



Eidgenössische Technische Hochschule Zürich
Swiss Federal Institute of Technology Zurich

Anorganische und Organische Chemie I

Praktikum (AOCP I)

(529-0230-00)

Dr. Karl Gademann

Prof. Dr. Erick M. Carreira

Laboratorium für Organische Chemie der ETH Zürich
Department of Chemistry and Applied Biosciences (D-CHAB)

Sommersemester 2006

<http://www.gademann.ethz.ch/education>

1. Praktikum: Ort, Dauer, Zeit

Orientierung Studenten:	Do. 6. April 2006, HCI G3 1300 Uhr
Beginn des Praktikums:	Do. 6. April 2006, 1400 Uhr
Beginn Laborarbeit:	Mo., 10. April 2006, 1300 Uhr.
Ende Laborarbeit:	Do. 29. Juni 2006, 1700 Uhr
Aufräumen/Reinigung:	3. -4. Juli 2006
Alle Berichte korrigiert abgegeben:	4. Juli 2006, 1700 Uhr
Leistungsbewertung ab:	Ab 5. Juli 2006

Das Praktikum findet jeweils Montags, Dienstags und Donnerstags von 1300 Uhr bis 1700 Uhr in den Labors HCI G 290, HCI G 292, HCI G 294 und HCI G 296 statt.

An folgenden Daten findet kein Unterricht statt:

Sechseläuten: Montag, 24. April 2006, nachmittags

Tag der Arbeit: Montag, 1. Mai 2006

Auffahrt: Donnerstag, 25. Mai 2006.

Pfingsten: Montag, 5. Juni 2006

Der Erste-Hilfe Raum befindet sich im **HCI E 3.3**. Die Notfallnummer **888** muss unverzüglich und zuerst benachrichtigt werden.

2. Ziele

Folgende Ziele sollen im Rahmen des OCP I unterrichtet werden:

1. Erlernung der Grundtechniken der präparativen organischen Chemie. Dies beinhaltet eine sorgfältige Planung der Experimente, die Durchführung von Synthesen, die Reinigung und Charakterisierung der Verbindungen, sowie eine genaue Protokollierung.
2. Verständnis der theoretischen und mechanistischen Grundlagen der organischen Chemie im Rahmen der durchgeführten praktischen Arbeiten.
3. Einführung in die chemische Literatur. Mittels Recherchen in Datenbanken sollen experimentelle Vorschriften gefunden werden können.
4. Bearbeiten eines mehrstufigen Syntheseprojektes im Bereich der asymmetrischen Katalyse (zusammen mit AOCP II).
5. Kenntnis der Sicherheitsanforderungen im organischen Laboratorium und Entwickeln eines Risikobewusstseins im Umgang mit gefährlichen Stoffen.

3. Leistungskontrolle

Folgende Punkte müssen im Rahmen einer bestandenen Leistungskontrolle erfüllt werden:

1. Erfolgreiches Absolvieren der durch die Assistenten ausgegebenen Aufgaben und Syntheseziele.
2. Pro Versuch muss ein schriftlicher Bericht erstellt werden, der vom Assistent akzeptiert werden muss.
3. Generelle Anwesenheit während den Praktikumszeiten.
4. Einhalten der Laborordnung und der Sicherheitsbestimmungen des Praktikums sowie des Laboratoriums für Organische Chemie der ETH Zürich.

4. Literatur

Folgendes Buch wird für das Praktikum benötigt und ist am Schalter erhältlich:

A. Pfaltz, R. Keese, *Grundoperationen der präparativen organischen Chemie*,

5. Auflage, Juris Verlag, Dietikon.

Weiter finden sich auch viele nützliche Tipps zur experimentellen Laborarbeit in folgenden Büchern:

K. Schwetlick, *Organikum*, 874 Seiten, 21. Auflage, Wiley-VCH, Weinheim.

L. F. Tietze, Th. Eicher, *Reaktionen und Synthesen*, 2. auflage, Thieme, Stuttgart.

L. Leonard, B. Lygo, G. Procter; G. Dyker (Hrsg.), *Praxis der Organischen Chemie*, Wiley-VCH, Weinheim.

5. Organisation

Praktikumsleiter:

Dr. Karl Gademann, HCI G 337, Tel. 632 28 95 (Büro), 632 29 61 (Labor).

Prof. Dr. Erick M. Carreira, HCI H 335, Tel. 632 28 30.

