

# Praktikum

## Organische Materialchemie

Name: **Prakti Kant**

Matrikelnummer: **123456**

Versuchsdatum: **04.04.2017**

---

Protokoll zu Präparat 1:

**Cyclopenten**

*IUPAC-Name oder Trivialname*

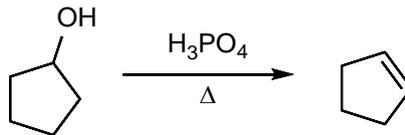


*Diese Abbildung als ACS Document 1996, in 150 % Größe*

**1. Abgabe**

## 1 Reaktionsgleichung und verwendete Chemikalien

Es wird die Darstellung von Cyclopenten aus Cyclopentanol über eine säurekatalysierte Dehydratisierung beschrieben. Es handelt sich hierbei um eine Eliminierungsreaktion.



*Diese und alle folgenden  
Abbildungen als ACS Document  
1996, in 100 % Größe.*

*Schema 1: Schemata immer untertiteln.*

### Cyclopentanol

$M = 86.13 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$   
 $\rho = 0.95 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1} (20 \text{ }^\circ\text{C})$   
Sdp. = 139 - 140 °C

### Phosphorsäure (85%)

$M = 98.00 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$   
 $\rho = 1.71 \text{ g mL}^{-1}$   
Sdp. = 139 - 140 °C

### Cyclopenten

$M = 68.12 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$   
 $\rho = 0.77 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1} (20 \text{ }^\circ\text{C})$   
Sdp. = 46 °C

## 2 Ansatzberechnung

Laut Versuchsvorschrift<sup>[1]</sup> werden folgende Chemiekalienmengen für den Reaktionsansatz verwendet:

*Table 1: Tabellen bekommen die Titelzeile immer oben drüber. Auf einheitliche Nachkommastellen achten.*

Substanz	Eq.	$M \text{ [g}\cdot\text{mol}^{-1}]$	$n \text{ [mmol]}$	$m \text{ [g]}$	$V \text{ [mL]}$
Cyclopentanol	1.0	86.13	xxx	...	...
Phosphorsäure (85%)	0.5	...	...	...	...

Bei dieser Reaktion werden xxx mmol an Cyclopentanol umgesetzt. Demnach beträgt die maximal mögliche Ausbeute an Cyclopenten:

$$n(\text{Cyclopenten}) = n(\text{Cyclopentanol})$$

$$m_{\max}(\text{Cyclopenten}) = M(\text{Cyclopenten}) \cdot n(\text{Cyclopenten})$$

Die Literaturnausbeute beträgt laut Vorschrift<sup>[1]</sup> 80%. Bezogen auf die Ansatzgröße ergibt sich eine Literaturnausbeute an Cyclopenten von:

$$m_{Lit}(Cyclopenten) = m_{max}(Cyclopenten) \cdot 0,8$$

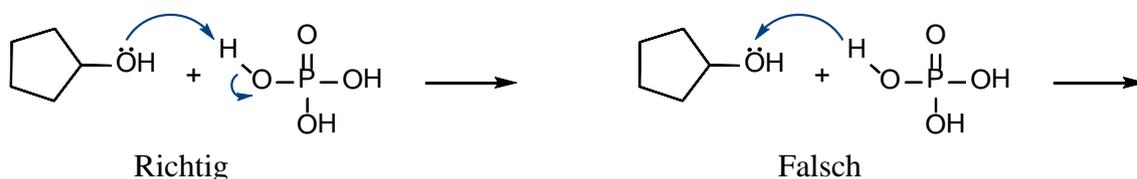
Zum Bestehen des Ansatzes sind mindestens 50% von der Literaturnausbeute erforderlich:

$$m_{Lit,50\%}(Cyclopenten) = m_{Lit}(Cyclopenten) \cdot 0,5$$

### 3 Theorie und Reaktionsmechanismus

Hinweise:

