

Praktikum Organisch-Anorganische Synthesechemie

Präparate nach Kategorien sortiert.

Anmerkung: Sicher ist es günstig möglichst nicht nur sehr ähnliche Synthesen durchzuführen (also z.B. nur Komplexe). Schwierigkeitsgrad: je mehr Sterne desto schwerer. Für eine sehr gute Bewertung, müssen Präparate mit mind. ** durchgeführt werden.

Sie kennen inzwischen Ihre präparativen Fähigkeiten, wählen Sie Ihre Präparate entsprechend aus. Jeder Versuch soll nur einmal durchgeführt werden. Bei Misserfolg führen Sie einen anderen Versuch durch. Melden Sie Ihre Versuch an, wer zuerst kommt malt zuerst!

Zum Bestehen müssen, in Summe, 4* erreicht werden. Je mehr gute Präparate desto besser die Note!

Möchten Sie ein Präparat herstellen das nicht aufgeführt ist, wenden Sie sich rechtzeitig an die Betreuer, ggf. mit der entsprechenden Vorschrift/Methode.

Abkürzungen: Hydr. = Hydrolyse empfindlich; Ox. = Oxidationsempfindlich; FP = Folgeprodukt beachten (z.B. 1.3 = 1. Kategorie 3. Versuch; ED = Edukte zuvor herstellen!, anal = analog Vorschrift); HT = Hochtemperatur; G -Arbeiten mit Gasen, T = Sehr giftig; P = Pyrophor, ! (1. Spalte) = wichtiges Präparat; A! = unbedingt rechtzeitig anmelden, aufbauintensiver Versuch!; U = Umsetzung suchen!, Classic = sehr alte Versuchsbeschreibung

Alle Präparate müssen entsprechend charakterisiert werden!

Anorganische Synthesen, Komplexe und alte Synthesen

Zumeist anorganische Synthesen, die es allerdings mitunter in sich haben.

Nr. Lit	Präparat	Art	Literatur	Schwierigkeit
	Aluminiumiodid	Hydr.	Brauer alt	*
5	Bortribromid BBr_3	Hydr. HT A!	Anorg.-präp.Chem. Grubitsch	***
12	Kaliumborfluorid	-	Anorg.-präp.Chem. Grubitsch	*
	Lenard-Phosphor (Kohleofen)	HT A!	http://www.versuchscheme.de/p/topic,268582.html	*
3	Bariumthiocarbonat $BaCS_3$	G	Anorg.-präp.Chem. Grubitsch	*(*)
6	Carbonatotetramincobaltnitrat	-	Anorg.-präp.Chem. Grubitsch	*
15	Kupferquecksilberiodid	T	Anorg.-präp.Chem. Grubitsch	*
9	Eisen(II)bromid	Hydr.Ox A	Anorg.Syn.Chem. Schreer S11	*
10	Eisen(II)chlorid	Hydr.Ox	Anorg.Syn.Chem. Schreer S10	*
!	$Na[N\{Si(CH_3)_3\}_2]$	Hydr.	Suchen	**
8 !	Eisen(II)acetat	Ox.	Anorg.Syn.Chem. Schreer S142	**

