

Sonderabdruck aus

Handbuch der mikrochemischen Methoden

Herausgegeben von

Friedrich Hecht und Michael K. Zacherl

Band I / Teil 1

Springer-Verlag in Wien / 1954

Alle Rechte vorbehalten

Präparative Mikromethoden in der organischen Chemie.

Von

H. Lieb und W. Schöniger.

Medizinisch-chemisches Institut und PREGL-Laboratorium der Universität in Graz.

Mit 139 Textabbildungen.

Inhaltsverzeichnis.

	Seite
Einleitung.....	2
I. Allgemeine chemische Methoden.....	3
1. Einfache Hilfsmittel.....	3
2. Arbeiten unter Erwärmung bzw. Kühlung.....	6
3. Arbeiten unter vermindertem bzw. erhöhtem Druck.....	7
4. Arbeiten unter Rühren und Schütteln.....	9
Literatur.....	12
II. Trennung fester Stoffe von Flüssigkeiten.....	12
1. Filtrieren.....	12
2. Zentrifugieren.....	17
Literatur.....	18
III. Trocknen.....	18
Literatur.....	21
IV. Extraktion.....	21
1. Extraktion von festen Körpern.....	21
2. Extraktion von Flüssigkeiten.....	27
3. Fraktionierte Extraktion (Gegenstromverteilung).....	31
Literatur.....	34
V. Dialyse.....	35
Literatur.....	38
VI. Umkristallisieren.....	38
Literatur.....	45
VII. Destillation.....	45
1. Einfache Destillation.....	46
2. Fraktionierte Destillation.....	55
3. Fraktioniervorlagen.....	64
4. Wasserdampfdestillation.....	66
5. Molekulardestillation.....	67
Literatur.....	70
VIII. Sublimation.....	71
Literatur.....	79
IX. Adsorption.....	79
Literatur.....	82

	Seite
X. Tabellen	84
1. Lösungsmittel	84
2. Kältemischungen	85
3. Heizbäder	86
4. Extraktionsapparate	86
5. Destillationsapparate	87
6. Sublimationsapparate	88

Einleitung.

Die mikrochemischen Methoden dienen vor allem der Aufgabe, chemische Reaktionen mit geringen Substanzmengen auszuführen, d. h. mit Mengen, die wesentlich kleiner sind, als man sie bei gewöhnlichen „Makro“-Verfahren benützt. Man arbeitet mit Milligrammen oder Bruchteilen davon bzw. mit wenigen Tropfen Flüssigkeit. Zu diesem Zweck müssen in erster Linie die nötigen Geräte entsprechend verkleinert werden, ganz gleich, ob es sich um analytische oder präparative Verfahren handelt. Diese Verkleinerung der Geräte ist aber oft nicht in einem der Verringerung der Substanzmenge entsprechenden Maß möglich (2).

An dieser Stelle soll vor allem eine Auswahl der für mikropräparatives Arbeiten geeigneten Geräte gegeben werden, da heute sowohl der anorganisch, als auch der organisch arbeitende Chemiker immer mehr gezwungen ist, mit kleinen Substanzmengen auszukommen, und dabei die für Makrozwecke üblichen Geräte und Apparaturen nicht verwenden kann.

Das Arbeiten mit kleinen Substanzmengen hat so viele Vorteile, daß z. B. Elementaranalysen fast nur noch nach Mikroverfahren ausgeführt werden. Da die reagierenden Mengen viel geringer sind als die bisher üblichen, spart man mit jeder im Mikromaßstab durchgeführten Operation wesentlich an Material, Zeit und Energie. Man bedenke nur, daß einerseits die Zeit, die zur Erwärmung eines Reaktionsgemisches auf die nötige Temperatur erforderlich ist, wesentlich geringer ist, daß andererseits auch eine Abkühlung viel schneller erzielt werden kann, wenn an Stelle von 500 bis 1000 ml Lösung nur 1 bis 2 ml zu erwärmen bzw. abzukühlen sind. Bei der Aufarbeitung wertvoller Naturstoffe oder synthetischer Produkte ist man fast immer gezwungen, im Mikromaßstab zu arbeiten.

Die im folgenden beschriebenen Geräte und Methoden sind für die erfolgreiche analytische und präparative Arbeit geeignet. Es muß jedoch darauf hingewiesen werden, daß wir nicht jedes einzelne Gerät zu erproben vermochten. Wir mußten uns bezüglich der Leistungsfähigkeit vieler Apparate auf die Angaben der betreffenden Autoren verlassen. Es war aber auch unmöglich, ohne den Rahmen der vorliegenden Darstellung zu sprengen, die einzelnen Geräte und Methoden so zu beschreiben, daß damit ein vollwertiger Ersatz für die Originalarbeiten geboten wäre. Wir waren bemüht, diese Beschreibung in kurzen Zügen wenigstens so weit zu geben, daß der Benützer des Handbuchs sich ein Bild über das Prinzip und über die Brauchbarkeit der für seine Zwecke in Betracht kommenden Geräte und Methoden machen kann. Ferner müssen wir darauf hinweisen, daß unsere Zusammenstellung keinen Anspruch auf Vollständigkeit erheben kann. Vor allem konnten diejenigen mikrochemischen Arbeitsmethoden nicht erfaßt werden, die nur in Veröffentlichungen ganz anderen Inhaltes nebenbei erwähnt und weder in den Referatenblättern behandelt, noch in den verschiedenen Monographien über präparative Methodik beschrieben sind.

Auf folgende Einzelwerke und Sammelreferate, in denen ebenfalls mikrochemische Methoden in der organischen Chemie beschrieben sind, sei an dieser Stelle noch verwiesen:

- CHERONIS, N. D., u. Mitarb., *J. Chem. Education* **16**, 28 (1939); **20**, 431, 488, 611 (1943); **21**, 603 (1944); **22**, 85, 107 (1945). — CHERONIS, N. D., u. A. VAVOULIS, *Mikrochem.* **38**, 428 (1951).
- DADIEU, A., u. H. KOPPER, *Angew. Chem.* **50**, 367 (1937).
- EMPH, F., *Mikrochemisches Praktikum*, 2. Aufl. München: J. F. Bergmann. 1931.
- FIEGL, F., *Qualitative Analysis by Spot Tests*, 3. Aufl. New York: Elsevier Publ. Comp. 1947.
- HALLETT, L. T., *Ind. Eng. Chem., Analyt. Ed.* **14**, 956 (1942).
- LIEB, H., u. W. SCHÖNIGER, *Anleitung zur Darstellung organischer Präparate mit kleinen Substanzmengen*. Wien: Springer-Verlag. 1950.
- MELDON, R. F., u. W. A. WATERS, *Methods of Quantitative Microanalysis*, S. 20—40. London: Ed. Arnold & Co. 1949.
- PFEIL, E., *Angew. Chem.* **54**, 161 (1941).
- PREGL, F., *Die quantitative organische Mikroanalyse*, S. 243, 3. Aufl. Berlin: J. Springer. 1930.
- SCHNEIDER, F., *Qualitative Organic Microanalysis*, S. 4—76. New York: J. Wiley & Sons. 1946.
- SOLTYS, A., *Mikrochem., Molisch-Festschrift*, S. 393 (1936).
- WRIGHT, G. F., *Canad. J. Res., Sect. B* **17**, 303 (1939).

Die Literatur der chemischen Zentralblätter ist bis Ende 1951 berücksichtigt.