Stv.: Christian Defieber HCI H 336 Tel. 632 47 71

Assistenten:

	Büro		Praktikumslabor
Christian Defieber	HCI H 336	Tel. 632 47 71	HCI G 290
Damien Barbaras	HCI G 330	Tel. 632 29 61	HCI G 290
Gabi Marti	HCI G 338	Tel. 632 29 11	HCI G 292
Stephan Reber	HCI H 338	Tel. 632 47 73	HCI G 292
Boris Gaspar	HCI G 336	Tel. 632 47 71	HCI G 294
Astrid Volmer	HCI H 336	Tel. 632 47 71	HCI G 294
Lorenz Herdeis	HCI H 322	Tel. 632 29 46	HCI G 296
Martina Adams	HCI H 322	Tel. 632 29 46	HCI G 296

Jeweils ein Assistent ist während einer Woche für die Labors verantwortlich (Zugang, Sicherheit, Ordnung). Pro Labor sind jeweils zwei Studentinnen und Studenten während einer Woche für Ordnung, Sauberkeit und Sicherheit zuständig.

Verantwortliche Assistenten:

Woche vom	Assistent
10. April	Christian Defieber
17. April	Damien Barbaras
24. April	Stephan Reber
1 Mai	Gabi Marti
8. Mai	Boris Gaspar
15. Mai	Astrid Volmer
22. Mai	Lorenz Herdeis
29. Mai	Martina Adams
5. Juni	Christian Defieber
12. Juni	Damien Barbaras
19. Juni	Gabi Marti
26. Juni	Stephan Reber
3. Juli	Boris Gaspar

Zuständige Studenten:

Woche vom	Labor HCl G 290	Labor HCl G 292	Labor HCl G 294
10. April			
17. April			
24. April			
1. Mai			
8. Mai			
15. Mai			
22. Mai			
29. Mai			
5. Juni			
12. Juni			
19. Juni			
26. Juni			

Zuständige Studenten:

Woche	Labor HCl G 296
10. April	
17. April	
24. April	
1. Mai	
8. Mai	
15. Mai	
22. Mai	
29. Mai	
5. Juni	
12. Juni	
19. Juni	
26. Juni	

6. Sicherheit/Laborordnung

Bei der Platzübernahme erhält jeder am Schalter ein Exemplar der Laborordnung, zu deren Einhaltung sich jeder Praktikumssteilnehmer per Unterschrift verpflichtet. Zuwiderhandlung gegen die Laborordnung/Sicherheitsvorschriften hat zuerst einen Verweis zur Folge. Eine erneute Zuwiderhandlung führt zum Ausschluss aus dem Praktikum.

6.1 Merkpunkte

Folgende Punkte sollen noch einmal gesondert hervorgehoben werden:

- Das Tragen der *Schutzbrille* und des *Labormantels* ist in den Labors *obligatorisch*. Wegen der Gefahr der Kontamination von angefassten Gegenständen mit Chemikalien dürfen *Handschuhe* nur *innerhalb des Labors* getragen werden.
- Alle Praktikumssteilnehmer haben sich vor Beginn der praktischen Arbeiten über die *Standorte der Feuerlöscher, Löschdecken, Duschen und Augenduschen* zu informieren (Einweisung durch Assistenten). Weiterhin müssen alle Teilnehmer die *Notausgänge* sowie die nächstgelegenen *Spitäler* (Waidspital, Unispital, Augenklinik) kennen.
- *Essen, Trinken und Rauchen* sind in den Praktika *verboten*.
- Es ist untersagt, *Chemikalien* aus den Labors mitzunehmen, sowie Chemikalien von ausserhalb der ETH ins Labor mitzunehmen.
- Es dürfen nur Experimente durchgeführt werden, die von den Assistenten ausgegeben und durch diese nach der Vorbesprechung bewilligt wurden.
- *Unfälle* im Praktikum (auch scheinbar unbedeutende) sind nach Versorgung des Verletzten unverzüglich den Assistenten sowie der Praktikumsleitung zu melden.
- Jeder Praktikumssteilnehmer muss sich mit einer *Unfallversicherung* gegen die aus Arbeitsunfällen resultierenden Folgen absichern. Auch eine *Privathaftpflichtversicherung* wird dringend empfohlen.
- Folgende Punkte sind beim Tragen von Handschuhen zu beachten: Da im Prinzip alle Chemikalien mehr oder weniger schnell auch durch Handschuhe durchdiffundieren, sollten diese zwar bei allen Gefahrenschritten, nicht aber permanent getragen werden (Gefahr der ständigen Resorption von im Gummi gelösten Chemikalien durch die aufgeweichte Haut der Hände). Beim Verlassen des Praktikumsaals sowie bei der Bedienung von Spektrometern und dem Benutzen von Computern sind Handschuhe

auf jeden Fall ausziehen (Gefahr der allgemeinen Kontamination durch Chemikalien). Handschuhe aus festem Material (z. B. Leder) bieten i.a. einen guten mechanischen Schutz beim Hantieren mit Glasrohren oder anderen (potentiell) scharfkantigen Gegenständen.