	[Fe ₂ S ₂ (CO) ₆]		F_P_B 99	**
7	Cu(CH ₃ COCHCOCH ₃) ₂	-	Anorg.Syn.Chem. Schreer S125	(*)
22	Ni(CH ₃ COCHCOCH ₃) ₂	-	Anorg.Syn.Chem. Schreer S121	*
4	Bis(N-phenylsalicylaldiminato)-nickel(II)	-	Anorg.Syn.Chem. Schreer S132	*
20 !	N,N'-Ethylen-bis(salicylaldiminato-cobalt(II))	Ox	Anorg.Syn.Chem. Schreer S135	*
17 !	Magnesium-Anthracen THF	Ox	Organomagne MOS S41, F_P_B 29	** **
30	Siliziumtetrabromid SiBr ₄	Hydr! A!, G	Präp. Anorg. Chem. Hecht S94	***
13	Kohlenstofftetraoxid	Hydr, Ox	Präp. Anorg. Chem. Hecht S101	*
28	Rubeanwasserstoff	G	Präp. Anorg. Chem. Hecht S110	*(*)
2	Ammoniumkupfertetrasulfid	G	Präp. Anorg. Chem. Hecht S125	*(*)
1	Kaliumeisen(III)sulfid	HT	Präp. Anorg. Chem. Hecht S125	*(*)
11	Iodsäure	-	Präp. Anorg. Chem. Hecht S134	(*)
26	Rb[Sb(IV)Cl ₆]	G	Präp. Anorg. Chem. Hecht S152	*
27	Roussinsches Ammoniumsalz	G	Präp. Anorg. Chem. Hecht S159	*
	o-Vanadinsäuretriethylester	(hydr.)	Präp. Anorg. Chem. Hecht S198	*
19	MnCl ₂ *(THF)	(hydr.)	Anorg.Syn.Chem. Schreer S25	*
	Selen(IV)chlorid	(hydr.) G	SMOIC Brauer 10 S. 144	**
31	Tellur(IV)oxid	-	SMOIC Brauer 7 S. 199	*(*)
32	Triphenylboran	Ox, Hyd	Organomagne MOS 2.Ed S472	**
1 !	Allylzinc Bromide Lsg.	Hy, U	Organomagne MOS 2.Ed S615	**
25	Quecksilbersulfid, rot Zinnober	-	SMOIC Brauer ZN S201	*
18	Millonsche Base	-	SMOIC Brauer ZN S204	*
14	Kupfer(I)sulfat	(hydr.)	SMOIC Brauer ZN S15	(*)
33	Zinkcyanid	-	SMOIC Brauer ZN S133	*
34	Zinkdiacetat	FPED; -	SMOIC Brauer ZN S132	*
13	Bismut(III)iodid	-	Präp. Anorg. Chem. Hecht S101	*(*)
15	Silber Recycling	HT	Anorg.-präp.Chem. Grubitsch	
23	Schwefligsäurediethylester	Hyd.	Anorganikum 65	*(*)
30	Kohlenstofftetrabromid	Druck, AlBr ₃	Präp. Anorg. Chem. Hecht S94	**
102	[Co[NH ₃] ₆]Cl ₂	Gas	Schreer	*(*)
105	AsI ₃	T+	Brauer Alt 597	*(*)

Metallorganische und Spezielle Synthesen d-Block und HG

55	Vanadiumoxidchlorid	Hydr.	Anorg.Syn.Chem. Schreer	*
51	Titan(III)chlorid*THF	Hydr. Ox	Anorg.Syn.Chem. Schreer	*(*)
54	Triphenylzinn(IV)chlorid	Hydr. T	Anorg.Syn.Chem. Schreer	**
36	Cp ₂ Mg(THF) ₂	Ox!; Py	Anorg.Syn.Chem. Schreer S. 87	**(*)
37	Cp ₂ Ni	Ox, FPED	Anorg.Syn.Chem. Schreer S.90	**
35	[(Ph ₃ P) ₃ P]CoCl	Ox.	Anorg.Syn.Chem. Schreer S.102	*

