

Einführung in die organisch-chemische Laboratoriumstechnik

Von

Professor Dr. Konrad Bernhauer

Direktor des Instituts für Biochemie und Nahrungsmittelchemie der
Deutschen Technischen Hochschule und des Vierjahresplan-Instituts
für enzymatische Chemie in Prag

Dritte und vierte,
ergänzte und vermehrte Auflage

Mit 100 Abbildungen



Springer-Verlag Wien GmbH

1944

ISBN 978-3-662-01854-5 ISBN 978-3-662-02149-1 (eBook)
DOI 10.1007/978-3-662-02149-1

Alle Rechte, insbesondere das der Übersetzung
in fremde Sprachen, vorbehalten.

Copyright 1944 by Springer-Verlag Wien

Ursprünglich erschienen bei Springer-Verlag OHG. in Vienna 1944

Aus dem Vorwort zur ersten Auflage.

Für die Abfassung der vorliegenden Arbeit und die *Auswahl des Stoffes* waren folgende Gesichtspunkte maßgebend:

1. Es gelangen nur gut bewährte Arbeitsmethoden und Apparate der präparativen organischen Chemie zur Darstellung, die vielseitig erprobt sind und dem heutigen Stand entsprechen. Auf die Darlegung der historischen Entwicklung von Arbeitsmethoden und Apparaten wird daher völlig verzichtet.

2. Der behandelte Stoff geht über den Rahmen einer ersten Einführung (wie sie in praktikumartigen Lehrbüchern geboten wird¹ wesentlich hinaus; das Büchlein soll daher auch dem weiter Fortgeschrittenen dienlich sein.

3. Während in den großen Handbüchern der organisch-chemischen Arbeitsmethoden² eine für den Anfänger verwirrende Fülle von Tatsachen geboten wird und der junge Chemiker noch nicht über die ausreichende Erfahrung und Kritik verfügt, die für einen bestimmten Zweck in Betracht kommenden Methoden und Apparate auszuwählen, ist die vorliegende Darstellung so gehalten, daß die jeweils zweckdienlichen Methoden und Apparaturen ersichtlich werden.

4. Falls bei bestimmten Gerätschaften eine größere Anzahl von Konstruktionen vorliegt, wird in erster Linie auf die zweckmäßigste Form hingewiesen. In diesem Zusammenhang wurden stets die selbst gemachten Erfahrungen verwertet; es wird daher auch eine Anzahl von eigenen Konstruktionen sowie Verbesserungen von Apparaten behandelt.

¹ Vgl. GATTERMANN-WIELAND: Die Praxis des organischen Chemikers. Berlin und Leipzig: Walter de Gruyter & Co.

² HOUBEN-WEYL: Die Methoden der organischen Chemie, I. Bd., Leipzig: Thieme 1925. — H. MEYER: Analyse und Konstitutionsermittlung organischer Substanzen. Berlin: Springer 1922 (in den letzten Neuauflagen sind jene Abschnitte, welche die Laboratoriumstechnik und allgemeine organisch-chemische Operationen betreffen, zum überwiegenden Teil fortgelassen). — LASSAN-COHN: Arbeitsmethoden für organisch-chemische Laboratorien, I. Bd. Leipzig: Voss 1923; in vielem veraltet.

5. Besonderer Wert ist auch auf die Darstellung der präparativen Halbmikro- und Mikromethoden gelegt, da dieselben Hand in Hand mit den betreffenden analytischen Methoden in jüngster Zeit von größter Bedeutung für die Entwicklung der organisch-chemischen Forschung geworden sind. Außerdem haben dieselben auch noch keine eingehendere Behandlung vom Gesichtspunkt der Laboratoriumstechnik aus erfahren und finden sich vielfach nur im Rahmen von anderen Arbeiten vor (und sind daher häufig nur schwer auffindbar).

