

(4a): 2.0 g (9.3 mmol) (1a) werden in 500 ml Ethanol/2.8 ml (20 mmol) Triethylamin gelöst und mit 4.0 g (20 mmol) Tosylazid versetzt. Nach 48 h erhält man (2a) als graublaue Kristalle<sup>[7]</sup>, Ausbeute 2.2 g (89%). Die Umsetzung von 2.0 g (7.5 mmol) (2a) in 60 ml Ameisensäure mit 1.8 g (16.5 mmol) *tert*-Butylhypochlorit unter Eisbadkühlung ergibt 2.35 g (3a)<sup>[8]</sup> (85%). Durch Vakuumpyrolyse (0.01 Torr/180–200 °C) von (3a) entsteht (4a) in ca. 70% Ausbeute.

Eingegangen am 1. April 1980 [Z 546]

- [1] *M. Rubin*, Chem. Rev. 75, 177 (1975), zit. Lit.
- [2] a) *I. Davies*, Dissertation, University of Pacific, Stockton, Calif. 1962; Chem. Abstr. 59, 9917a (1963); b) *O. Neelands, M. Vavere*, J. Gen. Chem. USSR 33, 1032 (1963); b) *H. Vollmann, H. Becker, M. Corell, H. Streck*, Justus Liebigs Ann. Chem. 531, 1 (1937).
- [3] Übersicht: *M. Regitz*, Synthesis 1972, 531.
- [4] Analogvorschrift: *M. Regitz, H. G. Adolph*, Justus Liebigs Ann. Chem. 723, 47 (1969); *B. Eiserl, P. Donath*, Chem. Ber. 106, 1537 (1973).
- [5] *M. E. Peover*, Trans. Faraday Soc. 58, 2370 (1962).
- [6] Pyren + (4a), IR [ $\text{cm}^{-1}$ ]: 1773, 1744, 1728, 856, 714; UV,  $\lambda_{\text{max}}$  [nm] ( $\lg \epsilon_{\text{max}}$ ): 590 (2.36), 334 (4.69), 272 (4.82), 240 (4.98), 231 (4.70). – Pyren + (4b), IR [ $\text{cm}^{-1}$ ]: 1735, 1700, 1688, 851, 714; UV,  $\lambda_{\text{max}}$  [nm] ( $\lg \epsilon_{\text{max}}$ ): 488 (2.52), 361 (4.04), 333 (4.76), 271 (4.72), 239 (5.02), 230 (4.85).
- [7] IR [ $\text{cm}^{-1}$ ]:  $\bar{\nu}(\text{CN}_2) = 2125$ ,  $\bar{\nu}(\text{CO}) = 1669$ .
- [8] IR [ $\text{cm}^{-1}$ ]:  $\bar{\nu}(\text{CO}) = 1775, 1750, 1723$ .

## NEUE BÜCHER

**Integriertes Organisches Praktikum.** Von *S. Hünig, G. Märkl* und *J. Sauer*. Verlag Chemie, Weinheim 1979. XLVIII, 740 S., geh. DM 59.00.

Eines ist tröstlich zu wissen: Die Ausbildung in Organischer Chemie wird durch das begleitende Praktikumsbuch geprägt. Reformdiskussionen am grünen Tisch haben im Vergleich dazu nur marginalen Wert. Nachdem Generationen nach dem „Gattermann“ gelernt haben, hat sich Mitte der sechziger Jahre das „Organikum“ durchgesetzt. Dessen Konzeption bestimmt auch heute noch den Charakter des organisch-chemischen Praktikums. Es wäre ein Wunder, wenn nach fast zwei Jahrzehnten nicht erneut das Verlangen nach einem „modernen“ Buch aufkäme und dabei vor allem die Nutzung der inzwischen zur Routine gewordenen spektroskopischen Methoden gefordert würde. Das „Integrierte Organische Praktikum“ wird diesem Wunsche gerecht.

