

## AK Lindel, Richtlinien zur Protokollerstellung

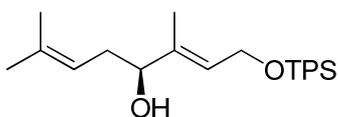
Die 1. Version des Protokolls ist spätestens **vier** Wochen nach Praktikumsende abzugeben.

- Arial, Schriftgröße 12, Blocksatz, 1.5 Zeilenabstand, 2.5 cm Rand, Seitenzahlen oben rechts, Deckblatt (Name, Matrikelnr., Zeitraum, Assistent)
- geschützte Leerzeichen vor ALLEN Einheiten verwenden, außer bei % (dafür strg+shift+Leertaste drücken, verhindert, dass die Einheit in die nächste Zeile rutscht oder zu weit auseinander gezogen wird)
- Größensymbole kursiv, Einheiten nicht kursiv
- Dezimalzahlen mit Punkt angeben
- Kursiv: stereochemische Angaben ((S)-Rosiridol), Lokanten (N-Methyl), Präfixe (*tert*-Butyl)
- Kapitälchen: Molarität M, Normalität N, D- und L- Nomenklatur (das geht so: kleinen Buchstaben schreiben, dann unter Formatierung „Kapitälchen“ wählen)
- Gliederung in Einleitung, theoretischen Teil und experimentellen Teil; das Schreiben mit dem experimentellen Teil beginnen!
- Formeln mit ChemDraw, ACS-Settings! (→ in ChemDraw alles markieren, dann „Object“-„Apply Object Settings from“-„ACS Settings oder von Anfang an „File“-„Apply Document Settings from“-„ACS Settings“ wählen)
- Stereochemie: a) unbekannt: gerade Bindung; b) racemisch: geschlängelte Bindung; c) relative Stereochemie bekannt: dicke, bzw. quer gleich gestrichelte Bindung; d) absolute Stereochemie bekannt: Keil nach vorn bzw. nach hinten
- Alle Strukturformeln durchgehend nummerieren (fett), jede Verbindung nur einmal pro Abschnitt abbilden, ansonsten die Verbindungsnummer verwenden
- Verbindungsnummern werden in Klammern gesetzt, wenn der Name eindeutig definiert ist, d. h. IUPAC-Name oder allgemein gebräuchlicher Trivialname (z.B.: Die Umsetzung des Trizyklus **15** mit Oroidin (**13**) lieferte die *spiro*-Verbindung **17**.)
- „Schemata“ enthalten Reaktionspfeile, alle anderen Grafiken sind „Abbildungen“. Legenden unterhalb der Grafiken, Tabellenüberschriften oberhalb. Durchnummerierung gruppenweise.
- Literaturangaben als Fußnoten, in eckigen Klammern, alle Autoren (Vornamen abkürzen), *Zeitschrift* **Jahr**, *Bandnummer*, Seiten. (z.B. [1] H. J. Ache, *Angew. Chem.* **1989**, *101*, 1-21. Bücher: [2] K. P. C. Vollhardt, *Organische Chemie*, 1. Aufl., VCH, Weinheim, **1988**, S. 215.) Abkürzungen von Zeitschriftennamen unter [www.cas.org/sent.html](http://www.cas.org/sent.html)
- Zitate von Internetseiten sind mit Datum anzugeben
- Exp. Teil: Verbindungsnamen nach IUPAC-Nomenklatur angeben, Moleküle abbilden, im Imperfekt Passiv schreiben, NMR-Verschiebungen zuordnen

## AK Lindel, Richtlinien zur Protokollerstellung

Beispiel einer Versuchsvorschrift (exp. Teil):