6. Bei der Besprechung der verschiedenen Operationen ist überall auf eine Reihe von Beispielen aus der Originalliteratur hingewiesen, aus denen man sich über die Anwendung gewisser Apparaturen und Durchführung verschiedener Methoden und Operationen in schwierigeren oder besonderen Fällen orientieren kann.

Die vorliegende Schrift verfolgt folgende Zwecke:

1. Sie ist als Einführung gedacht und daher insbesondere für den Praktikanten im organisch-chemischen Laboratorium bestimmt. Sie soll in geschlossener Form einen Überblick über die zur Verfügung stehenden präparativen Arbeitsmethoden der organischen Chemie bieten, und zwar vom Gesichtspunkt der Laboratoriumstechnik aus; sie soll also den Chemiepraktikanten mit den wichtigsten Gerätschaften, Apparaturen und sonstigen Hilfsmitteln und deren Handhabung vertraut machen.

2. Dem jungen Chemiker soll zum Bewußtsein gebracht werden, daß für ihn das Erlernen der organisch-chemischen Experimentierkunst und die Beherrschung der mannigfaltigen diesbezüglichen Arbeitsmethoden von entscheidender Bedeutung ist und daß er daher möglichst bald die Scheu vor komplizierteren Apparaten oder scheinbar schwierigeren Operationen zu überwinden hat (z. B. eine Vakuumdestillation soll für den organischen Chemiker möglichst frühzeitig eine selbstverständliche und einfache Operation werden). Die im folgenden gegebenen Anleitungen sollen daher auch in diesem Sinne von Nutzen sein.

3. Das vorliegende Büchlein soll einen Übergang vom reinen Praktikumbetrieb zum wissenschaftlichen Arbeiten vermitteln helfen und sodann auch bei diesem dienlich sein.

4. Dasselbe soll auch den Laboratoriumsassistenten entlasten helfen, indem die Anleitungen so gehalten sind, daß ein organischer Chemiker, der die grundlegenden Methoden bereits beherrscht, sich leicht allein weiter zurechtfinden wird.

5. Das Büchlein verfolgt ferner den Zweck, das Verständnis für chemische Apparaturen anzuregen und zu fördern, um so den

Chemiker instand zu setzen, eine Apparatur für einen bestimmten Zweck selbständig sinngemäß zu konstruieren oder zu verbessern.

6. Die vorliegende Arbeit soll daher nicht gewissermaßen eine Erweiterung der „allgemeinen Arbeitsregeln“ des GATTERMANN-WIELAND oder ein Auszug aus dem HOUBEN-WEYL sein, sondern sie soll gemäß dem Gesagten etwas prinzipiell Neues vorstellen.

Vorwort zur dritten und vierten Auflage.

Bereits kaum in einem Jahr nach ihrem Erscheinen (März 1942) war die zweite Auflage vergriffen (Januar 1943). Aus äußeren Gründen war es leider nicht möglich, die nunmehr vorliegende dritte und vierte Auflage rascher herauszubringen.

Die in der zweiten Auflage vorgenommene völlige Neubearbeitung hatte sich bewährt und konnte im wesentlichen beibehalten werden. Ich konnte mich daher nunmehr mit einigen notwendig erscheinenden Erweiterungen und Ergänzungen begnügen. Jedenfalls bin ich bemüht gewesen, das Büchlein wieder auf den neuesten Stand zu bringen unter Berücksichtigung der neuesten Literatur und der inzwischen auch selbst gemachten weiteren Erfahrungen. Da unter den gegebenen Verhältnissen der Raum beschränkt ist und eine wesentliche Erweiterung nicht möglich war, konnte allerdings manche Methode nicht so ausführlich behandelt werden, daß deren Beschreibung tatsächlich als Anleitung zum unmittelbaren Arbeiten ausreichen würde. Dies gilt z. B. für die Molekulardestillation, die Reinigung von Enzymen durch Adsorption u. a. Hier muß unbedingt auf die diesbezüglichen ausführlichen Darstellungen verwiesen werden. Ich fühlte mich aber doch verpflichtet, derartige Methoden aufzunehmen und wenigstens andeutungsweise zu behandeln, um so auf dieselben aufmerksam zu machen; die stets vorhandenen Literaturangaben führen sodann leicht weiter.

