

Einleitung.

Dem Anfänger in präparativen organisch-chemischen Arbeiten seien folgende allgemeine Arbeitsregeln zur Beachtung empfohlen:

Nie beginne man die Darstellung eines Präparates, bevor man über die in Betracht kommenden chemischen Vorgänge völlig im klaren ist und sich über die physikalischen und chemischen Eigenschaften der Ausgangsmaterialien sowie der Zwischen- und Endprodukte genau informiert hat. Diese Kenntnisse sind für eine zweckmässige Darstellungsart der einzelnen Präparate meist unbedingt erforderlich. Wer z. B. Aethylbromid darstellen wollte, ohne zu wissen und stets zu berücksichtigen, dass es schon bei $38,4^{\circ}$ siedet, würde es sicherlich in sehr mangelhafter Ausbeute erhalten, weil er die besonderen Vorsichtsmassregeln unterlassen würde, welche nötig sind, um das Verdunsten des Aethylbromids zu verhindern. Ebenso muss man bei der Darstellung des Acetylchlorids wissen, dass es durch die Luftfeuchtigkeit zersetzt und verunreinigt wird, weshalb diese fernzuhalten ist.

Aehnliche Beispiele lassen sich noch in zahlloser Menge anführen.

Ueber die Eigenschaften der Zwischen- und der Endprodukte kann sich der Lernende zunächst natürlich nur aus Büchern unterrichten. Dagegen versäume er nicht, die Eigenschaften der Ausgangsprodukte aus eigener Anschauung in kleinen Reagensglasversuchen kennen zu lernen und so seine praktische Erfahrung nach Möglichkeit zu vergrössern. Wer z. B. Benzoesäure in die Hand bekommt, um deren Ester herzustellen, benutze die Gelegenheit, um sich von den

Löslichkeitsverhältnissen und der ausserordentlichen Sublimationsfähigkeit der Säure zu überzeugen. Solche Versuche sind immer anzuraten, dann aber ganz besonders geboten, wenn man über die Reinheit der vorliegenden Ausgangsmaterialien im Zweifel ist. Durch einige wenige kleine Versuche kann man bisweilen feststellen, dass das vorliegende Material nicht rein genug zur Verwendung ist.

Doch nicht nur die qualitativen, sondern auch die quantitativen Verhältnisse der Ausgangsprodukte sind zu berücksichtigen. Stets berechne man nach der Reaktionsgleichung, welche Mengen der aufeinander einwirkenden Verbindungen theoretisch erforderlich sind, und vergleiche damit die Mengenverhältnisse, welche die betreffende praktische Vorschrift verlangt. Bemerkt man Abweichungen, so suche man den Zweck derselben zu ergründen.

Geht man nun an die Darstellung des Präparates, so achte man bei der Wahl der erforderlichen Gefässe besonders auf eine angemessene Grösse und eine zweckmässige Form derselben. Die in organisch-präparativen Arbeiten noch Unerfahrenen pflegen von ihrer anorganisch-analytischen Thätigkeit her eine besondere Vorliebe für das Arbeiten in Bechergläsern zu haben. Dieselben eignen sich jedoch nur für gewisse präparative Zwecke; im allgemeinen sind Kolben und zwar besonders die billigen und widerstandsfähigen Rundkolben die Gefässe, in denen der organische Chemiker im Laboratorium seine Reaktionen vor sich gehen lässt. Die Verwendung von Kolben hat u. a. den grossen Vorteil, dass man sie bequem luftdicht verschliessen und so die Verdunstung der oft flüchtigen organischen Substanzen, sowie den häufig sehr schädlichen Zutritt von Luft verhindern kann.

Auch das Krystallisieren nimmt man gewöhnlich nur dann in Schalen oder Bechergläsern vor, wenn man dabei das Lösungsmittel verdunsten lassen will. Handelt es sich aber, wie in den meisten Fällen, um Krystallisationen, die beim Erkalten heisser Lösungen eintreten sollen, so lässt man sie in Erlenmeyerschen oder gewöhnlichen Stehkolben vor sich gehen. Setzt sich die auskrystallisierende Substanz fest

an die Glaswandung an, so kann man sie mit einem (nötigenfalls gebogenen) Glasstabe loslösen, was bei Verwendung Erlenmeyerscher Kolben besonders leicht ausführbar ist.

In den folgenden Vorschriften ist nie angegeben, wie viel des Lösungsmittels zum Krystallisieren einer gewissen Substanzmenge erforderlich ist. Einen Anhalt dafür liefern einige Vorversuche, die man mit wenigen Dezigrammen der Substanz in Reagensgläsern anstellt. Hat man so annähernd ermittelt, wie viel des siedenden Lösungsmittels eine Substanz zur Lösung braucht, so übergiesst man die fein gepulverte Verbindung in einem Kolben mit einer zur Auflösung noch nicht hinreichenden Menge des heissen Lösungsmittels, erhitzt zum Sieden — wenn erforderlich, am Rückflusskühler — und setzt nun so lange Lösungsflüssigkeit hinzu, bis vollständige Lösung der Substanz eingetreten ist. Die Flüssigkeit wird dann filtriert und erkalten gelassen. Dies ist die allgemein übliche Art der Krystallisation; auf bisweilen erforderliche Abweichungen von dieser Methode wird nötigenfalls hingewiesen werden.

