© Christoph Hirschhäuser

<WOFÜR?> z.B. Organisch-chemisches Master-Praktikum

<WO?> z.B. Universität Duisburg Essen

< Wann> z.B. SoSe 2049

**<Was? > Wie Schreibe ich einen Bericht?**

<Wer?> Hoffentlich Sie!

Betreuer/in: <Name>

 <Bei Praktikumsberichten>

Auftraggeber/in: <Name> 1. Abgabe: <Datum>

**Vorwort**

Bei einer Master oder Doktorarbeit haben Sie die Möglichkeit ein Vorwort zu schreiben, in dem Sie z.B. Ihrem Betreuer, Ihren Mitarbeitern etc. danken können. Bei einem Praktikumsbericht fallen diese und alle Seiten bis zum Inhaltsverzeichnis weg => LÖSCHEN.

**Kurzzusammenfassung**

Fassen sie Ihre Arbeit auf maximal einer Seite zusammen! Es empfiehlt sich, diesen Abschnitt als letztes zu schreiben und sich dafür Zeit zu lassen. Dies ist der Teil Ihrer Arbeit, der am meisten gelesen werden wird. Seien Sie kurz und präzise und konzentrieren Sie sich auf das Wesentliche. Wiederholen Sie nicht die experimentellen Details Ihrer Arbeit, sondern fassen Sie die sich daraus ergebenden Erkenntnisse zusammen.

**Abstract**

Bei Dissertationen das gleiche noch einmal auf Englisch.

# Inhalt

[Inhalt 5](#_Toc381197266)

[1 Einleitung 1](#_Toc381197267)

[1.1 Formatierung 1](#_Toc381197268)

[1.2 Relevante Themengebiete 1](#_Toc381197269)

[2 Aufgabenstellung und Konzeption 3](#_Toc381197270)

[2.1 <Aufgabe/Schritt 1> z.B. Synthese von Pentylamin 3](#_Toc381197271)

[2.2 Umfang 4](#_Toc381197272)

[3 Durchführung 5](#_Toc381197273)

[3.1 Dies ist nicht der Experimentelle Teil! 5](#_Toc381197274)

[3.2 Im OC-M Praktikum… 5](#_Toc381197275)

[3.2.1 Also Nicht so… 6](#_Toc381197276)

[3.2.2 …sondern So! 6](#_Toc381197277)

[4 Zusammenfassung und Ausblick 8](#_Toc381197278)

[4.1 Zusammenfassung 8](#_Toc381197279)

[4.2 Ausblick 8](#_Toc381197280)

[5 Experimenteller Teil 9](#_Toc381197281)

[5.1 Allgemeine Experimentelle Bedingungen (Entfällt für Praktika) 9](#_Toc381197282)

[5.2 Z.B. Synthese von Teilbaustein A 9](#_Toc381197283)

[5.2.1 Pent-4-en-1-amin (11) 9](#_Toc381197284)

[6. Literatur 12](#_Toc381197285)

# Einleitung

In der Einleitung soll dem Leser das entsprechende Hintergrundwissen an die Hand gegeben werden, welches er benötigt um die vorliegende Arbeit zu verstehen und in Bezug auf den Stand der Forschung einordnen zu können. Dabei wird der aktuelle Kenntnisstand unabhängig von den neuen Erkenntnissen aus der im Folgenden beschriebenen Arbeit dargestellt. *Vor den folgenden Unterkapiteln also (genau hier!) könnten einige Sätze stehen, die das Gebiet der Arbeit grob umreißen.*

## Formatierung

**Literaturstellen** sollten als Endnoten (Verweise => Fußnote => Endnote einfügen) im Wiley-Format[[1]](#endnote-1) angefügt werden (hochgestellt, ohne Klammern, hinter den Satzzeichen). Bei wiederholter Nennung1 sind **Querverweise** (Einfügen => Hyperlinks => Querverweis) zu nutzen. Wichtig: Diese aktualisieren sich nicht automatisch! Daher zum Schluss alles mit „Strg + A“ markieren und mit „F9“ aktualisieren!