Die Stoffanordnung blieb die gleiche wie in der zweiten Auflage. Das einleitende Kapitel, das eine *Charakteristik der organisch-chemischen Reaktionen und Operationen* beinhaltet, und in dem Bedeutung und Ziel des organisch-chemischen Arbeitens erläutert werden, wurde aus den bereits im Vorwort zur zweiten Auflage genannten Gründen möglichst kurz gehalten.

Im ersten Hauptteil werden die *organisch-chemischen Operationen im allgemeinen* behandelt, also die Erhitzungs- und Kühlmethode, das Arbeiten bei vermindertem sowie er-

höhem Druck, unter Schütteln und Rühren, sodann das Arbeiten mit Lösungsmitteln sowie Gasen. Dabei wird nicht nur die diesbezügliche Arbeitstechnik samt den erforderlichen Geräten und Apparaten im allgemeinen dargestellt, sondern stets auch deren Anwendung bei der Durchführung organisch-chemischer Reaktionen.

Im zweiten Hauptteil gelangen die *Methoden und Operationen zur Isolierung und Reinigung organischer Substanzen* zur Darstellung. Dabei werden zunächst verschiedene vorbereitende Operationen kurz beschrieben, wie Zerkleinern und Sieben, Filtrieren und Zentrifugieren sowie Trocknen fester und flüssiger organischer Stoffe. Ausführlich besprochen wird sodann die Extraktion von festen Körpern und von Flüssigkeiten, die Reinigung organischer Substanzen durch Krystallisation, die Destillation und Sublimation unter Atmosphärendruck sowie im Vakuum auch unter Berücksichtigung der wichtigsten Spezialmethoden, wie z. B. der Molekulardestillation. Schließlich wird in einem Abschlußkapitel die Reinigung und Trennung organischer Körper durch die Adsorptionsmethode behandelt. In der Regel werden dabei einerseits die anzuwendenden Geräte und Apparaturen beschrieben und andererseits wird eine kurze Anleitung zu deren Benützung gegeben, sowie Methoden und Maßnahmen angeführt, die auch in schwierigeren Fällen zum Ziele führen können.

Ebenso wie in der ersten Auflage wird in ausführlichen *Anhängen*, die gleichfalls in vielen Einzelheiten ergänzt wurden, auf verschiedene chemische Geräte und Hilfsmittel eingegangen, so auf die Behandlung von Glas und Porzellan, von Kork und Kautschuk, auf die Herstellung verschiedener Kitte und Dichtungsmittel usw. Sodann wird die Handhabung ätzender, giftiger, explosibler und leicht entzündlicher Stoffe besprochen; ferner werden allgemeine Laboratoriumseinrichtungen und -anordnungen beschrieben, die für die Organisation des Laboratoriumsbetriebes wichtig erscheinen. Schließlich werden noch Leitlinien für die Protokollführung und Veröffentlichung wissenschaftlicher Arbeiten gegeben.

Herrn Dr. KURT WEIGNER und Fräulein Dr. MARGARETE POSSELT danke ich für ihre eifrige Mithilfe beim Lesen der Korrekturen. Fräulein Dr. Posselt habe ich überdies für die Abfassung des Sachverzeichnisses herzlichst zu danken.

Prag, im Juni 1944.

K. Bernhauer.

Inhaltsverzeichnis.

