

Inhalt

Danksagung — V

Vorwort — VII

1 Einleitung — 1

2 Schlenktechnik — 3

- 2.1 Aufbau einer Inertgasanlage im Labor — 3
- 2.2 Arbeiten an der Hahnleiste unter Schutzgasatmosphäre — 9
- 2.3 Arbeitstechniken mit Nadeln und Kanülen — 12
- 2.4 Aufbau einer Reaktionsapparatur — 19
- 2.5 Reaktionen unter Schutzgas ausführen — 21
- 2.6 Arbeiten in flüssigem Ammoniak — 22
- 2.7 Reaktionsprodukte aufarbeiten — 24
 - 2.7.1 Filtrieren — 24
 - 2.7.2 Einengen im Vakuum — 29
- 2.8 Rohprodukte reinigen — 30
 - 2.8.1 Kristallisieren — 30
 - 2.8.2 Destillieren — 32
 - 2.8.3 Sublimieren — 33
 - 2.8.4 Extrahieren — 35
- 2.9 Analysen abfüllen — 37

3 Gloveboxen — 39

- 3.1 Aufbau einer Glovebox — 39
- 3.2 Arbeiten an der Glovebox — 40
- 3.3 Wartungsarbeiten — 43
- 3.4 Technische Entwicklungen — 44

4 Vakuum und Hochvakuum — 47

- 4.1 Arten von Vakuumpumpen — 47
 - 4.1.1 Wasserstrahlpumpe — 48
 - 4.1.2 Membranpumpen — 48
 - 4.1.3 Drehschieberpumpen — 49
 - 4.1.4 Hochvakuumpumpen — 51
- 4.2 Druckmessung im Labor — 53

5	Trocknen von Lösungsmitteln — 57
5.1	Wirksamkeit von Trockenmitteln — 58
5.2	Vortrocknen von Lösungsmitteln — 60
5.2.1	Molsieb — 60
5.2.2	Alkalische Trockenmittel — 61
5.2.3	Phosphorpentoxid — 63
5.3	Endreinigung — 63
5.3.1	Molsieb — 63
5.3.2	Ketylieren — 65
5.3.3	Phthalocyanin-Methode — 66
5.3.4	Erhitzen mit Hydriden — 67
5.4	Sonderfall deuterierte Lösungsmittel — 67
5.5	Kommerzielle Lösungsmitteltrocknungsanlagen — 68
5.6	Bestimmung des Wassergehaltes in Lösungsmitteln — 69
6	Reinigen von Gasen — 71
6.1	Reinigen von Inertgas — 71
6.1.1	Entfernen von Sauerstoffspuren — 71
6.1.2	Entfernen von Wasserspuren — 73
6.2	Gasreinigung an der Inertgasanlage — 74
6.3	Reinigen von anderen Gasen — 75
7	Titration von Lithiumorganylen und Nachweisreaktionen — 77
8	Vernichtung gefährlicher Rückstände — 81
8.1	Protolyseempfindliche Stoffe — 81
8.2	Selbstentzündliche Stoffe — 82
9	Sicherheitshinweise — 85
10	Arbeitsvorschriften für Beispielpräparate — 89
10.1	Tris(trimethylsilyl)methan — 89
10.2	Cobaloxime — 91
10.3	Salen*-Silicium-Komplexe — 95
10.4	Metalloccenverbindungen der Gruppe 4 — 97
10.5	Ein Präkursor für SiBNC-Keramiken — 101
10.6	Chlorsilane und pyrophore Oligosilane — 103
11	Zeichnungen von Glasgeräten für die Inertgastechnik — 111