 Tropfen C  
**R49** Kann Krebs erzeugen beim Einatmen  
**R23** Giftig beim Einatmen  
**R34** Verursacht Verätzungen  
S45-36/37/39-23

**Essigsäureethylester** 5 ml F  
**R36/37/38** Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut  
S16-33-26-36

### 2. Reaktionsgleichungen



### 3. Kurze Diskussion des Mechanismus

- Aminoplaste sind Kondensationsprodukte aus Formaldehyd und Harnstoff-Derivaten
  - 1) Aminogruppen werden durch Formaldehyd hydroxymethyliert
  - 2) Hydroxymethylharnstoff polykondensiert zu einer Polyharnstoff-Kette
- auch hier können Ketten durch überschüssiges Formaldehyd vernetzt werden

### Nachprotokoll

Harnstoff + Wasser + Formalin + Schwefelsäure → feste, weiße Masse

## Versuch 8.4: Darstellung eines Polyamids aus Diamin und Dicarbonsäurechlorid

### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

#### Azobenzol

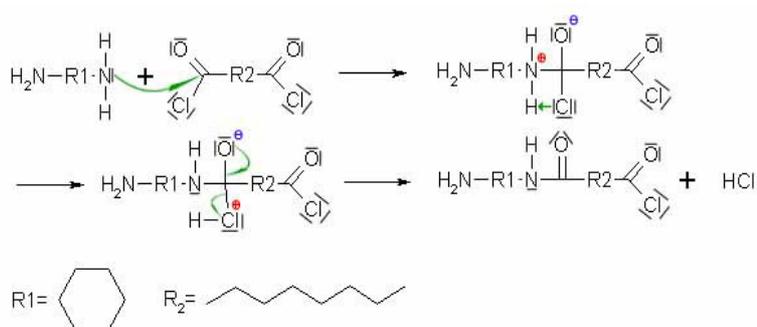
**Hexamethyldiamin** 1 g

**Natriumhydroxid** 1 g C  
**R34** Verursacht Verätzungen  
 S45-26-28-36/37/39

**Sebacinsäuredichlorid** 1 ml C  
**R34** Verursacht Verätzungen  
 S26-27-36/37/39

**Tetrachlorethylen** 50 ml Xn, N  
**R40** Irreversibler Schaden möglich  
**R51/53** Giftig für Wasserorganismen, kann in Gewässern längerfristig schädliche Wirkungen haben  
 S23-36/37-61

### 2. Reaktionsgleichungen





# Protokoll zum Praktikum in Organischer Chemie

## 9. Kurstag

### Versuch 9.1: Trennung der Farbstoffe aus Kugelschreiberpaste

#### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

|                   |  |       |
|-------------------|--|-------|
| <b>Chloroform</b> | <b>R45</b> Kann Krebs erzeugen<br><b>R46</b> Kann vererbare Schäden verursachen<br><b>R22</b> Gesundheitsschädlich beim Verschlucken<br><b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br><b>R48/20/22</b> Gesundheitsschädlich: Gefahr ernster Gesundheitsschäden bei längerer Exposition durch Einatmen, Berührung mit der Haut und durch Verschlucken<br>S45-26-36/37/39-23 | Xn    |
| <b>Eisessig</b>   | <b>R35</b> Verursacht schwere Verätzungen<br><b>R21</b> Gesundheitsschädlich bei Berührung mit der Haut<br>S16-45-26-36/37/39  | C     |
| <b>n-Butanol</b>  | <b>R20/21/22</b> Gesundheitsschädlich beim Einatmen, beim Verschlucken und bei Berührung mit der Haut<br>S16-26-36   | Xi    |
| <b>Toluol</b>     | <b>R23/24/25</b> Giftig beim Einatmen, Verschlucken und bei Berührung mit der Haut<br>S16-45-26-36/37/39   | F, Xn |

#### 2. Reaktionsgleichungen und kurze Diskussion der Mechanismen

- Kugelschreiber + Chloroform in 3 verschiedenen Konzentrationen

#### Nachprotokoll

Kugelschreiberpaste wird in Chloroform gelöst → blau und in 3 versch. Konzentrationen auf einer Linie 2 cm über dem unteren Plattenrand auf eine Dünnschichtplatte (Kieselgel, 0,25 mm) aufgetragen