Ist die Darstellung eines Präparates wesentlich anders verlaufen, oder ist die Ausbeute erheblich geringer, als die Vorschrift sie angiebt, so wiederhole man die Darstellung. Unerfahrene glauben sehr häufig, bei einer solchen Wiederholung wenig oder nichts mehr lernen zu können; sie halten die darauf zu verwendende Zeit für verloren und meinen, es genüge, bei der ersten, missglückten Darstellung die „Prinzipien“ derselben hinreichend kennen gelernt zu haben. Jeder ältere Chemiker kennt die Verkehrtheit dieser Anschauung und weiss, dass ein aufmerksamer Beobachter bei der zweiten und dritten und oft auch noch bei der zehnten Darstellung eines Präparates zahlreiche und wichtige Erfahrungen machen kann. In der Technik denkt man nicht an die Aufnahme der Fabrikation eines Präparates, ehe die Darstellung desselben 10mal oder noch viel öfter ausprobiert worden ist.

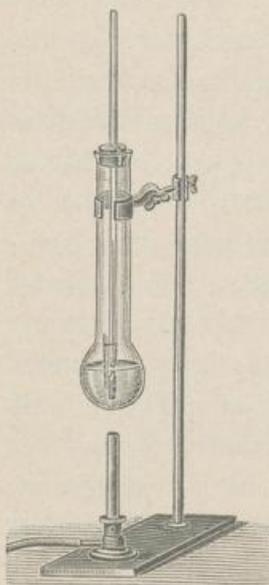
Hat man ein Präparat in befriedigender Weise dargestellt, so unterlasse man nie, die speziellen und die Klassenreaktionen desselben, soweit angängig, anzustellen. Am Schlusse der einzelnen Präparatenvorschriften sind stets die

wichtigsten physikalischen Eigenschaften und spezielle chemische Reaktionen der betreffenden Substanz genannt, doch sei, namentlich mit Rücksicht auf die nicht ausführlich erörterten Klassenreaktionen der einzelnen Verbindungen, das Nachschlagen derselben in einem Lehrbuche ausdrücklich empfohlen. Auf die Reinheit der erhaltenen Substanz achte man besonders und überzeuge sich davon nach Möglichkeit durch qualitative Proben und in geeigneten Fällen, von denen mehrere bezeichnet werden sollen, auch durch quantitative Analysen.

Eine der bequemsten und beliebtesten Methoden zur Identifizierung eines festen Körpers und zur Kontrolle seiner Reinheit ist die Bestimmung des Schmelzpunktes. In eine dünnwandige, an ihrem unteren Ende zugeschmolzene, etwa 1 mm weite Glaskapillare bringt man einige Milligramme der fein gepulverten, trockenen, reinen Substanz, lässt sie durch Aufklopfen des Röhrchens nach unten gleiten und drückt sie mit einem ausgeglühten Platindraht oder einem sauberen

Glasfaden zu einer 2—3 mm hohen Schicht zusammen. Dieses Röhrchen befestigt man nun mittelst eines Kautschukringes oder besser eines schmalen Platinblechstreifens so an einem auf seine Richtigkeit geprüften Thermometer, dass die Substanz sich dicht an der Mitte des Quecksilbercylinders befindet. Das Thermometer wird mit Hilfe eines Korkstopfens, der seitlich angeschnitten ist, also nicht luftdicht schliesst, so weit in die zu zwei Drittel mit reiner, konzentrierter Schwefelsäure gefüllte Kugel eines Schmelzpunktkolbens (Fig. 1) gesenkt, dass sich der Quecksilbercylinder und die Substanz in der Mitte der Flüssigkeit befinden. Bei vorsichtigem Erhitzen des Kölbchens lässt sich leicht beobachten, bei welcher Temperatur der Körper schmilzt. Das Schmelzen erfolgt, wenn er rein ist, vollständig innerhalb 1—2 Graden. Enthält die Substanz auch nur sehr geringe Mengen von Verunreinigungen, so wird

Fig. 1.



temperatur der Körper schmilzt. Das Schmelzen erfolgt, wenn er rein ist, vollständig innerhalb 1—2 Graden. Enthält die Substanz auch nur sehr geringe Mengen von Verunreinigungen, so wird

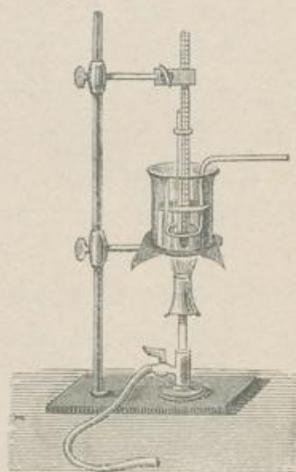
der Schmelzpunkt meist erniedrigt und unscharf. Beim Erhitzen des Kolbens bewege man die Flamme rings um ihn herum, halte aber die Hand nicht direkt unter den Kolben, sondern zur Seite, und bringe die Augen nicht ganz dicht an den Kolben.