### 1-(*tert*-Butyl-diphenyl-silanyloxy)-3,7-dimethyl-octa-2(*E*),6-dien-4(*S*)-ol (**12**)



Unter Argon wurde (-)-DIP-Cl (173 mg, 0.54 mmol, 1.5 Äq.) in trockenem Diethylether (1 mL) gelöst. Nach Kühlung auf -15 °C wurde eine Lösung des Ketons **10** (147 mg, 0.36 mmol, 1.0 Äq.) in Diethylether (1 mL) zugegeben. Nach 2 h wurde das Kältebad entfernt und die Lösung 24 h bei 20 °C belassen. Nach Zugabe von Acetaldehyd (35 µL, 0.62 mmol, 1.7 Äq.) bei 0 °C wurde für 12 h gerührt. Die Reaktionsmischung wurde mit NaOH-Lösung (2 N, 3 mL) versetzt, dreimal mit Diethylether extrahiert und über MgSO<sub>4</sub> getrocknet. Nach Filtration und Waschen wurde das Lösungsmittel im Vakuum entfernt. Säulenchromatographische Reinigung an Kieselgel [Petrolether/Ethylacetat (10:1)] lieferte Alkohol **12** (64 mg, 0.16 mmol, 44%) als farbloses Öl.

**DC** [Petrolether/Ethylacetat (10:1)]:  $R_f = 0.29$ .

$[\alpha]_D^{25} = -4.3$  ( $c = 0.28$  in Aceton).

**<sup>1</sup>H-NMR** (400 MHz, CDCl<sub>3</sub>):  $\delta = 7.71$ -7.76 (m, 4H, *mPh-H*), 7.44-7.35 (m, 6H, *oPh-H*, *pPh-H*), 5.64-5.60 (m, 1H, OCH<sub>2</sub>CH), 5.12-5.07 (m, 1H, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CCH), 4.27 (d,  $J = 6.1$  Hz, 2H, OCH<sub>2</sub>CH), 3.98-3.94 (m, 1H, CHOH), 2.28-2.15 (m, 2H, CH<sub>2</sub>CHOH), 1.72 (d,  $J = 1.1$  Hz, 3H, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C), 1.63 (s, 3H, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C), 1.45 (d,  $J = 1.1$  Hz, 3H, CCH<sub>3</sub>), 1.05 (s, 9H, (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>C).

**<sup>13</sup>C-NMR** (100 MHz, CDCl<sub>3</sub>):  $\delta = 138.1$  (1C, CHCCH<sub>3</sub>), 135.6 (4C, *mPh-C*), 134.8 (1C, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C), 133.9 (2C, PhC<sub>q</sub>), 129.6 (2C, *pPh-C*), 127.6 (4C, *oPh-C*), 125.5 (1C, OCH<sub>2</sub>CH), 119.9 (1C, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CCH), 76.6 (1C, CHOH), 60.8 (1C, OCH<sub>2</sub>CH), 33.9 (1C, CH<sub>2</sub>CHOH), 26.8 (3C, (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>C), 25.9 (1C, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C), 19.1 (1C, (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>C), 18.0 (1C, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C), 12.0 (1C, CH<sub>3</sub>C).

**IR** (Diamant-ATR):  $\tilde{\nu} = 3401$  cm<sup>-1</sup> (br, w), 3071 (w), 3050 (w), 2958 (w), 2932 (w), 2892 (w), 2858 (w), 1717 (w), 1470 (w), 1428 (w), 1385 (w), 1109 (m), 1066 (m), 1000 (w), 851 (w), 822 (m), 740 (m), 701 (s), 609 (m).

**UV** (MeOH):  $\lambda_{\max}(\lg \epsilon) = 205$  (4.34).

**MS** (EI, 70 eV):  $m/z$  (%) = 408 (1), 333 (3), 267 (7), 201 (6), 200 (17), 199 (100), 181 (11), 135 (18), 77 (18).

**HREIMS**: ber. für C<sub>26</sub>H<sub>34</sub>OSi [M-H<sub>2</sub>O]<sup>+</sup> 390.2379,  
gef.: 390.2392.