

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Sicherheit im Labor – Allgemeine Hinweise zum chemischen Arbeiten</b> .....	1
<b>1.1</b>	<b>Gesetzliche Grundlagen</b> .....	2
1.1.1	Regelwerk (Gesetze, Verordnungen und Vorschriften).....	2
1.1.2	Arbeitsplatzgrenzwert (AGW).....	5
1.1.3	Biologischer Grenzwert (BGW).....	6
1.1.4	Wassergefährdungsklassen (WGK).....	7
<b>1.2</b>	<b>Allgemeine Regeln für das Arbeiten im Labor</b> .....	7
1.2.1	Zugang zu den einschlägigen Informationen.....	7
1.2.2	Allgemeine Sicherheitseinrichtungen.....	8
1.2.3	Persönliche Schutzausrüstung und Hygiene.....	8
1.2.4	Weitere allgemeine Vorsichtsmaßnahmen im Labor.....	10
1.2.5	Entsorgung von Chemikalien.....	12
<b>1.3</b>	<b>Gefahren durch reaktive Chemikalien</b> .....	12
1.3.1	Kenndaten.....	12
1.3.2	Extrem entzündliche, leichtentzündliche und entzündliche Substanzen.....	14
1.3.3	Explosionsgefährliche Substanzen.....	15
1.3.4	Brandfördernde Substanzen.....	16
1.3.5	Weitere Gefahren durch die Reaktivität von Chemikalien ohne eigene Piktogramme.....	16
<b>1.4</b>	<b>Gefahren durch giftige (toxische) Chemikalien</b> .....	17
1.4.1	Akut toxische Substanzen.....	18
1.4.2	Ätzende und reizende Substanzen.....	20
1.4.3	Krebserzeugende, erbgutverändernde und reproduktionstoxische Stoffe.....	21
1.4.4	Sensibilisierende Stoffe.....	22
1.4.5	Weitere toxische Eigenschaften.....	
<b>1.5</b>	<b>Gefahren für die Umwelt</b> .....	24
<b>1.6</b>	<b>Weitere typische Gefahren im Labor</b> .....	25
1.6.1	Schnittverletzungen.....	25
1.6.2	Verbrennungen und Verbrühungen.....	25
<b>1.7</b>	<b>Verhalten bei Laborunfällen</b> .....	26
1.7.1	Laborbrände.....	26
1.7.2	Erste Hilfe bei Verletzungen.....	27
1.7.3	Verschüttete Chemikalien.....	30
<b>1.8</b>	<b>Entsorgung von Chemikalien – Recycling</b> .....	31
	<b>Literaturverzeichnis</b> .....	34

<b>2</b>	<b>Glasgeräte und Reaktionsapparaturen</b> .....	35
<b>2.1</b>	<b>Schliff- und Schraubverbindungen</b> .....	36
2.1.1	Kegelschliffe (Normschliff) .....	36
2.1.2	Kugelschliffe .....	37
2.1.3	Planschliffverbindungen (Flanschverbindungen).....	37
2.1.4	Behandlung von Schliffverbindungen .....	37
2.1.5	Spezielle Schliffe.....	40
2.1.6	Rohr- und Schlauchverbindungen .....	40
2.1.7	Hähne.....	41
<b>2.2</b>	<b>Bauteile für Schliffapparaturen</b> .....	42
2.2.1	Reaktionsgefäße.....	42
2.2.2	Kühler .....	43
2.2.3	Tropftrichter.....	45
2.2.4	Aufsätze und Übergangsstücke .....	45
2.2.5	Trockenrohre und Blasenähler.....	46
2.2.6	Rühren .....	47
2.2.7	Heizen und Kühlen .....	49
2.2.8	Temperaturmessung.....	51
<b>2.3</b>	<b>Standard-Reaktionsapparaturen</b> .....	53
2.3.1	Erhitzen unter Rückfluss .....	53
2.3.2	Varianten der einfachen Standard-Reaktionsapparatur .....	54
2.3.3	Mehrhalskolben-Apparaturen .....	55
2.3.4	Varianten der Dreihalskolben-Apparatur – portionsweise Zugabe eines Feststoffs während der Reaktion .....	56
<b>2.4</b>	<b>Standard-Destillationsapparaturen</b> .....	58
<b>3</b>	<b>Klassische Methoden zur Charakterisierung organischer Verbindungen</b> .....	63
<b>3.1</b>	<b>Der Schmelzpunkt</b> .....	64
3.1.1	Physikalische Grundlagen .....	64
3.1.2	Eutektische Gemische.....	65
3.1.3	Bestimmung des Schmelzpunkts .....	67
3.1.4	Bestimmungen von Mischschmelzpunkten.....	71
<b>3.2</b>	<b>Der Siedepunkt</b> .....	72
3.2.1	Bestimmung des Siedepunkts.....	72
<b>3.3</b>	<b>Der Brechungsindex, Refraktometrie</b> .....	74
3.3.1	Physikalische Grundlagen .....	74
3.3.2	Prinzip des <i>Abbé</i> -Refraktometers .....	75
<b>3.4</b>	<b>Der spezifische Drehwert <math>[\alpha]</math>, Polarimetrie</b> .....	77
3.4.1	Physikalische Grundlagen .....	77
3.4.2	Messprinzip .....	78