- Text in Blocksatz, Schriftgröße 12, Zeilenabstand: 1.5 Zeilen
- Beschreibung des Reaktionsmechanismus, sowie möglicher Nebenreaktionen. Begründung für den ablaufenden Mechanismus (z.B. wieso S<sub>N</sub>1 und nicht S<sub>N</sub>2)
- Mechanismuspfeile immer in Richtung der positiven Ladung/Partialladung (freie Elektronenpaare greifen an)



*Schema 2: Schemata immer untertiteln.*

- Elektronen KLAPPEN nicht (zu umgangssprachlich!), Verschieben von Elektronen
- Mechanismuspfeile: (zwei Elektronen), (ein Elektron, Radikal)
- Vorsilben wie  $\pi$ ,  $\sigma$ , *o*-, *m*-, *p*-, *ortho*, *meta*, *para*, *H*- oder *N*- immer kursiv
- Designvorschriften für ChemDraw: Struktur malen → markieren → in der Menüleiste auf „Object“ → „Apply Object Settings from“ → **ACS Document 1996** auswählen.
  - o Tipps für ChemDraw: **Strg + Shift + X** bringt alle Strukturen auf die gleiche Höhe, passt die Reaktionspfeillänge an die Textfelder an und zentriert die Textfelder über den Reaktionspfeilen. Dies funktioniert nur, wenn keine Mechanismuspfeile gemalt sind.



- **Strg + Shift + K** passt die Bindungswinkel in den Molekülen an. Manchmal muss manuell nachgeholfen werden.
- Fachbegriffe verwenden: Deprotonieren, Unterschied: Proton ( $H^+$ ), Hydridion ( $H^-$ ), Wasserstoff ( $H_2$ ), Abstrahieren eines Protons, Rearomatisierung des  $\pi$ -Elektronensystems, Carbeniumion oder Carbokation, Oxoniumion

#### 4 Versuchsdurchführung

- So kurz und präzise wie möglich (grundsätzlich in Anlehnung an die Originalvorschrift aber die tatsächliche, eigene Durchführung beschreiben)
- Zeitform: Präsens, Passiv (Es werden 25 mL Essigsäure hinzugegeben.)
- Kein Man, Wir, Ich etc.
- Geschütztes Leerzeichen zwischen Zahl und Einheit (100 mL), nicht bei Prozent: 98%
- geschütztes Leerzeichen: **Strg + Shift + Leerzeichen**; geschützter Bindestrich: **Strg + Shift + „-,“**
- Ausbeuten ohne Nachkommastelle: (94.5% = 95%)
- überflüssige Informationen vermeiden: Es wird ein Rührfisch (2 cm) verwendet etc.

Beispiel:

In einem 100 mL Rundkolben mit einer 20-cm-Vigreux-Kolonnen und einem Destillationsaufsatz werden xx mL (xx mmol) Cyclopentanol und xx mL (xx mmol) Phosphorsäure (85%) vorgelegt. Das Reaktionsgemisch wird auf xxx °C erhitzt und das sich bildende Produkt ständig abdestilliert. Zusätzlich wird die Vorlage mit einem Eisbad gekühlt. Das Destillat wird im Scheidetrichter von der wässrigen Phase abgetrennt, über Natriumsulfat getrocknet und bei einem Druck von xyz mbar und einer Kopftemperatur von xyz °C destilliert. Es resultiert eine farblose Flüssigkeit.

Wichtig:

Am Rotationsverdampfer wird nicht abdestilliert. Die Lösung wird am Rotationsverdampfer eingengt oder das Lösungsmittel im Vakuum entfernt.



