

Hinweise zur Erstellung der Versuchsprotokolle im OPL-1-Praktikum

Generell: Schriftart Times New Roman, Schriftgrad 12, Zeilenabstand 1.5, Blocksatz
alle im Protokoll auftauchenden Moleküle werden fortlaufend durchnummeriert
Atomlabel in Arial
Bindungswinkel sp^2 120° , sp 180° , über den Reaktionspfeil Reagenzien,
darunter Reaktionsbedingungen wie Lösungsmittel, Temperatur etc. Das
Produkt wird mit der Molmasse in eckigen Klammern auf zwei
Nachkommastellen versehen (damit später die Rechnung zur Ausbeute
nachzuvollziehen ist):

Kopfzeile mit Praktikum, Name, Datum,

Überschrift (fett):

Darstellung von *Präparatname* nach IUPAC-Nomenklatur

- Platzhalter wie N, O und S werden kursiv geschrieben (z.B: *N,N*-Diethylanilin)
- ortho/meta/para sowie cis/trans/endo/exo werden kursiv geschrieben, ebenso
n/tert/iso/neo/sec (z.B: *o*-Chlortoluol, *tert*-Butylchlorid), auch R und S nach
Cahn/Ingold/Prelog (z.B: (*R*)-2-Butanol) ebenso kursiv
- D und L von Zuckern und Aminosäuren werden als Kapitälchen geschrieben (z.B: D-
Fructose, L-Phenylalanin (in Word Strg+Shift+Q drücken)
- Nicht blind auf Benennungsprogramme vertrauen!

Zunächst eine kurze thematische Einführung

- Reaktionsgleichungen, Beschreibung der Synthese
- alle Strukturformeln im Protokoll werden fortlaufend durchnummeriert – man kann sich
im Text dann auf den Ether **4** beziehen, ohne immer lange IUPAC-Namen verwenden
zu müssen, diese Zahlen werden fett formatiert
- Diskussion des/der Reaktionsmechanismus/men
- Mechanismus wird durch Elektronenklapp-Pfeile angedeutet.
Der Mechanismus wird mit kurzem Fließtext erläutert.

Reaktionsgleichung erneut einfügen, bitte keine Überschrift wie *Reaktionsgleichung* o.ä.
darüberschreiben.

Dann die **Ansatzgröße** und die **eingesetzten Substanzen** tabellarisch, mit folgenden
Angaben:

Für Edukte und Reagenzien:

- Name des Stoffes nach IUPAC oder allgemeingebäuchliche Abkürzung wie DMAP,
AIBN etc. (eventuell mit Konzentration, das M für Molarität wird als Kapitälchen
geschrieben, z.B: BuLi, 1.4 M in *n*-Hexan)
- Molmasse und evtl. Dichte in eckigen Klammern dahinter (s. Muster!)
- eingesetzte Äquivalente, eingesetzte Stoffmenge
- eingesetzte Masse oder eingesetztes Volumen (bei Volumen die Dichte des Stoffes
mit angeben, es muss - ohne in den Chemikalienkatalog zu schauen! - alles mit
Taschenrechner nachrechenbar bleiben!)

Für Lösungsmittel und Trockenmittel etc:

- Name des Stoffes oder Summenformel
- Menge in mg oder g bzw. mL oder L

Bei Zahlenangaben werden stets 3 signifikante Stellen angegeben!!! Sehr wichtig, also 10.0 mL statt 10 mL oder 3.30 g statt 3.3 g. **Statt Komma wird ein Punkt verwendet.**

Ausnahmen: Molmasse und Dichte immer mit 2 Nachkommastellen. Außerdem wird das Volumen mit einer sinnvollen Genauigkeit angegeben, z.B. 7.2 mL und nicht 7.24 mL, weil letzteres nicht so genau abgemessen werden kann.

Zahlen werden von der Einheit durch ein Leerzeichen getrennt: 25 °C.

Das Prozentzeichen gehört zur Zahl und wird nicht durch Leerzeichen getrennt.

Negative Zahlen werden mit einem verlängerten Bindestrich als Minus geschrieben.

Zahlen und Einheiten werden nicht am Ende der Zeile getrennt! Eventuell muss ein geschütztes Leerzeichen durch Strg+Shift+Leerzeichen verwendet werden, um ungewolltes Trennen zu vermeiden.

Zwischen Gleichheitszeichen und Zahl gehört ein Leerzeichen.

Die Einheiten sind mL nicht ml, L nicht l, h und min statt Std. und Min. o.ä.

Dann die Versuchsbeschreibung:

Die Grundregel: kurz und knapp, aber nichts Wichtiges weglassen.

Die Versuche werden in der Vergangenheit beschrieben!

Häufige Fehler:

- Es wird **aus** einem Lösungsmittel umkristallisiert und nicht in einem.
- Das Lösungsmittel wird am Rotationsverdampfer entfernt. Roti und abrotieren sind Laborjargon und haben im Protokoll nichts verloren.

Letzter Halbsatz muss Ausbeute in Gramm, Mol und prozentuale Ausbeute enthalten (so oder ähnlich: wurden 202 mg (2.43 mmol, 65%) des Alkohols/Esters/Amins als farbloses Öl/feine gelbe Nadeln erhalten.