<b>4</b>	<b>Trennung, Reinigung und chemische Analytik organischer Verbindungen</b> .....	79
4.1	Trenn- und Reinigungsmethoden – ein Überblick .....	80
4.2	Nachweis von Heteroelementen .....	81
4.3.	<b>Chemischer Nachweis funktioneller Gruppen</b> .....	83
	Literaturverzeichnis.....	87
<b>5</b>	<b>Destillation</b> .....	89
5.1	<b>Physikalische Grundlagen</b> .....	90
5.1.1	Druckabhängigkeit des Siedepunkts .....	90
5.1.2	Ideale Mischungen .....	93
5.1.3	Nicht ideale Mischungen .....	95
5.2	<b>Einstufendestillation</b> .....	96
5.2.1	Aufbau und Inbetriebnahme einer einfachen Destillationsapparatur.....	97
5.2.2	Fraktionierende Einstufendestillation .....	100
5.2.3	Anwendungsbereiche der Einstufendestillation.....	102
5.2.4	Einstufendestillation bei vermindertem Druck .....	103
5.2.5	Anwendungsbereiche der Einstufendestillation bei vermindertem Druck .....	106
5.2.6	Destillation unbekannter Produktgemische .....	106
5.2.7	Spezielle Apparaturen zu Einstufendestillation .....	106
5.2.8	Destillation von Festsubstanzen.....	108
5.3	<b>Mehrstufendestillation (Rektifikation)</b> .....	110
5.3.1	Apparaturen für Mehrstufendestillationen .....	111
5.3.2	Destillations-Kolonnenkopf.....	112
5.3.3	Destillationskolonnen – physikalische und theoretische Grundlagen – theoretische Bödenzahl – theoretische Trennstufen – Trennstufenhöhe .....	114
5.4	<b>Destillation azeotroper Mischungen</b> .....	118
5.4.1	Siedeverhalten mischbarer Flüssigkeiten mit Azeotrop.....	118
5.4.2	Siedeverhalten nicht mischbarer Flüssigkeiten mit Azeotrop.....	119
5.4.2.1	Kontinuierliche Entfernung von Reaktionswasser aus einem Reaktionsgemisch durch azeotrope Destillation.....	120
5.4.2.2	Wasserdampfdestillation .....	122
5.5	<b>Halbmikro- und Mikrodestillationsapparaturen</b> .....	124
5.5.1	Variable Halbmikrodestillationsapparatur (5–80 ml) .....	124
5.5.2	Kugelrohrdestillation (0,5–10 ml).....	125
5.5.3	Kurzwegdestillation und Mikrodestillation über einen Bogen (Krümmer)....	126
5.5.4	Mikrodestillation in Glasrohren .....	127
5.5.5	Destillationsaufsatz zur Destillation großer Flüssigkeitsmengen .....	127
5.5.6	Ringspaltkolonnen .....	128