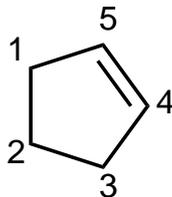
## 5 Ausbeuteberechnung und Reinheit

Die nach der Literatur<sup>[1]</sup> maximal erreichbare Ausbeute an Cyclopenten beträgt bei dieser Reaktion xxx g ( $\eta_{Lit} = 80\%$ ). Nach der durchgeführten Reaktion konnten 7.70 g (xx mmol) Cyclopenten isoliert werden. Das entspricht einer Ausbeute von xx% der Literatur und einer Ausbeute von yy% der Theorie.

$$\eta_{Lit}(\text{Cyclopenten}) = \frac{7.70\text{g}}{m_{Lit}} = xx\% \quad \eta(\text{Cyclopenten}) = \frac{7.70\text{g}}{m_{max}} = yy\%$$

Der Brechungsindex des Cyclopentens beträgt laut Literaturangaben<sup>[1]</sup>  $n_D = x.yyyy$  (20 °C, 589 nm) und stimmt mit dem gemessenen Brechungsindex von  $n_D = x.yyyy$  (20 °C, 589 nm) gut überein. Die Auswertung des <sup>1</sup>H-NMR-Spektrums zeigt leichte/starke/keine Verunreinigungen der Substanz. (Dieser Satz kommt nur in den Wertungsstufen zu tragen).

## 6 Analytik



**Smp** (DSC): xxx °C. oder **n<sub>20</sub><sup>D</sup>**: x.xxxx.

**<sup>1</sup>H-NMR** (400 MHz, CDCl<sub>3</sub>):  $\delta = 1.90$  (q,  $J = 7.1$  Hz, 2 H, 2-H), 2.28 (m, 4 H, 1-H + 3-H), 5.60 (m, 2 H, 4-H + 5-H) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR** (100 MHz, CDCl<sub>3</sub>):  $\delta = 22.9$  (-, 1 C, 2-C), 32.5 (-, 2 C, 1-C + 3-C), 130.6 (+, 2 C, 4-C + 5-C) ppm.

**IR** (ATR):  $\nu = 3106, 3014$  (C=CH), 2963 (C-CH<sub>2</sub>), 2902, 2874, 2849, 1600, 1520, 1439, 1386, 1310, 1286, 1261, 1210, 1141, 1108, 1066, 1058, 983, 957, 924, 859, 849, 815, 732, 686, 650, 618, 571, 503, 484, 443, 424 cm<sup>-1</sup>.



**EI-MS (DEP, 70 eV):**  $m/z$  (%) = 68.0 (100)  $[M^+]$ , 54.0 (27)  $[M - CH_2]^+$ , 14.3 (8).

oder

**ESI-MS:**  $m/z$  (%) = 91.0 (100)  $[M + Na]^+$ , 69.0 (27)  $[M + H]^+$ .

**UV-VIS** ( $CHCl_3$ ):  $\lambda$  = 380, 230, 205 nm.

Bitte die relevanten Signale in den jeweiligen Spektren und deren Bedeutung kurz diskutieren.  
Bei den Farbstoffen liegt hier ein besonderer Schwerpunkt auf den UV-Spektren.

## 7 Literatur

Im Folgenden sind Beispiele für die Zitierweise von Fachbüchern wie [1] bis [3] sowie von wissenschaftlichen Artikel (Journals, Paper) wie z.B. [4] gezeigt. Dieser Zitationsstil muss beachtet werden. Bei Internetquellen immer die URL und das Abrufdatum angeben. Keine Google-Links verwenden. Wikipedia ist keine wissenschaftlich zitierbare Quelle!

- [1] H. G. O. Becker, *Organikum*, 21. Aufl., Wiley-VCH: Weinheim, **2000**, 275.
- [2] K. P. C. Vollhardt, N. E. Schore, *Organische Chemie*, 4. Aufl., Wiley-VCH: Weinheim, **2005**, 345.
- [3] R. Brückner, *Reaktionsmechanismen*, 3. Aufl., Spektrum Akademischer Verlag, **2004**, 444.
- [4] S. Danishefsky, T. Kitahara, *J. Am. Chem. Soc.* **1974**, 96, 7807.