„Integriert“ soll heißen, daß Synthese, Reinisolierung und Strukturermittlung gleichrangig und gleichzeitig behandelt werden. Diese Zielvorstellung bedingt eine neue Art eines Praktikumsbuches, das zwangsläufig kein Ersatz für ein Lehrbuch sein kann. So wird nur zu Beginn eines jeden Kapitels eine kurze allgemeine Einführung gegeben, den Schluß bildet jeweils ein Block mit einem Verzeichnis der benutzten Arbeitsmethoden. Jeder Versuch ist unterteilt in die Abschnitte: Theoretische Vorbereitungen (mit Angabe der zu erarbeitenden Wissensgebiete), Durchführung der Reaktion, Isolierung und Reinigung, Auswertung des Versuchs sowie Versuchsergebnisse und Schlußfolgerungen. Anhand einer Formelübersicht, die er vervollständigen und ergänzen muß, lernt der Praktikant, das Ergebnis des Versuchs in einen größeren Rahmen einzuordnen. Eingestreute Übungen, Problemstellungen und Fragen sollen zu weiterem Nachdenken anregen.

Das äußere Bild des Buches ist geprägt durch die vielen Abbildungen der IR- und NMR-Spektren von Edukten und Produkten sowie die Apparatesymbole, die mehr als viele Worte die Durchführung jedes Arbeitsschritts veranschaulichen. Gefahrenquellen sind besonders gekennzeichnet, Hinweise auf erste Hilfe angeschlossen (manche unnötigen Wiederholungen ließen sich durch einheitlichere Nutzung der „hinweisenden Hände“ leicht tilgen).

Das vorliegende Buch kann Weichen stellen. Es ist ein gelungener Wurf, gut durchdacht, wirkt in sich geschlossen und besticht durch geschickten didaktischen Aufbau. Die jahrelangen Erfahrungen der Autoren und Liebe zum Detail sind auf jeder Seite zu verspüren. Der Umfang ist auf ein

einsemestriges Kurspraktikum abgestimmt; das Buch paßt somit gut in die derzeit diskutierten Studienpläne. Vorausgesetzt, es steht genügend Assistenz zur Verfügung – sie ist bei diesem mehr schulmäßigen Praktikum besonders wichtig – weiß der Student nach dieser relativ kurzen Zeit, „was Organische Chemie ist“. Er lernt sehr früh, so vorzugehen, wie es später von ihm als Diplomand oder Doktorand verlangt wird. Der intellektuelle Anspruch ist größer, die Attraktivität – das Praktikum ist kein reiner Kochkurs mehr – entsprechend höher. Es ist jedoch notwendig, die Vorteile des bisherigen Grundpraktikums (Synthesen nach den allgemeinen gehaltenen Organikumsvorschriften) durch deren stärkere Verankerung in einem anschließenden Fortgeschrittenenpraktikum nicht verlorengehen zu lassen.

Der „Hünig-Märkl-Sauer“ bietet eine Chance. Das Buch hat es verdient, ein positives Echo zu finden. Die Idee des „Integrierten Organischen Praktikums“ wird sich früher oder später durchsetzen. Die Praktikumsleiter sind aufgerufen zu testen, inwieweit sich das neue Konzept in ihrem Bereich bewährt. Ein Hindernis darf dabei nicht unterschätzt werden: Es wird verlangt, von gewohnten Bahnen abzugehen. Werden sich diese Hürden überwinden lassen? Es wäre zu wünschen.

Günther Maier [NB 518]

**Grundlagen der Kalorimetrie.** Von *W. Hemminger* und *G. Höhne*. Verlag Chemie, Weinheim 1980. XIV, 256 Seiten, geb. DM 88.00.

Da seit der Monographie von *W. Roth* und *F. Becker* (1956) kein deutschsprachiges Buch mehr erschienen ist, das sich ausschließlich mit der Kalorimetrie befaßt, obwohl die Bedeutung dieser Meßmethode ständig gestiegen ist, kann das hier vorgelegte Buch nur begrüßt werden.

Das erklärte Ziel dieser Monographie ist es, über den technischen Stand der kommerziellen Geräte zu informieren und anhand von Beispielen zur Anwendung kalorimetrischer Methoden zu ermutigen. Folgerichtig ist das Buch zweiteilig gestaltet, wobei sich der erste Teil der Kalorimetrie, der zweite den Kalorimetern widmet. Dem ersten Teil vorangestellt ist eine übersichtliche systematische Klassifizierung der Kalorimeter, eingeteilt nach Meßprinzip, Betriebsart und Bauart. Dieser Vorspann ist zu begrüßen, da er hilft, Licht in das Dickicht der in der Literatur verwendeten Nomenklatur sowohl der Kalorimeter selbst als auch der Meßprinzipien zu bringen. Weitere Schwerpunkte des ersten Teils sind die Beschreibungen der Instrumente zur Meßwerterfassung, die