Auch die Einleitung soll **Abbildungen**, **Tabellen** und **Schemata** *(Faustregel: Alles, was Reaktionspfeile hat, ist ein Schema, alles andere eine Abbildung)* enthalten, so diese zur Erleichterung des Verständnisses beitragen. Diese sind mit entsprechenden Untertiteln zu kennzeichnen, die mit der Abschnittsnummer (Für Word: Überschrift 1) beginnen und eine fortlaufende Nummer haben. Keine Sorge mit diesem Templat macht Word das für Sie: Dazu Rechtsklick auf die Abbildung oder das Schema und „Beschriftung einfügen“, dann Bezeichnung wählen (also Abbildung, Tabelle oder Schema) und Text eingeben.

Auf jede Abbildung/Schema/Tabelle muss im Text an geeigneter Stelle verwiesen werden. Auch dazu empfehlen sich **Querverweise**. Diese können Sie wie immer mit Strg+A und F9 aktualisieren, sollten später z.B. Abbildungen hinzugefügt oder entfernt werden. Verweisen Sie hier jedoch nur auf „Kategorie und Nummer“ (Rechter Reiter im Querverweis-Fenster): Also z.B. Abbildung 1.1.



**Abbildung 1.1** Überraschter Smiley (Quelle: www.Wikipedia.de).

## Relevante Themengebiete

Relevante Themengebiete sind zum Beispiel spezielle Methoden (z.B. Metathese, Kreuzkupplung, nicht-kovalente Wechselwirkungen, kombinatorische Chemie, etc.), die in Ihren Arbeiten eingesetzt wurden, besondere Eigenschaften der Zielverbindung (Wofür soll das Material verwendet werden? Wie funktioniert sowas? Warum ist das Interessant?) oder biologische Hintergründe und Methoden. Die Länge der Einleitung sollte der Länge des Berichtes angemessen sein. Im Zweifel sollten die relevanten Themen, sowie Umfang der Einleitung mit dem Betreuer abgesprochen werden.

# Aufgabenstellung und Konzeption

In diesem Abschnitt sollen Motivation und Zielsetzung des beschriebenen Projektes dargelegt werden. Da in der Einleitung der Leser mit den Informationen über entsprechende Hintergrund-Literatur versorgt wurde, kann dieser Abschnitt relativ kurz gehalten werden. Verweisen Sie lieber auf die Einleitung (Querverweis), als sich hier zu wiederholen.

*Hier könnten Sie z.B. mit dem anvisierten Ziel der Arbeit beginnen (z.B. Entwicklung neuer Liganden für X) und dann die einzelnen Schritte, die zu dessen Erreichung nötig sind, kurz benennen (z.B. 1. Synthese, 2. In Vitro Tests, 3...) bevor Sie im Folgenden genauer darauf eingehen.*

## <Aufgabe/Schritt 1> z.B. Synthese von Pentylamin

In einem normalen **Praktikumsbericht** **wäre dies der einzige Unterabschnitt** und bedürfte daher keiner separaten Überschrift. Ein allgemeines Syntheseschema sollte die gesamte Route so übersichtlich wie möglich darstellen. Dabei empfiehlt es sich, ein einheitliches ChemDraw-Templat zu verwenden und dies in Word stets um den gleichen Faktor zu skalieren (hier Wiley Document Settings, 85%, FÜR PRAKTIKUMSBERICHTE VERPFLICHTEND). Ungewöhnliche Abkürzungen können entweder im Schema selbst oder in der Kurzbeschreibung erläutert werden. Die Zahlen unter den Molekülen können als „Ersatznamen“ für Verbindungen, wie in den folgenden Beispielen gezeigt, verwendet werden: Alkohol **1** wird mesyliert; Mesylierung von **1** führt zu…; Pentanol (**1**) wird mit Methansulfonsäurechlorid unter basischen Bedingungen… Verzichten Sie unbedingt darauf, dem Leser das Verständnis des Fließtextes durch unnötig lange oder komplizierte systematische Namen unnötig zu erschweren.



**Schema 2.1** <Kurzbeschreibung des Schemas und evtl. Erklärung ungewöhnlicher Abkürzungen> Synthese von Butylamin nach Gabriel (DCM = Dichlormethan).

Zur Beschreibung reicht eine kurze Erklärung des Schemas mit Verweis auf die entsprechende Literatur. Beispiel:

„Die geplante Synthese von Pentylamin (**4**) ist in Schema 2.1 gezeigt. Zur Einführung des Amins sollte Pentanol zunächst mesyliert (**1**→**2**)[[2]](#endnote-2) und anschließend wie von Gabriel et al.[[3]](#endnote-3) beschrieben in Phthalimid **3** überführt werden. Zur Hydrazinolyse von **3** wurde die Vorschrift von Meier und Schulze1 gewählt, da diese eine leichtere Aufarbeitung des Endproduktes versprach.“

## Umfang

Für einen Praktikumsbericht sollte dieser Teil 1-2 Seiten umfassen, bei einer Bachelorarbeit 2-5.