Zu guter letzt die Auswertung der analytischen Daten:

Tabellarische Angabe aller Messwerte und Analysen in folgender Reihenfolge: DC, Schmelzpunkt, Siedpunkt, ¹H, ¹³C, IR, Spez. Drehung, CHN-Analyse/exakte Masse. Hinter die einzelnen Angaben wird immer ein Punkt gesetzt!

Hinweise zur Auswertung IR-Spektren

Hinweise:Das Kürzel für die Wellenzahl wird am besten über den Microsoft Formeleditor gezeichnet.

Wellenzahlen werden auf ganzzahlige Werte gerundet, die Intensität wird durch die Kürzel vs (very strong), s (strong), m (medium), w (weak) gekennzeichnet, breite Signale bekommen zusätzlich ein br (broad).

Eindeutige Banden werden den Schwingungen zugeordnet, die chemische Gruppe (falls bekannt) wird in Klammern angefügt.

Angefangen bei niedrigen Wellenzahlen sieht das dann so aus:

IR (ATR) $\tilde{\nu} = 1740$ vs (C=O), 2990 s, (C(sp³)-H), 3030 s (C_{ar}-H), 3345 vs, br (O-H).

Hinweise zur Auswertung der Massenspektren / GC-MS-Daten:

Das EI in Klammern steht für die Ionisationsmethode, in unserem Fall Elektronenstoß-Ionisation (EI), bei HPLC-MS ist es fast immer ESI (Elektrospray-Ionisation).

Dass die MS gekoppelt mit GC war, blenden wir einmal aus, weil Sie dann noch das Temperaturprogramm (wie lange wurde die Säule von welcher Ausgangstemp. Auf welche Zieltemp geheizt, wie hoch war die Flussrate usw.)

Sie sollten gemäß dem unten angegeben Beispiel den Molekülionen-Peak und ein bis zwei Fragmente angeben.

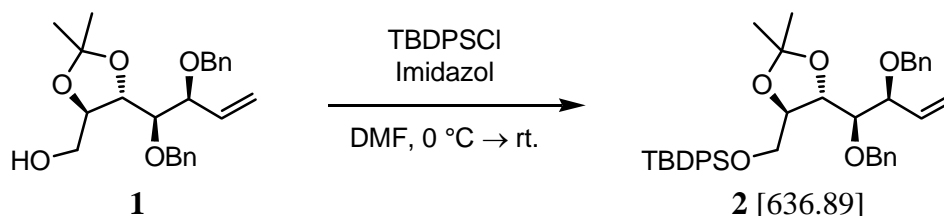
Bei den Nitroverbindungen können oft (M-O), (M-NO), (M-NO₂), bei Arylhalogeniden oft (M-Cl), (M-Br), bei Ketonen sieht man Spaltung am Carbonyl-C-Atom: bei Benzophenonen (M-Ph), bei Propiophenonen (M-Et) usw.

Merke: Sie sollen sich im Labor verwirklichen, nicht mit Prosa auf dem Papier! :-)
Viel Erfolg!!!

Darstellung von (2*R*,3*S*,4*R*,5*S*)-4,5-*O*-Dibenzyl-2,3-*O*-isopropyliden-1-*O*-(*tert*-butyldiphenylsilyl)-6-hepten-1,2,3,4,5-pentaol **2**

Hier kommen Reaktionsgleichungen hin

Hier beschreiben Sie den Mechanismus



Ansatz:

Alkohol 1 [398.49]	1.00 eq	0.240 mmol	95.0 mg
TBDPSCI [274.87; 1.057]	1.00 eq	0.240 mmol	62 μL
Imidazol [68.08]	2.00 eq	0.480 mmol	33.0 mg

Eine Lösung von 95.0 mg (0.240 mmol) Alkohol **1** in 2 mL trockenem DMF wurde auf 0 °C gekühlt, 33.0 mg (0.480 mmol) Imidazol und 62 μL (0.240 mmol) TBDPSCI wurden dazugegeben. Nach 15 min wurde die Kühlung entfernt, nach 3 h Reaktionsdauer wurde quantitativer Umsatz erzielt. Die Mischung wurde mit 5 mL CH_2Cl_2 verdünnt und mit 5 mL wässriger, gesättigter NH_4Cl -Lösung versetzt. Nach Trennung der Phasen wurde die wässrige Phase mit 2×5 mL CH_2Cl_2 extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen wurden mit 5 mL wässriger, gesättigter NH_4Cl -Lösung und 5 mL Wasser gewaschen, über MgSO_4 getrocknet und eingengt. Das Rohprodukt (172 mg) wurde flashchromatographisch an 5 g Kieselgel mit Pentan/MTBE (10:1) gereinigt und man erhielt 115 mg (0.180 mmol, 76%) des geschützten Pentaols **2** als klares, farbloses Öl.

DC: $R_f = 0.30$ (Hexan/MTBE 9:1).

Schmelzpunkt: 168 °C (MeOH); Lit.:^[1] 169-171 °C.

Siedepunkt: 98 °C (13 mbar); Lit.:^[1] 99 °C.

Brechungsindex: $n_D^{22} = 1.435$; Lit.:^[1] $n_D^{20} = 1.4353$.

MS (EI): 637 (M), 580 (M-*t*Bu).

Literatur

[1] *Organikum*, 20. Auflage, Wiley-VCH, Weinheim, **1995**, 215-217.