- Achten Sie auf Ihre Nachbarn! Sie machen keine Fehler, aber Ihre Nachbarn. Machen Sie deshalb Ihre Nachbarn auf potentielle Gefahren aufmerksam.

6.2 Einige potentielle Gefahrenquellen

- *Hantieren mit verklebten Schliffen.* Schnittverletzungen nach Glasbruch sind sehr häufig zu beklagen. Deshalb ist grosse Vorsicht beim Oeffnen von verklebten Schliffen geboten. Niemals rohe Gewalt anwenden! Ihr Assistent zeigt Ihnen gerne Tricks.
- *Arbeiten mit sehr reaktiven Verbindungen* (z. B. starke Oxidations- und Reduktionsmittel, viele besonders effiziente Trockenmittel): Feuer- und Explosionsrisiko!!! Insbesondere elementares Natrium (Vorsicht bei schwer erkennbaren Überresten nach einer Reaktion) niemals in Kontakt mit Wasser oder halogenierten Lösungsmitteln bringen.
- *Arbeiten mit Druckgasflaschen:* "Raketeneffekt" beim Abbrechen des Ventils (passiert leicht beim Umfallen der Gasflaschen). Nur mit angeketteten Druckgasflaschen arbeiten. Transport nur in angekettetem Zustand auf dafür vorgesehenen Karren. Beim Einleiten von Gasen in Lösungen immer Waschflaschen vorschalten. Unbedingt darauf achten, dass diese richtig geschaltet sind und bei Druckabfall keine Lösung in die Druckgasflasche eingesaugt werden kann.
- *Arbeiten mit besonders toxischen Substanzen.* Sich selbst im Voraus über alle Massnahmen und etwaige Gegenmassnahmen informieren. Nachbarn und Assistenten in Kenntnis setzten. Richtiges Entsorgen von Substanzresten und der bei der Aufarbeitung des Ansatzes anfallenden Phasen. Achtung: nicht alle Menschen können den Bittermandel-Geruch von Blausäure (HCN) wahrnehmen!
- *Arbeiten mit Ölbädern.* Peinlich darauf achten, dass kein Wasser ins heisse Öl gelangt: es kommt sonst zur schlagartigen Verdampfung des Wassers unter Bildung eines Öl-Aerosols, das sehr leicht entzündlich ist >>> Explosion unter Bildung gewaltiger Feuerbälle. Gelangen grössere Mengen von Wasser in kaltes Öl, so muss dieses entsorgt werden. Bei geringen Mengen (ein paar Tropfen) kann man das Öl sehr langsam unter kräftigem Rühren erhitzen, do dass es zu einer langsamen Verdampfung des Wassers kommt. Vorsicht beim Verschieben heisser Oelbäder!

7. Teil A: Die Grundlagen – Isolierung und Reinigung organischer Verbindungen

Ziel: Kenntnisse der Isolierung und Reinigung von organischen Verbindungen.

Der erste Block des Praktikums gliedert sich in die drei Abschnitte *Umkristallisieren*, *Destillieren* und *Flüssig-Flüssig-Extraktion/Chromatographie*.

7.1 Umkristallisation

Durch die Assistenten wird eine verunreinigte Substanz ausgegeben, die durch Umkristallisieren gereinigt werden soll. Grundlagen der Kristallzüchtung wie Wahl der geeigneten Lösungsmittel und der Temperatur sowie die Isolierung der Substanz durch Filtration werden vermittelt. Zusätzlich soll eine Identifizierung der unbekannten Substanz über Schmelzpunkt und IR-Spektrum erfolgen. Folgende Anforderungen sollen erfüllt werden:

- Reine Substanz
- Korrekter Schmelzpunkt
- IR-Spektrum mit Interpretation
- Resultateblatt

Das Resultateblatt muss spätestens eine Woche nach Versuchsende beim Assistenten abgegeben werden.

7.2 Destillation

Durch die Assistenten wird ein Gemisch von zwei Flüssigkeiten ausgegeben, die durch Destillation voneinander getrennt werden sollen. Grundlagen der Destillation wie Apparateaufbau, Kolonnen, Vakuumdestillation sowie die entsprechende Theorie werden durch die Assistenten vermittelt. Zusätzlich soll eine Identifizierung der unbekannten Substanzen über Siedepunkte, Brechungsindizes und IR-Spektrum erfolgen. Folgende Anforderungen sollen erfüllt werden:

- Zwei reine Substanzen
- Korrekte Siedepunkte und Brechungsindizes
- IR-Spektren mit Interpretation
- Resultateblatt

Das Resultateblatt muss spätestens eine Woche nach Versuchsende beim Assistenten abgegeben werden.