<b>5.6</b>	<b>Vakuumpumpen – Vakuummessgeräte</b> .....	129
5.6.1	Druck – Definition und Einheiten .....	129
5.6.2	Wasserstrahlpumpen.....	131
5.6.3	Membranpumpen.....	132
5.6.4	Drehschieberpumpen (Ölpumpen) .....	133
5.6.5	Vakuumpumpen für das Hochvakuum .....	135
5.6.6	Druckmessung .....	136
	<b>Literaturverzeichnis</b> .....	140
<b>6</b>	<b>Filtration</b> .....	<b>141</b>
6.1	Einfache Filtration.....	143
6.2	Filtration unter vermindertem Druck .....	144
6.3	Filtration mit Überdruck .....	147
6.4	Filtrierhilfsmittel .....	148
6.5	Filtration durch Zentrifugieren .....	149
<b>7</b>	<b>Umkristallisation</b> .....	151
7.1	Allgemeines Prinzip der Umkristallisation .....	152
7.2	Umkristallisation im Makromaßstab .....	153
7.3	Umkristallisation im Halbmikromaßstab .....	159
7.4	Umkristallisation im Mikromaßstab .....	160
7.5	Umkristallisation unbekannter Verbindungen.....	162
<b>8</b>	<b>Sublimation</b> .....	169
8.1	Physikalische Grundlagen .....	170
8.2	Sublimation als Reinigungsmethode.....	172
8.3	Apparaturen zur Sublimation .....	173
8.4	Gefriertrocknung.....	176

<b>9</b>	<b>Extraktion</b> .....	179
<b>9.1</b>	<b>Physikalische Grundlagen</b> .....	180
<b>9.2</b>	<b>Flüssig/flüssig-Extraktion</b> .....	182
<b>9.3</b>	<b>Fest/flüssig-Extraktion</b> .....	187
<b>10</b>	<b>Chromatographie</b> .....	189
<b>10.1</b>	<b>Physikalische Grundlagen der Flüssigkeitschromatographie</b> .....	191
<b>10.2</b>	<b>Dünnschichtchromatographie (DC)</b> .....	195
	10.2.1 Durchführung der Dünnschichtchromatographie.....	195
	10.2.2 Identifizierung der Substanzflecken.....	197
	10.2.3 Auswertung und Dokumentation.....	199
	10.2.4 Kontrolle von Reaktionsabläufen.....	202
<b>10.3</b>	<b>Säulenchromatographie (SC, HPLC)</b> .....	203
	10.3.1 Grundlagen der Säulenchromatographie.....	203
	10.3.2 Ermittlung der Trennbedingungen mit Hilfe der DC.....	210
	10.3.3 Praxis der Säulenchromatographie.....	210
	10.3.4 Rückgewinnung des Laufmittels.....	215
	10.3.5 Störungen und Fehler.....	216
	10.3.6 Flash-Chromatographie (Blitz-Chromatographie).....	217
	10.3.7 Hochdruckflüssigkeitschromatographie (HPLC).....	218
	10.3.8 Ionenaustauschchromatographie.....	220
<b>10.4</b>	<b>Gaschromatographie (GC)</b> .....	222
	10.4.1 Einführung.....	222
	10.4.2 Die Trennsäulen.....	223
	10.4.3 Physikalische Aspekte der Liquid Gas Chromatography (LGC).....	224
	10.4.4 Aufbau eines Gaschromatographen.....	224
	10.4.5 Arbeitsweise des Gaschromatographen.....	226
	<b>Literaturverzeichnis</b> .....	229
<b>11</b>	<b>Spezielle Methoden</b> .....	231
<b>11.1</b>	<b>Arbeiten mit Gasen</b> .....	
	10.1.1 Allgemeines zum Arbeiten mit Gasen.....	232
	10.1.2 Arbeiten unter Schutzgas.....	241
	10.1.3 Arbeiten mit verflüssigten Gasen.....	252
<b>11.2</b>	<b>Mikrowellenunterstützte Synthese</b> .....	256
<b>11.3</b>	<b>Continuous Flow</b> .....	262
	<b>Literaturverzeichnis</b> .....	268