50	Ti(O ^t Pr) ₄	hy	Anorg.Syn.Chem. Schreer	*
41b 42	Diethylzink	Hydr; P	SMOIC Brauer ZN S139	**
41	Dibenzylzink	Hydr; P	SMOIC Brauer ZN S149	**
46	Magnesiumchlorid/bromid	Hydr.	Anorg.Syn.Chem. Schreer	*
52	Titan(IV)chlorid*THF	Hydr.	Anorg.Syn.Chem. Schreer	*
	Cp ₂ TiCl ₂	Ox. Hydr.	F_P_B 23 eine Stufe	**(*)
	Ti(NEt ₂) ₃	Ox. Hydr	F_P_B 57	**(*)
	Zirkon(IV)chlorid*THF	Hydr.	Anorg.Syn.Chem. Schreer	*
39	Cp ₂ ZrCl ₂	Hydr. FP1.11	Anorg.Syn.Chem. Schreer	**
38	Cp ₂ Zr(Cl)H	Hydr. FP1.12	Anorg.Syn.Chem. Schreer 2 St.	**
!	Cp ₂ ZrCl ₂	Hydr. FPED	Anorg.Syn.Chem. Schreer	**(*)
48	Ni[P(OC ₆ H ₅) ₃] ₄	Ox	Anorg.Syn.Chem. Schreer S105	**
49	Petasis Reagenz	Hyd. FP2.12	Mod. Org. Synth. Lab. S157	***
47	Mo(CHCMe ₂ Ph)(NAr) OSO ₂ CF ₃	3 Stufen, Ox Hydr.	SMOIC Brauer 7 S. 149	Σ5*
58 !	η ⁵ CpCo(CDO)	Ox, FPED	SMOIC Brauer 10. S. 155 B	***
!	BuLi	Ox, Hy Pyr	Schreer 50	**(*)
	(Me ₂ Si) ₆	Ox, Hyd,	F_P_B 19	**
	Sn[N(SiMe ₃) ₂] ₂	Ox, Hyd.	F_P_B 33 2 Stufen	**
	BuLi	Ox, Hyd	Schreer	**(*)
43	Phenylnatrium	Ox, Hyd	Schlosser	**
	Li[N(SiMe ₃) ₂]	Ox, Hyd.	F_P_B 33	**(*)
	Na{B[(R)Ph] ₄ }	Ox, Red	F_P_B 43	**
!	HPPPh ₂	Ox	F_P_B 61 Argon	**
	Fe(C ₅ H ₄ -N ₃) ₂	Ox, Ex	F_P_B 65 2 Stufen CBr ₄	****
	[Bmim] ₂ [CuCl ₃]	Ox, Hydr.	F_P_B 85 2 Stufen Ionische Fl.	**
38	LiH(Al)(O ^t Bu) ₃	Hydr	Anorg.Syn.Chem. Schreer	**(*)
40	CpNa	Ox, Hydr.	Anorg.Syn.Chem. Schreer	**(*)
57	ZrCl ₄ *THF		Anorg.Syn.Chem. Schreer	

Synthesen von Seltenerd-Derivaten (RE)

	REX ₃	Hydr.	Wird gegeben	**(*)
!	YbI ₂	Ox, Hydr.	SMOIC Brauer Kat. S. 7	*
	EuI ₂	Ox, Hydr.	wird gegeben	**
	RE(cp) ₂ Cl	Ox, Hydr	SOC_67 (Nacp) Hochvac. Subl.	**(*)
	RE(cp)Cl ₂ (THF)	Ox. Hydr	SOC_68 (Nacp)	**
	Nd(cp) ₂ Cl ₂ Li(THF)	Ox. Hydr	SOC_68 (Nacp)	**
	RE(O ₃ SCF ₃) ₃	Hydr	SOC_68	**(*)

Synthese von Edelmetallderivaten

-Aufarbeitung der Rückstände/Zurückgewinnung nicht vergessen!-

72	Ru(NO) ₂ {PPh ₃ } ₂	Ox.	SMOIC Brauer 7 S. 58	**
----	--	-----	----------------------	----

70	Rh(NO){PPh ₃ } ₃	Ox	SMOIC Brauer 7 S. 59	*
71	Rh(Cl{P(Ph) ₃ } ₃)	Ox	SMOIC Brauer 7 S. 64	*
66 66 A	Pd{Pd(Ph) ₃ } ₄	Ox	SMOIC Brauer 7 S. 74 oder Organomagne MOS 2.Ed S1126	*
	[Pt(CH ₃) ₃ I] ₄	(Ox) FPEd	SMOIC Brauer 8 S. 90	*
!	Na ₂ [PdCl ₄]		Brauer Alt (BiBo)	*
!	Me ₃ ReO ₃	(Ox)	SMOIC Brauer 7 S. 18	**
	Pd(CH ₃ COCHCOCH ₃) ₂			
71	RhCl(PPh ₃) ₃		Organom. in Synth. 4 S.140	*
67	Pd ₂ (dba) ₃	Ox	Organomagne MOS 2.Ed S1127	*
	Pd(P(<i>t</i> -Bu) ₃) ₂	Ox, FPEd	Org. Syn.	**
68	Rh(CO) ₃ (PPh ₃) ₂	Ox.	SMOIC Brauer 7 S. 70	**
	MTO * 4PyCN	OX, FP3.8	SMOIC Brauer 3 S. 138	*
	[Ru(cod)(cot)]	OX	F_P_B 49	****

Katalysen und Organische Synthesen (ggf. Katalysator beachten!)