In der konzentrierten Schwefelsäure kann man Schmelzpunkte bis ungefähr 270° beobachten; liegt der Schmelzpunkt höher, so erhitzt man die Substanz in gleicher Weise in geschmolzenem Paraffin, das gewöhnlich eine Beobachtung bis etwa 330° gestattet. Bei Verbindungen, die sehr niedrig schmelzen (etwa bis 70°), bedient man sich des in Fig. 2 abgebildeten Apparates, der mit Wasser gefüllt ist. Durch Rühren mit einem an seinem unteren Ende ringförmig gebogenen Glasstabe erhält man die Temperatur des Bades gleichmässig. Für sehr explosive Substanzen eignet sich diese Art der Schmelzpunkts- (bez. w. Zersetzungspunkts-) Bestimmung nicht.

Bei Arbeiten mit organischen Verbindungen ist in zweifacher Hinsicht besondere Vorsicht geboten. Man lasse nie ausser acht, dass sehr viele organische Substanzen mehr oder minder **giftig** und die meisten der gebräuchlichen organischen Lösungsmittel sehr leicht brennbar, also **feuergefährlich** sind. Was die Giftigkeit der Substanzen betrifft, so berücksichtige man stets, dass viele derselben nicht bloss dann schädlich wirken, wenn sie in den Magen oder die Atmungsorgane, oder durch äussere Verletzungen in die Blutbahn gelangen, sondern dass auch die unverletzte Haut im stande ist, zahlreiche organische Stoffe und mehr noch alkoholische, ätherische und ähnliche Lösungen derselben schnell aufzunehmen und dadurch Vergiftungen herbeizuführen.

Der sicherste Schutz gegen diese Gefahr liegt in der Beobachtung peinlichster Sauberkeit. Kommt trotzdem die Haut mit giftigen oder verdächtigen Substanzen in Berührung, so wasche man sich sofort. Vor dem Einatmen schädlicher

Fig. 2.



oder unangenehmer Dämpfe und Gase schütze man sich, indem man, wenn solche sich entwickeln, unter dem Abzuge arbeitet. Auch dann arbeite man, soweit es angängig ist, in Digestorien, wenn bei der betreffenden Operation zwar an sich keine schädlichen Dämpfe verbreitet werden, jedoch durch das Platzen eines erhitzten Gefässes und ähnliche Zufälle entwickelt werden können; z. B. können bei der Fraktionierung des Benzylchlorids die übergelenden Dämpfe so vollständig verdichtet werden, dass sie neben dem Apparate kaum zu riechen sind. Platzt aber dabei der Fraktionierkolben und fließt das Benzylchlorid aus, so können seine stechend riechenden und die Augen reizenden Dämpfe den betreffenden Arbeitsraum für Stunden oder Tage unbenutzbar machen, weshalb es sich empfiehlt, die Fraktionierung des Benzylchlorids im Digestorium vorzunehmen.

Auch das Abwägen oder Abmessen stark riechender Stoffe (Phosphorchloride, Kaliumcyanid, Brom u. s. w.) muss im Digestorium geschehen.

Gleiche Aufmerksamkeit erfordern die feuergefährlichen Lösungsmittel, Alkohol, Ligroin, Benzol, Aether, Schwefelkohlenstoff u. s. w. Nie dürfen dieselben in Schalen oder in Kolben ohne Kühler erhitzt oder in der Nähe einer Flamme umgegossen werden. Die schweren Dämpfe derselben, namentlich von Schwefelkohlenstoff, Aether und Benzol, fließen oft meterweit auf den Tischplatten entlang und entzünden sich dann an weitab stehenden Flammen. Das Erhitzen solcher leicht brennbaren Flüssigkeiten nimmt man entweder in Baumanschen Sicherheitswasserbädern (Fig. 7) vor oder in Wasserbädern, in die man von Zeit zu Zeit siedendes Wasser einfüllt, das man in gehöriger Entfernung heiss macht. Auch kann man, wenn man auf dem Arbeitsplatze Dampf zur Verfügung hat, das Wasserbad, in dem jene Flüssigkeiten erhitzt werden, durch Einleiten von Dampf im Sieden halten. — Ueber Aufbewahrung von Aether, Schwefelkohlenstoff, Ligroin, siehe bei Aether (S. 19).