Einleitung. Charakteristik der organisch-chemischen Reaktionen und Operationen.		Seite
A. Die organisch-chemischen Reaktionen (Bedeutung und Ziel derselben).		1
1. Prinzipien der organischen Synthese		1
a) Die Kondensation als synthetisches Hauptprinzip		1
b) Die Darstellung von Derivaten		2
2. Leitlinien der Konstitutionsermittlung organischer Substanzen		2
B. Isolierung und Reinigung organischer Substanzen.		3
1. Isolierung und präparative Trennung organischer Substanzen		3
a) Trennung auf Grund verschiedener chemischer Eigenschaften		3
b) Trennung auf Grund verschiedener physikalischer Eigenschaften		5
2. Reinigung von Rohprodukten		5
C. Die Charakterisierung und Identifizierung organischer Substanzen.		5
1. Bestimmung der physikalischen Konstanten einer organischen Substanz		6
2. Analyse organischer Substanzen		7
I. Die organisch-chemischen Operationen im allgemeinen.		
A. Arbeiten bei erhöhter Temperatur (Erhitzungsmethoden)		7
1. Erhitzen in kolbenartigen Gefäßen		8
2. Erhitzen in Röhren		11
3. Durchführung von Reaktionen bei relativ niedrigen Temperaturen (bis zum Siedepunkt)		12
a) Allgemeine Reaktionsmethoden		12
b) Spezielle Reaktionsmethoden		13
4. Überhitzungsmethoden		14
a) Überhitzung in Röhren		14
b) Überhitzung unter Rückflußkühlung		15
B. Arbeiten bei tieferen Temperaturen (Kühlungsmethoden)		15
1. Kühlung von Flüssigkeiten.		15
2. Kondensation gasförmiger Stoffe durch Kühlung.		18
a) Kondensation des Dampfes siedender Flüssigkeiten		18
b) Kondensation von Gasen in engerem Sinne		21

VIII

Inhaltverzeichnis.

	Seite
C. Arbeiten bei vermindertem Druck (Allgemeine Vakuumtechnik)	22
1. Art der Evakuierung	22
a) Vakuumpumpen	23
b) Adsorptions- und Kondensationsmethoden zur Hochvakuumherzeugung	25
2. Vakuummessung	26
3. Prinzipielles über Vakuumanlagen	27
a) Anlagen für Wasserstrahlpumpenvakuum	28
b) Hochvakuumanlagen	29
4. Allgemeine Richtlinien für die Handhabung der Vakuumapparaturen	30
D. Arbeiten unter erhöhtem Druck	31
1. Überdruck bei organisch-chemischen Reaktionen (Erhitzen unter Druck)	31
a) Einschmelzröhren und Druckflaschen	31
b) Autoklaven	33
2. Überdruck bei allgemeinen organisch-chemischen Operationen	34
E. Arbeiten unter Schütteln und Rühren	35
1. Schüttelmethode	36
2. Rührvorrichtungen	37
F. Arbeiten mit Lösungsmitteln	43
G. Arbeiten mit Gasen	51
1. Darstellung und Reinigung von Gasen	51
2. Durchführung von Reaktionen mit gasförmigen Stoffen	56
 II. Methoden und Operationen zur Isolierung und Reinigung organischer Substanzen.	
A. Vorbereitende Operationen	61
1. Zerkleinern und Sieben	61
2. Filtrieren und Zentrifugieren	62
a) Einfaches Filtrieren unter dem hydrostatischen Druck des Filtergutes	63
b) Absaugen (Filtrieren unter vermindertem Druck)	64
c) Filtrieren unter erhöhtem Druck	65
d) Abpressen	66
e) Zentrifugieren	66
3. Trocknen	68
a) Das Trocknen fester Stoffe	68
b) Das Trocknen von Flüssigkeiten und Lösungen	71
B. Extraktion	72
1. Allgemeines über Extraktionsmittel und Extraktionstechnik	72
a) Trennung organischer von anorganischen Substanzen durch Extraktion	72
b) Auswahl der Extraktionsmittel	73
c) Allgemeine Extraktionstechnik	73

Inhaltsverzeichnis.