<b>12</b>	<b>Trocknen von Feststoffen, Lösungen und Lösungsmitteln</b> .....	269
12.1	Trockenmittel.....	270
12.2	Trocknen von Feststoffen.....	275
12.3	Trocknen von Lösungen.....	276
12.4	Reinigung und Trocknen von Lösungsmitteln.....	277
	12.4.1 Trocknen mit Aluminiumoxid.....	278
	12.4.2 Trocknen mit Molekularsieben.....	279
	12.4.3 Trocknen mit Alkalimetallen und Metallhydriden .....	280
12.5	Spezielle Reinigung und Trocknung häufig verwendeter Solventien .....	282
	12.5.1 Kohlenwasserstoffe .....	283
	12.5.2 Chlorierte Kohlenwasserstoffe .....	288
	12.5.3 Ether .....	290
	12.5.4 Ester .....	295
	12.5.5 Aprotische, dipolare Lösungsmittel.....	296
	12.5.6 Amine .....	299
	12.5.7 Alkohole .....	302
	12.5.8 Carbonsäuren und Derivate .....	305
	<b>Literaturverzeichnis</b> .....	307
<b>13</b>	<b>Molekülspektroskopie</b> .....	309
13.1	Physikalische Grundlagen .....	310
13.2	UV/Vis/NIR-Spektroskopie .....	312
	13.2.1 Auswahlregeln.....	313
	13.2.2 Energieniveauschema .....	313
	13.2.3 Inkrementsysteme.....	315
	13.2.4 Aromatische Systeme .....	317
	13.2.5 Aufnahme von UV/VIS-Spektren – Lösungsmittel für die UV-Spektroskopie .....	318
13.3	Infrarotspektroskopie (IR-Spektroskopie) .....	320
	13.3.1 Physikalische Grundlagen .....	320
	13.3.2 Aufnahme von IR-Spektren.....	322
	13.3.3 Probenbereitung.....	324
	13.3.4 Interpretation von IR-Spektren.....	329

<b>13.4</b>	<b>NMR-Spektroskopie</b> .....	334
13.4.1	Physikalische Grundlagen.....	334
13.4.2	Die chemische Verschiebung.....	337
13.4.3	Intensität der Signale.....	338
13.4.4	<sup>1</sup> H-NMR-Spektroskopie.....	339
13.4.5	<sup>13</sup> C-NMR-Spektroskopie.....	343
13.4.6	Inkrementssysteme zur Abschätzung chemischer Verschiebungen in <sup>1</sup> H- und <sup>13</sup> C-NMR-Spektren.....	345
<b>13.5</b>	<b>Massenspektrometrie</b> .....	347
13.5.1	Bildung von Molekülionen in der Gasphase.....	349
13.5.2	Massentrennung .....	350
13.5.3	Massenspektrometrie von hochmolekularen Verbindungen und Verbindungen mit zahlreichen funktionellen Gruppen.....	352
13.5.4	Elektronenstoß-induzierte Bruchstückbildung – Fragmentierungen .....	352
<b>13.6</b>	<b>Angabe spektroskopischer Daten</b> .....	356
<b>13.7</b>	<b>Spektrendatenbanken und Simulation von Spektren</b> .....	360
	<b>Literaturverzeichnis</b> .....	362
<b>14</b>	<b>Dokumentation – Literatur – Literaturrecherche</b> .....	363
<b>14.1</b>	<b>Dokumentation</b> .....	364
<b>14.2</b>	<b>Chemische Fachliteratur</b> .....	366
14.2.1	Primärliteratur.....	366
14.2.2	Sekundärliteratur.....	369
<b>14.3</b>	<b>Literaturrecherche mit elektronischen Medien</b> .....	372
<b>14.4</b>	<b>Informationsquellen im Internet</b> .....	375
<b>Anhang</b> .....		379
	<b>Liste der H-Sätze und P-Sätze</b> .....	380
	<b>Register</b> .....	387