Entwicklung der Platten erfolgt in Trennkammern mit n-Butanol als Laufmittel

Höhe des Lösungsmittelspiegels: 1cm

dann: Warten → nach 15 cm werden die Chromatogramme aus der Kammer genommen

### Versuch 9.2: Trennung der Paprikafarbstoffe

#### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

|                     |  |   |
|---------------------|--|---|
| <b>Essigester</b>   | 100 ml<br><b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br>S16-33-26-36 | F |
| <b>Kieselgel</b>    | 40 -50 g   |   |
| <b>Paprika-Lsg.</b> | 2 ml   |   |

|                    |   |       |
|--------------------|---|-------|
| <b>Petrolether</b> | 150 ml + 50 ml<br><b>R23/25</b> Giftig beim Einatmen und Verschlucken<br><b>R36/37/38</b> Reizt die Augen, die Atmungsorgane und die Haut<br>S16-3/7-26-62-36 | F, Xn |
| <b>Toluol</b>      | 100 ml + 100 ml<br>siehe 9.1  |       |

## 2. Reaktionsgleichungen und kurze Diskussion der Mechanismen

- Trennung der Paprikafarbstoffe mittels
  - Trennsäule
  - Kieselgel + Petrolether → Blasenentwicklung
  - Seesand
 und - Paprikalösung

Aufspaltung: Eluation erfolgt durch Zugabe von Laufmittel steigender Polarität

### Nachprotokoll

Kieselgel + Petrolether → Schütteln bis keine Luftblasen mehr entweichen

→ Trennsäule → Petrolether wird abgelassen

→ Kieselgel mit Bestand überschichtet → Petrolether wird abgelassen

→ 2 ml Paprikafarbstoff werden auf eine Säule aufgebracht

→ Flüssigkeitsspiegel wird abgesenkt

→ Zugabe der Phasen: Petro : Toluol (1:1) → 1. gelbe Zone

Toluol → 2. gelbe Zone

Essigester : Toluol (1:1) → rote Zone

Essigester → rotgelbe Zone

→ 4 Zonen werden aufgefangen

→ rote Zone: Lösungsmittel wird abgezogen → Rückstand: UV-Spektrum in Chloroform messen

→ Rückstand + konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> → Umschlagen von rot nach blau

## Versuch 10: Chromatographische Trennung (DC) von Aminosäuren aus einem Albumin-Hydrolysat

### 1. Edukte und Produkte in Mengen und R- und S-Sätzen

#### **Albuminhydrolysat**

#### **Bariumhydroxid**

#### **Stickstoff**

**Butanol/Eisessig** siehe 9.1

#### **Ninhydrinlösung**

### 2. Reaktionsgleichungen und kurze Diskussion der Mechanismen

- Aminosäuren werden auf Dünnschichtplatte aufgetragen

Trägermaterial: Kieselgel

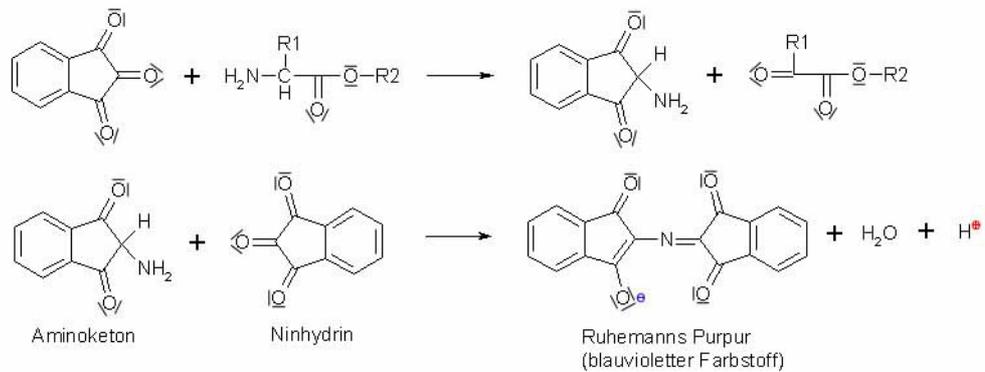
Schichtdicke: 0,25 mm

Laufmittel: Butanol : Eisessig : H<sub>2</sub>O - (4:1:1)

Vergleichsubstanzen: Glycin, Valin, Alanin, Tyrosin, Leucin

Dünnschichtchromatographie: - Adsorptionschromatographie  
 - höhere Trennschärfe, kürzere Trennzeiten  
 - Trennschärfe abhängig von der Polarität des Fließmittels  
 - Sichtbarmachung: Ninhydrin

### Ninhydrin-Reaktion:



### Nachprotokoll

- Auftragen des Aminosäuregemisches auf Dünnschichtplatte
- Auftragen der Vergleichssubstanzen
- Warten → Markieren der Lösungsmittelfront
- Trocknen → Besprühen mit Ninhydrinlösung
- Trocknen → violette Flecken