IX

	Seite
2. Extraktion fester Körper	74
a) Extraktion bei gewöhnlicher Temperatur	74
b) Extraktion bei erhöhter Temperatur (Digerieren)	75
c) Extraktion in kontinuierlichen Extraktionsapparaten	75
3. Extraktion von Flüssigkeiten	80
a) Ausschütteln	80
b) Kontinuierliche Flüssigkeitsextraktoren (Perforatoren).	81
c) Fraktionierte Verteilung	84
d) Anhang: Dialyse	85
C. Reinigung organischer Substanzen durch Krystallisation	86
1. Lösungsmittel und allgemeine Technik des Umkrystallisierens	86
2. Die Einzeloperationen des Umkrystallisierens	90
a) Allgemeine Reinigungsmethoden, Entfernung von Verunreinigungen, Entfärbungsmittel usw.	90
b) Lösen und Filtrieren	91
c) Auskrystallisieren	94
3. Trennung der festen Substanzen von der Mutterlauge	97
a) Absaugen	98
b) Zentrifugieren	102
c) Abpressen	103
d) Verwendung von Ton	103
e) Trocknen fester Substanzen	104
4. Spezielle Krystallisationsmethoden	105
a) Umkrystallisieren in indifferenten Gasatmosphäre	105
b) Die fraktionierte Krystallisation	107
D. Destillation	108
1. Die Destillation unter Atmosphärendruck	109
a) Destillierapparate	109
b) Destillationstechnik	114
2. Vakuumdestillation	116
a) Destillationsgefäße und Fraktionieraufsätze	117
b) Einfache Destilliervorlagen	123
c) Fraktioniervorlagen	124
d) Technik der Vakuumdestillation	129
3. Molekulardestillation (Hochvakuumdestillation im engeren Sinn)	133
4. Verdampfung	138
a) Verdampfung bei Atmosphärendruck	138
b) Verdampfung im Vakuum	140
5. Wasserdampfdestillation	146
a) Destillation mit gesättigtem Wasserdampf	147
b) Destillation mit überhitztem Wasserdampf	150
c) Technik der Wasserdampfdestillation	150
E. Sublimation	151
1. Sublimieren unter Atmosphärendruck	151
2. Vakuumsublimation	153
3. Sublimationstechnik	155

	Seite
F. Reinigung und Trennung organischer Substanzen durch Adsorption	155
1. Anwendung der Adsorptionsmethode für wohl definierte organische Substanzen	156
a) Methodik	157
b) Anwendbarkeit der Adsorptionsmethode	163
2. Benützung der Adsorptionsmethode zur Enzymreinigung u. dgl.	165
a) Methodik	165
b) Anwendbarkeit der Adsorptionsmethode	168
Anhang.	
I. Die chemischen Geräte und Hilfsmittel im allgemeinen	169
1. Glasgeräte	169
2. Porzellangeräte	175
3. Behandlung von Kork und Kautschuk.	176
4. Metallgeräte	177
5. Sonstiges	179
II. Handhabung ätzender, giftiger und leicht brennbarer chemischer Stoffe usw.	179
1. Ätzende Substanzen	179
2. Giftige Gase	180
3. Explosible Stoffe und Arbeiten im Vakuum sowie unter Druck	180
4. Leicht entzündliche Stoffe	180
III. Allgemeine Laboratoriumseinrichtungen und -anordnungen	181
1. Bau und Anlage chemischer Laboratorien	181
2. Allgemeine Einrichtung organisch-präparativer Laboratorien	182
3. Einrichtung von Spezialräumen	183
IV. Leitlinien für die Protokollführung und Veröffentlichung	184
1. Protokollführung	184
2. Publikationstechnik	185
a) Allgemeines.	186
b) Art der Abfassung von Veröffentlichungen in Zeitschriften	188
Sachverzeichnis	191