

Protokollführung OCI-Praktikum

Dr. Jan Ferner

1

Link

Musterprotokoll auf der Seite des OCI-Praktikums abrufbar:

http://schwalbe.org.chemie.uni-frankfurt.de/sites/default/files/attachments/organisch-chemisches_praktikum_i/musterprotokoll_2017_04_26.pdf

2

Protokollkopf und Überschrift

Paul Breitner et. al.

29.02.2001

(X. Korrektur)

Versuchsnr. 1.2.3.4

Darstellung von [(Z)-4-(*tert*-Butyldiphenylsiloxy)-but-2-en-1-yl]-2-acetamido-2-desoxy- β -D-glucopyranosid

Kommentar [Jf1]: Gruppenmitglieder benennen, Protokollautor unterstreichen

Kommentar [Jf2]: Datum der Erstellung des aktuellen (III) Protokolls

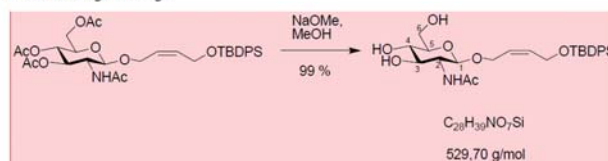
Kommentar [Jf3]: Wenn nötig angeben

- Name des Protokollanten, sowie mögliche Gruppenmitglieder
- Datum der Erstellung der aktuellen Version
- Die wievielte Korrektur angeben (wenn nötig)

3

Reaktionsgleichung

1. Reaktionsgleichung:



Kommentar [Jf4]: Angaben wie Lösungsmittel, Säuren/Basen, andere für die Reaktion eingesetzte Stoffe nicht vergessen!
Die prozentuale Ausbeute unterhalb des Reaktionspfeils, sowie die Summenformel und das Molekulargewicht des Produkts gehören auch hier rein.

Kommentar [Jf5]: Für Reaktionsgleichungen, Apparaturen und Reaktionsmechanismen Programme benutzen, wie
- ChemDraw (CambridgeSoft)
- ChemSketch (ACDLabs)
- Isis-Draw (Reaxys)

- alle für die Reaktion eingesetzte Stoffe aufführen
- prozentuale Ausbeute eures Versuchs unter dem Reaktionspfeil angeben
- Summenformel und Molekulargewicht der Edukte und Produkte
- Reaktionsgleichung mit entsprechendem Programm erzeugen (siehe OLAT)

4

Reaktionsapparatur

2. Versuchsapparatur(en):



Abbildung 1:
Drehhalskolben mit Rückflusskühler und Tropftrichter

Kommentar [jf6]: Wieder zeichnen, da möglicherweise Änderungen zum Vorprotokoll.

Kommentar [jf7]: Beschriftung der Abbildung

- Reaktionsapparaturen mit entsprechendem Programm erzeugen (siehe OLAT)
- auf Qualität der Grafik achten
- Änderungen gegenüber dem Vorprotokoll berücksichtigen
- durchnummerierte Beschriftung der Apparaturen (in Durchführung verlinken)

5

Versuchsdurchführung

3. Versuchsdurchführung⁽¹⁾:

Im 100 mL-Drehhalskolben wurden 2,5 g (3,8 mmol) [(Z)-4-(tert-Butyldiphenylsiloxy)-but-2-en-1-yl]-2-acetamido-3,4,6-tri-O-acetyl-2-desoxy-β-D-glucopyranosid in 20 mL absolutiertem Methanol gelöst und 2,3 mL (12,3 mmol) einer 5,4 M-methanolischen Lösung von Natriummethanolat zugetropft (siehe Abbildung 1). Die Reaktion war bereits nach 5 min beendet.

Zur Aufarbeitung wurde die Lösung mit 20 mL absolutiertem Methanol verdünnt und mit 2 g saurem Ionentauscher Dowex 50W X8 neutralisiert. Nach dem Abfiltrieren wurde das Lösungsmittel ab Rotationsverdampfer abdestilliert und im Ölpumpenvakuum getrocknet. Es wurde ein gelber Feststoff erhalten.

Kommentar [jf8]: Literaturquellen angeben

Kommentar [jf9]: Durchführung als Erzählung der Tätigkeit, also in der Vergangenheit!!!

Kommentar [jf10]: Kommas verwenden für Zahlen (deutsche Rechtschreibung)!

Kommentar [jf11]: Liter kann klein (l) und groß (L) abgekürzt werden, aber einheitlich!

Kommentar [jf12]: Signifikante Stellen berücksichtigen – nur sichere Nachkommastellen angeben

Kommentar [jf13]: Verweis auf Abbildungen hilft beim Nachvollziehen

Kommentar [jf14]: Formatierung: Blocksatz, Zeilenabstand

- Literaturquellen angeben
- Formatierung: einheitlich und übersichtlich
- Signifikante Stellen beachten
- Keinen Laborjargon verwenden:

Statt „Einrotieren“ z.B. „am Rotationsverdampfer entfernt“ oder „ am Rotationsverdampfer eingeengt/abdestilliert“

Statt „Kochen“ besser „zum Sieden erhitzt“

6

Ergebnisse und Analytik

4. Ergebnisse und Analytik:

Ausbeute: 1,99 g (99 % der theoretischen Ausbeute von 2,01 g)
(Graph der Wasserabscheidung)

DC: $R_f = 0,18$ (Methylenchlorid/Methanol 9:1)

Smp: 164 – 165 °C (164,5 °C⁽²⁾)

Kommentar [jf15]: Bei Verwendung eines Wasserabscheiders und zur Bestimmung der theoretischen Ausbeute

Kommentar [jf16]: Für aromatische Produkte verpflichtend! Zur Kontrolle des Reaktionsverlaufs erwünscht.