# Durchführung

Dies ist das **Herzstück der ganzen Arbeit**! Ihr Leser weiß aus der Einleitung, was es bereits relevantes in der Literatur gibt, und aus dem letzen Abschnitt, was Sie gerne Neues machen wollten: **Hier beschreiben und diskutieren Sie, was Sie tatsächlich gemacht haben**! Haben Sie das erreicht, was Sie sich vorgenommen haben? Gut. Hat es nicht geklappt, aber Sie konnten herausfinden warum? Auch ok. Was haben Sie stattdessen probiert? Haben Sie vielleicht etwas ganz anderes gefunden, das keiner erwartet hätte? Perfekt! Columbus wollte nach Indien, erinnern Sie sich?

## Dies ist nicht der Experimentelle Teil!

Beschreiben Sie hier nicht nur stumpf, was Sie handwerklich im Labor getan haben (das und das zusammengegeben und 30 min unter Rückfluss erhitzt und dann so und so aufgearbeitet). Erklären Sie stattdessen, welche Experimente Sie gemacht haben, um Ihre Hypothese zu testen. Wie waren diese aufgebaut? Was für Probleme gab es? Wie sind Sie denen begegnet? Beschreiben Sie die Experimente, aber dokumentieren Sie hier nicht jede Kleinigkeit (das kommt später!); es sei denn, es ist in dem Kontext besonders relevant, weil sich daraus ergibt, warum ein Experiment anders verlaufen ist, als gedacht. Oder Sie daraus ableiten können, wie Sie ein Experiment verändern müssen, damit es klappt.

Legen Sie lieber dar, warum Sie ihre Experimente so aufgebaut haben, wie Sie es getan haben und was Sie daraus gelernt haben. Hier müssen Sie es schaffen, dass der Leser Ihre Arbeit versteht!

## Im OC-M Praktikum…

…widmen Sie jeder Reaktion einen Unterabschnitt (Überschrift 2) und ein Schema. Erklären Sie anhand des Mechanismus, warum Sie die Reaktion so durchgeführt haben, wie Sie es getan haben. Handelt es sich dabei um einen Grundpraktikumsmechanismus, fassen Sie sich ruhig kurz. Sollte der Mechanismus jedoch komplexer, sein erklären Sie ihn anhand eines weiteren Schemas.

### Also nicht so…



**Schema 3.1** Hydrazinolyse von N-Pentylphthalimid (**3**).

1 g Edukt **3** wurde in 12 ml Ethanol gelöst und zu dieser Lösung wurden 0.9 ml Hydrazin getropft. Nach 12 Stunden wurde das Lösemittel am Rotationsverdampfer entfernt, der Rückstand in Essigsäureethylester aufgenommen und mit NaHCO3 Lösung extrahiert. Nach Trocknung mit Magnesiumsulfat und Entfernen der Lösemittel am Rotationsverdampfer wurde Produkt **4** in einer Ausbeute von 85 % isoliert. Dabei greift zunächst das freie Elektronenpaar eines Hydrazinstickstoffes an einem der Carbonylkohlenstoffe von **3** an und verdrängt den vorher gebunden Stickstoff. Dies geschieht zwei mal.

### …sondern So!

Nach Einführung des Phthalimids (siehe Abschnitt 3.2.1) wurde das gewünschte Amin durch Hydrazinolyse demaskiert (Schema 3.2). Dazu wurde **3** wie von Schulze et al. beschrieben1 mit 1.2 Äquivalenten Hydrazin in Ethanol erhitzt und nach basischer Aufarbeitung das Amin **4** in hoher Reinheit (laut 1H NMR) und einer Ausbeute von 85 % isoliert. Diese Ausbeute ist etwas geringer als die Literaturausbeute (95 %).