97	Triazolsynthese 1,3-DCA	MW-Synth.	Organom. in Synth. 4 S.8	**
75	Aminierung katalytisch	-	Organom. in Synth. 4 S.18	*
76	Aminierung	Ox	Organom. in Synth. 4 S.23	*
	Aminierung Arylierung	Ox	Organomagne MOS 2.Ed S1154	
92	Sharpless Epoxidierung	Hydr. FPEd	Mod. Org. Synth. Lab. S75	**
84	Kumada Kopplung	Hydr. FPEd	Mod. Org. Synth. Lab. S131 anal.	*
88	Negishi Kopplung	Hydr. FP3.12	Mod. Org. Synth. Lab. S132 anal.	*
91	Schwartz Reagenz	Hydr. FP	Mod. Org. Synth. Lab. S140 anal.	**
	Heck	Ox, FP3.4	Org. S416	*
!	9,10- Bis(phenylethynyl)anthracen	OX FP	Org. S411	
77	Suzuki	-	Org S412	
94A	Sonogashira	Ox FP3.6 3 Methoden	Appl. Homog. Cataly. Behr S.411 Organomagne MOS 2.Ed S1206	*
79	Corey-Fuchs	-	Mod. Org. Synth. Lab. S150 anal.	*
49	Petasis Reagenz Anwend.	FP2.X	Mod. Org. Synth. Lab. S157 anal.	**
	Cu ⁺ kataly. Aryletherbild.	Ox	SOS CC&HTReac. V2 S373	*
	Pd kat. Cyanierung	- FP3.11	SOS CC&HTReac. V2 S526	*
85	Tebbe Reagenz Anwendung			*(*)
94	Cu ⁺ kat. α-Aryl. von AcacH	-	SOS CC&HTReac. V2 S526 anal.	*(*)
	NaHTE, Reduktion mit	(Ox.) T	Tel.Org.Syn anal.	*(*)
86	MTO Oxidationen	FP3.8	SMOIC Brauer 10 S139 ff.	divers
73	[(Ph ₃ P)CuH] ₆ + Umsetzung	OX, G, U, A!	Organomagne MOS 2.Ed S739	**+**
79	Methylen. von Ketonen	Hy, A! anal.	Organomagne MOS 2.Ed S874	**

99				
98	Aldol/Knoevenagel TiCl ₄	Hydr		*(*)
100	Vinylcuprate	OX	Zwei Stufen	**
101	Manganorganyl	OX, Hydr		*(*)De
78	3-Chlorcumarin	G, T	Präp. Org. Photochemie S141	**
103 104	Diiodethan	G, Classic	AOCP	**
104	Ethylen	G, Classic	AOCP	*

Literatur:

Anmerkung: Die meisten Vorschriften können Sie beim Assistenten erhalten.

SOS CC&HTReac V	Science of Synthesis Carbon Coupling and Heck Type-Reactions VolXX.
Appl. Homog. Cataly. Behr	Applied Homogenous Catalysis, Behr A.; Wiley VCH.
Organomagne MOS	Organomagnesium Methods in Organic Synthesis, Wakefield; Academic Press.
Präp. Anorg. Chem. Hecht	Präparative Anorganische Chemie, Hecht H., Springer Verlag, 1951.
Tel.Org.Syn	Tellurium in Organic Synthesis, Petraghani, Academic Press 1994
Organomagne MOS 2.Ed	Organometallics in Synthesis A Manual Sec. Edition, Schlosser M., Wiley, 2002.
Brauer Alt	Handbuch der präparativen Anorganischen Chemie, Brauer, G., 1963
F_P_B 33	Auszug: (c) Ruhr Uni Bochum _ Seite
SOC	Synthesis of Organometallic Compounds
AOCP	Anleitung zur Darstellung Organisch Chemischer Präparate, Verlag Ferdinand Enke, 1894, Hugo Erdman.
MW	Microwave-assisted Organic Synthesis, D. Bogdal, Elsevier, 2005.