Kommentar [jf17]: Literaturwert und -quelle(n) angeben!

- Angabe der tatsächlichen prozentualen Ausbeute ohne Nachkommastelle!
- Dünnschichtchromatographie von aromatischen Produkten verpflichtend! (zur Kontrolle des Reaktionsverlaufs wünschenswert)
- Literaturwert des Schmelzpunktes in Klammern hinter die gemessenen Werte angeben

7

Spektroskopische Analytik

¹H-NMR⁽²⁾: δ [ppm] (250 MHz, CDCl₃)
7,69 – 7,62 (m, 4H, Phenyl-H, meta)
7,46 – 7,32 (m, 6H, Phenyl-H, ortho, para)
6,55 (1H, NH-Acetyl)
5,78 – 5,66 (m, 1H, olefin. H an Position 9)
5,56 – 5,44 (m, 1H, olefin. H an Position 8)
4,32 (d, 1H, J = 7 Hz, CH an Position 1)
4,26 – 4,14 (m, 3H, CH an Position 3 und CH₂ an Position 10)
4,02 (dd, 1H, J = 7 Hz, 13 Hz, CH an Position 2)
3,84 – 3,64 (m, 2H, CH₂ an Position 7)
3,62 – 3,44 (m, 3H, CH an Position 5 und CH₂ an Position 6)
3,28 – 3,16 (m, 1H, an Position 4)
1,93 (s, 3H, *N*-Acetyl-CH₃)
1,03 (s, 9H, 3 CH₃ der *tert*-Butylgruppe)

Kommentar [jf18]: Schreibweise der NMR-Daten prüfen!!! Ausgewertetes NMR beilegen. Höchstens 2 Nachkommastellen. Wenn auswertbar die Kopplungskonstanten angeben

IR-Banden: XXXX cm⁻¹ (C-H Valenzschw.) XXXX cm⁻¹ (=C-H Valenzschw.)
XXXX cm⁻¹ (O-H Valenzschw.) XXXX cm⁻¹ (C=O Valenzschw.)
XXXX cm⁻¹ (C=C Valenzschw.) XXXX cm⁻¹ (=C-H Deformationsschw.)

Kommentar [jf19]: Mit höchster Wellenzahl anfangen.

- NMR: 2 Nachkommastellen angeben mit höchster Verschiebung anfangen (von links nach rechts) Zuordnung der jeweiligen Verschiebungen zu den entsprechenden Protonen (Nummerierung)
- IR: Eigenes IR-Spektrum auswerten! Keine Nachkommastellen angeben Zuordnung von Schwingungstypen zu einzelnen Signalen

8

Fragen zum Versuch

5. Antworten zu den Fragen in der Versuchsvorschrift:

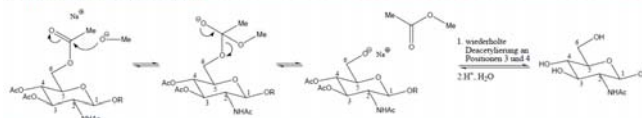
- 1) ...
- 2) ...
- 3) ...

- Fragen zuvor abtippen
- Antworten kurz formulieren
- nicht stichwortartig

9

Reaktionsmechanismus

6. Reaktionsmechanismus:



Schema 1: Es handelt sich hierbei um eine Verseifung der acetylichen Schutzgruppen. Durch Methanolat werden die Acetylgruppen entfernt.

Kommentar [jf20]: Mit gebogenen Pfeilen den Elektronenfluss zeichnen

Kommentar [jf21]: Zeichnungen von Molekülen und Mechanismen sind als Schema anzugeben

Kommentar [jf22]: Nennung des Reaktionstypes und kurze Beschreibung der Reaktion

- Reaktionsmechanismus mit Zeichenprogramm darstellen (siehe OLAT)
- Zusätzlich mit wenigen Worten den Mechanismus beschreiben und benennen (z.B. S_N1 , was geschieht, oder welche Namensreaktion)

10

Literatur

7. Literaturangaben:

- (1) A. Author, B. Coauthor, *Angew. Chem. Int. Ed.* **2006**, *45*, 1-5.
- (2) J. W. Grate, G. C. Frye, in *Sensors Update*, Vol. 2 (Eds: H. Baltes, W. Göpel, J. Hesse), WILEY-VCH, Weinheim, **1996**, pp. 10-20.
- (3) N. Magnet, S. Peak, *J. Biomol. NMR* **1999**, *17*, 100-105.

der Reaktion

Kommentar [Jf23]: Format aus
Angew. Chem. Int. Ed.

Kommentar [Jf24]: Keine Weblinks!
Primärliteratur!

- Literaturformat einer wissenschaftlichen Zeitschrift
- Primärliteratur angeben zu: Schmelzpunkt, Siedepunkt, NMR, Brechungsindex (je nach Substanz),...
- Wikipedia ist keine zulässige Literaturangabe!