**Schema 3.2** Hydrazinolyse von N-Pentylphthalimid (**3**).

Ein plausibler Mechanismus der Reaktion ist in Schema 3.3 dargestellt. Nach einem nucleophilen Angriff des Hydrazins am Imid **3** und anschließender Abspaltung eines Protons bildet sich zunächst das tetraedische Addukt **5**, das dann im Sinne einer Acylsubstitution unter Ringöffnung und anschließender Protonierung zum Amid **6** reagiert. In einer weiteren Acylsubstitution erfolgt zunächst ein intramolekularer Angriff des terminalen Hydrazid-Stickstoffatoms an dem neu gebildeten Amid wodurch das tetraedrische Addukt **7** gebildet wird. Dieses spaltet, nach einer Protonenverschiebung zur Aktivierung der Abgangsgruppe, das gewünschten Amin **4**, unter gleichzeitiger Bildung des Nebenproduktes **8** ab.



**Schema 3.3** Hydrazinolyse von N-Pentylphthalimid (**3**) – Mechanismus (R = Pentyl).

Das Nebenprodukt **8** ließ sich leicht durch basische Aufarbeitung in das korrespondierende wasserlösliche Anion **9** überführen und auswaschen. In Abweichung von der Originalvorschrift wurde zur Trocknung der organischen Phase MgSO4 statt Na2SO4 verwendet. Die Bildung von Aminomagnesium-Komplexen unter diesen Bedingungen wurde an anderen Beispielen beschrieben,[[4]](#endnote-4) was ein wahrscheinlicher Grund für die im Vergleich zur Literatur geringere Ausbeute ist.

# Zusammenfassung und Ausblick

Im letzten Abschnitt haben Sie dem Leser detailliert erklärt, was Sie gemacht haben. Nun dampfen Sie das ganze auf weniger als 10 % des ursprünglichen Volumens ein!

## Zusammenfassung

Sollte dies eine Master oder Doktorarbeit werden, machen Sie sich klar, dass dies der Teil sein wird, der neben dem Abstract am häufigsten gelesen werden wird! Sie haben diese paar Seiten, um zu erklären, was Sie gemacht haben und was man daraus lernen kann! Konzentrieren Sie sich also auf das Wesentliche.

## Ausblick

Welche Perspektiven eröffnet Ihre Arbeit? Wohin kann, aufbauend auf Ihren Ergebnissen, die Reise gehen?

# Experimenteller Teil

Hier werden die einzelnen Experimente, die Sie in Ihrer Durchführung diskutiert haben, detailliert und *ohne Wertung* beschrieben. In der Durchführung haben Sie erklärt, was Sie warum gemacht haben und welche Schlüsse Sie daraus gezogen haben. Hier geht es nur um „Wie haben Sie das gemacht? Und was haben Sie dabei erhalten/beobachtet/gemessen?“

## Allgemeine Experimentelle Bedingungen (Entfällt für Praktika)

Beginnen Sie zunächst mit einer allgemeinen Beschreibung der Instrumente, die Sie benutzt haben. Z.B. Woher haben Sie Ihre Chemikalien? Haben Sie diese vor der Benutzung noch einmal gereinigt? Haben Sie Lösungsmittel getrocknet? Wenn ja, wie? Welche Geräte haben Sie für die Analytik verwendet?

## ***Z.B. Synthese*** von Teilbaustein A

*Beginnen Sie jede Vorschrift mit dem Namen des Zielmoleküls als Überschrift und einem Schema, das die beschriebene Umsetzung zeigt. Wenn Sie eine Zuordnung der NMR-Spektren durchführen, erleichtern Sie es dem Leser, wenn Sie die Atome in der Zielstruktur entsprechend nummerieren. Beschreiben Sie dann in kurzen, klaren Sätzen, was Sie gemacht haben. Geben Sie dabei für alle Reagenzien sowohl Gewicht (bei Feststoffen) bzw. Volumen (bei Flüssigkeiten) als auch die Molmasse an. So Sie Beobachtungen angeben, halten Sie diese möglichst wertfrei.*

*Die analytischen Daten geben Sie bitte ebenfalls im Wiley VCH-Format an. Für das OC-F Praktikum werden für jede Substanz mindestens ein 1H-NMR, IR sowie Schmelzpunkt (bei Feststoffen) und/oder Siedepunkt (unter Angabe des Drucks bei dem er gemessen wurde ⬄ Destillation) benötigt. Hier ein Beispiel:*

