

Wie schreibe ich ein Fortgeschrittenen Protokoll? *kursiv = Hinweise*

{Allgemein: 1,5-facher Zeilenabstand, Schriftgröße 12, EINE Schriftart, Blocksatz}

Protokollnr. [laufend, für jedes Präparat neu] **Produktname** [ggf. Trivialname]

Reaktionsgleichung [erstellt mit Chemdraw, ACD labs oder ...] [alle Reaktanten mit Nr. versehen!]

Einleitung:

Schreiben Sie etwas Allgemeines zum Stoff oder zur Reaktion, zeigen Sie: Sie haben sich mit der Aufgabe beschäftigt! Nicht seitenweise sondern kurz und knackig!

Durchführung:

In einem sekurierten 250-ml Rundkolben, mit Rückflusskühler und Blasenähler wurde Benzoessäurethioamid **1** (2,53 g, XXX mmol) in 50 mL Toluol (ketyliert über Na/Benzophenon) gelöst/suspendier....

Nach der Säulenchromatographie (Kieselgel 60, Tol/EE 1:1) wurden 2,0 g (77 %) **4** in Form eines feinkristallinen, gelben Pulvers mit dem Schmelzpunkt 122°C (Lit. 121°C) erhalten.

^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): $\delta = 1,55$ (d, $J = 3,2$ Hz, 3H, CH_2); 2,34 (m, 5 H)...

^1H NMR (Messfrequenz in MHz, Lösungsmittel): $\delta =$ Verschiebung („Mitte“ des Signals bzw. bei undefinierbaren Multipletts den Bereich (von-bis) angeben) mit 2 Nachkommastellen (Multiplizität, Kopplungskonstante J in Hz mit 1 Nachkommastelle, Integral, Zuordnung (wenn sinnvoll)), Signale nach aufsteigender Verschiebung notieren ($s =$ Singulett, $d =$ Dublett, $t =$ Triplett, $m =$ Multiplett usw.)

^{13}C NMR (60 MHz, CDCl_3): $\delta = 33,2$ (q, 2-C); 44,0

^{13}C NMR (Messfrequenz in MHz, Lösungsmittel): $\delta =$ Verschiebung mit einer Nachkommastellen (Multiplizität des Signals, Zuordnung wenn sinnvoll), Signale mit aufsteigender Verschiebung notieren ($s =$ quartäres C, $d =$ CH, $t =$ CH_2 , $q =$ CH_3)

Vergleichsspektren suchen (SciFinder) oder (falls Substanz unbekannt) mit ChemDraw oder online Programm simulieren, importieren und mit eigenen Spektren vergleichen.

$R_t = 8.9$ min, $m/z = 170$ [M] $^+$, 141 [$\text{M}-\text{C}_2\text{H}_5$] $^+$, 127 [$\text{M}-\text{C}_3\text{H}_7$] $^+$, 113 [$\text{M}-\text{C}_4\text{H}_9$] $^+$, 99 [$\text{M}-\text{C}_5\text{H}_{11}$] $^+$, 85 [$\text{M}-\text{C}_6\text{H}_{13}$] $^+$, 71 [C_5H_{11}] $^+$, 57 [C_4H_9] $^+$.

GC-MS Spektren auswerten! (Retentionszeit, Molpeak, charakteristische Fragmente, Zuordnung der Signale zu Produkt, Edukt, möglichen Nebenprodukten usw.)

Kommentar [L1]: Keine Ich Form! Präteritum
Versuchen Sie Angaben wie 0,0034 g zu vermeiden besser ist 3,4 mg

Kommentar [L2]: Fixes Leerzeichen str+Ctrl+space

Kommentar [L3]: Hier steckt Ihre Ansatzberechnung!

Kommentar [L4]: Lit. Zitate mittels Zahlen oder in Klammern [1] angeben. Zitate wie Paul *et. al.* Nur in Ausnahmefällen im Text!

Kommentar [L5]: kursiv

Kommentar [L6]: kursiv

Kommentar [L7]: Art des Kohlenstoffes

Kommentar [L8]: Zuordnung wenn sinnvoll

Kommentar [L9]: SciFinder ist allerdings keine Literaturquelle! Immer die original Literatur angeben!

Kommentar [L10]: Natürlich nur, wenn gemessen!

Wie schreibe ich ein Fortgeschrittenen Protokoll? *kursiv = Hinweise*

Elementaranalyse: Berechnet für $C_nH_mN_xS_yCl_p$ gefunden: C: XX%, H: XX% [...]. Berechnet C: XX%, H: XX% [...].

Kommentar [E11]: z.B. 23,5%, eine Nachkommastelle

UV-VIS: λ_{\max} (abs): XXX nm ($\log \epsilon =$), in [Lösungsmittel].

Kommentar [E12]: Bei Angabe von titrierten Werten (z.B. Halogene oder Metallgehalt) Methode angeben!

Fluoreszenz: λ_{\max} (fluor): XXX nm, in [Lösungsmittel].

Kommentar [E13]: bei Anregung aus UV-VIS sonst angeben!

Reaktionsmechanismus:

Wichtige Sequenzen zeigen und mit Pfeilen untermauern. Kurze (!) verbale Beschreibung kann helfen. Ebenso kann eine Nummerierung günstig sein z.B. **1'** usw. Benutzen sie keine **1a**, **1b** diese sind meist verschiedenen Substituenten an **1** vorbehalten.

Diskussion:

Welche Probleme sind Aufgetreten? Was möchten Sie noch mitteilen?

[Sparen Sie sich Anmerkungen wie: Es blieb viel Stoff am Glas kleben, wodurch es zu Ausbeuteverlusten kam...]

Literatur:

1. H. Norman, P. Meiers, *Chem. Unserer Zeit* **1988**, 33, 34-44. [fiktive Lit.!]
2. J. J. Lie, *Heterocyclic Chemistry in Drug Discovery* John Wiley and Sons, Hoboken, **2013**, S. 212.
3. <https://cassi.cas.org/search.jsp> aufgerufen am 03.03.2020
4. http://www.ciando.com/img/books/extract/3131793694_lp.pdf aufgerufen 06.09.2020
5. U. Ritter, P. Scharff,

Kommentar [L14]: Angabe der Abkürzungen wie in <https://cassi.cas.org/search.jsp>

Kommentar [E15]: Journal

Kommentar [E16]: Buch

Kommentar [E17]: Internetseite

Kommentar [E18]: Schöne Erklärung für Ir, UV und mehr!!

Wikipedia und SciFi sind keine Lit. Angaben! Eine Literaturquelle auf einer Internetseite ist wie unter 1. zu aufzuführen!