7.3 Trennungsgang

Durch die Assistenten wird ein Gemisch von drei Verbindungen ausgegeben, die durch Flüssig-Flüssig-Extraktion mit anschliessender Chromatographie voneinander getrennt werden sollen. Grundlagen der Flüssig-Flüssig-Extraktion wie Wahl der Lösungsmittel und Isolierung werden durch die Assistenten vermittelt. Weiter werden die Grundlagen der Chromatographie (Dünnschichtchromatographie und Flashchromatographie) behandelt. Wiederum wird die Identifizierung der unbekannten Substanzen über Siedepunkte/Schmelzpunkte, Brechungsindizes und IR-Spektrum erfolgen. Folgende Anforderungen sollen erfüllt werden:

- Drei reine Substanzen
- Korrekte Schmelzpunkte/Siedepunkte und Brechungsindizes
- IR-Spektren mit Interpretation
- Resultateblatt

Das Resultateblatt muss spätestens eine Woche nach Versuchsende beim Assistenten abgegeben werden.

8. Teil B: Grundlagen der organischen Synthese

Ziel: Organische Reaktionen sicher, sauber und exakt zu planen, durchzuführen und zu protokollieren.

In diesem Teil werde die Grundlagen der organischen Synthese vermittelt. Verschiedene Reaktionen wie zum Beispiel nukleophile Substitution, Halogenierung, Cycloaddition, Radikalreaktion, Fragmentierung oder Reduktion/Oxidation sollen durchgeführt werden.

Die Arbeitsvorschriften oder Literaturzitate werden durch die Assistenten ausgegeben. Die Praktikumssteilnehmer bereiten daraufhin den Versuch vor (Ansatzgrösse, Apparatur, Sicherheit, Toxizität) und besprechen ihn mit dem Assistenten. Danach kann der Versuch durchgeführt werden. Folgende Anforderungen sollen erfüllt werden:

- Reine Substanz
- Physikalische Daten
- Charakterisierung (IR Spektrum mit Interpretation, DC, Smp.)
- Nachbesprechung anhand Laborjournal
- Computergeschriebener Bericht mit Kopien des Laborjournals.

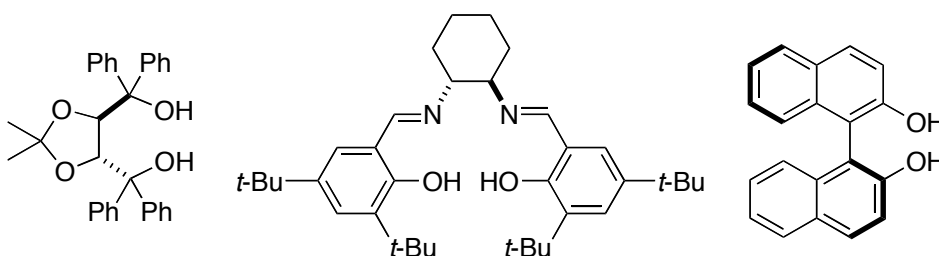
Der Bericht muss spätestens eine Woche nach Versuchsende beim Assistenten abgegeben werden.

9. Teil C: Synthese von enantiomerenreinen Liganden für die enantioselektive Katalyse (zusammen mit AOCP II)

Ziel: Eine mehrstufige, organische Synthese zu planen, durchzuführen und zu protokollieren.

In diesem Teil werden die in den vorangegangenen zwei Blöcken gemachten Kenntnisse verfeinert und im Rahmen eines Projektes angewendet. Jeder Praktikumssteilnehmer soll einen chiralen, nicht-racemischen Liganden in einer mehrstufigen synthetischen Sequenz herstellen, reinigen und charakterisieren. Diese Verbindung wird dann im Rahmen des anorganischen Teils (AOCP II, Wintersemester 04/05) benutzt, um Grundkenntnisse über katalytische, enantioselektive Katalyse zu erlernen.

Folgende drei Liganden werden von den Assistenten den Praktikumssteilnehmern zugeteilt.



In Zusammenarbeit mit den Assistenten sollen dann unter Verwendung von Datenbankrecherchen Literaturvorschriften gefunden werden. Daraufhin soll die mehrstufige Synthese geplant werden (Edukte, Verfügbarkeit, Preis, Menge, etc.) und mit dem Assistenten besprochen werden. Nach der Synthese und Charakterisierung der Intermediate und der Zielverbindung soll wiederum ein computergeschriebener Bericht das Projekt abschliessen.