### Pent-4-en-1-amin (11)



In einem, mit einem Heißluftfön ausgeheizten Schlenkkolben (250 ml) wurden unter Argonatmosphäre 3.00 g Phthalimid (20.5 mmol) und 3.00 g K2CO3 (21.8 mmol) in 60 ml absolutem DMF suspendiert und für 15 Minuten bei Raumtemperatur gerührt. Dann wurden 3.75 g des Mesylats **10** (16 mmol) in 10 ml absolutem DMF zugetropft und die Reaktionsmischung bei 50 °C über Nacht gerührt. Der vollständige Umsatz wurde per GC-MS überprüft und die Reaktionsmischung auf ein Gemisch aus gesättigter NaHCO3-Lösung und Essigester (500 ml, Volumenverhältnis 1:1) gegeben. Nach Trennung der Phasen wurde die organische Phase dreimal mit gesättigter NaCl-Lösung (je 100 ml) gewaschen. Die organische Phase wurde mit Na2SO4 über Nacht getrocknet und am Rotationsverdampfer vom Lösungsmittel befreit. Nach chromatographischer Reinigung des Rückstands an Kieselgel mit CyHex/EtOAc (10:1) wurden 4.15 g des Phtalimids **11** (14.5 mmol, 90 %) als farbloser, kristalliner Feststoff gewonnen.

**M(C18H23NO2)** = 285.38 g/mol. (Nur fürs Praktikum)

**R*f*** = 0.19 (CyHex/EtOAc, 10:1).

**Smp.** 32-33 °C (CyHex - EtOAc).

**1H-NMR** (300 MHz, CDCl3): δ = 1.27 - 1.33 (m, 10 H , C3-H2 bis C7-H2), 1.65 (m, 2H, C2-H2), 2.00 (m, 2H, C8-H2), 3.65 (t, *J*H,H = 6.0 Hz, 2H, C1-H2), 4.88-4.99 (m, 2H, CH=CH2), 5.71-5.84 (m, 1H, CH=CH2), 7.68-7.70 (m, 2H, C4´-H und C7´-H), 7.80-7.83 (m, 2H, C5´-H und C6´‑H) ppm.

**13C-NMR** (75 MHZ, CDCl3): δ= 25.2, 28.7, 28.8, 28.9, 29.1, 33.6, 37.1 (C2 bis C8), 70.1 (C1), 114.0 (C10), 122.9 (C4´ und C7´), 132.0 (C3a´ und C7a´), 133.7 (C5´ und C6´), 138.9 (C9), 168.2 (C=O) ppm.

**IR** max/cm-1 3073 (w), 2922 (s), 2852 (m), 2361 (w), 1771 (m), 1714 (s), 1652 (w), 1638 (w), 1615 (w), 1465 (m), 1435 (m), 1394 (s), 1368 (m), 1336 (m), 1187 (w), 1167 (w), 1055 (m), 993 (w), 909 (m), 875 (w), 793 (w), 718 (s), 616 (m).

**MS** (EI, 70 eV): 285 (6) [M]+, 186 (9), 174 (13), 160 (100) [Methylphthalimid-1H]+, 148

(52), 130 (34), 104 (22), 77 (30), 55 (30), 41 (71) [Allyl]+.

**EA** berechnet für C18H23NO2 (285.38) C 75.76, H 8.12, N 4.91

gefunden C 75.59. H 8.10, N 4.85.

# Anhang

Hier werden sowohl die Originalmessdaten untergebracht, auf denen Ihre Auswertungen berugen (z.B. die Daten biologischer Assays, Enzymkinetiken, DLS-Messungen, etc.), oder zusätzliche Daten untergebracht, die ein besonders interessierter Leser noch gebrauchen kann (z.B. Bilder von 2D-Spektren, Aufnahmen von Elektronenmikroskopie, Atomkraftmikroskopie, HPLC-Chromtogramme etc.).

Im Praktikum sollen hier Bilder von 1H-NMR-Spektren abgebildet werden!

Außerdem am Ende noch **die ausgefüllte und abgezeichnete Betriebsanweisungen (Originale) beiheften** (eine Kopie an Dr. Hirschhäuser geben!)

# Literatur

1. F. Meier, H. Schulze, *Angew. Chem.* **2009***, 113,* 285-289. [↑](#endnote-ref-1)
2. F. Herberts, H. Schütze, *J. Org. Chem.* **1999***, 64,* 1456-1466. [↑](#endnote-ref-2)
3. ………………. [↑](#endnote-ref-3)
4. ……………. [↑](#endnote-ref-4)