



Universität Stuttgart

Institut für Organische Chemie

Laborordnung für das Organisch-Chemische Praktikum (OC II)

02. April 2013

Richtlinien für Praktikanten zum Organisch-Chemischen Praktikum zu OC II

1. Voraussetzung für die Teilnahme am Organisch-Chemischen Praktikum OC II

- Erfolgreicher Abschluss des OC I Praktikums **und** Teilnahme an der Sicherheitsbelehrung
- oder alternativ: erfolgreicher Abschluss des Moduls „Einführung in die Chemie“, Teilnahme an der Sicherheitsbelehrung **und** eine praktische Prüfung, bei der die praktischen Fähigkeiten des Studenten in Techniken und Methoden von der Praktikumsleitung geprüft werden.

Die Teilnahme an der Sicherheitsbelehrung ist Pflicht und wird in einer Unterschriftenliste festgehalten.

Es wird jedoch ausdrücklich empfohlen am OC II Praktikum erst nach abgeschlossenem Modul OC I teilzunehmen. Nur das im Modul OC I erfolgreich angeeignete Wissen über chemische Stoffklassen, deren chemisch-physikalischen Eigenschaften und Reaktivität gewährleistet die Sicherheit und den reibungslosen Ablauf des OC II Praktikums. Die durchzuführenden Reaktionen und Mechanismen sind nur mit ausreichender Stoffkenntnis, die im Modul OC I erworben wurde, verständlich.

Das OC II Praktikum dauert 20 Tage (ca. 4 Wochen), wobei es Montag bis Freitag von 13:00–18:00 Uhr geöffnet ist. Es besteht Anwesenheitspflicht. Bei Krankheit ist ein Attest am gleichen Tag abzugeben. Eine Unterbrechung oder zeitliches Hinausschieben der praktischen Arbeiten ist nicht möglich. Eine Unterbrechung ist nur in einem Krankheitsfall mit Attest und nach Rücksprache mit der Praktikumsleitung möglich. Das Praktikum kann frühestens im nachfolgenden Sommersemester wiederholt werden.

2. Jeder Praktikant benötigt folgende persönliche Schutzeinrichtungen:

2.1 Augenschutz

In Laboratorien, in denen mit Gefahrstoffen offen umgegangen wird oder in denen die Möglichkeit besteht, dass durch Zerplatzen oder Zerschlagen von Apparaturen oder Gefäßen die Augen gefährdet werden können, muss ständig von allen im Labor Anwesenden eine Schutzbrille mit Seitenschutz getragen werden. (Brillenträger benötigen eine optisch korrigierte Schutzbrille oder eine Überbrille über der Korrekturbrille).

2.2 Schutzkleidung

Im Labor ist ein Laborkittel aus schwer entflammbarem Material (z.B. Baumwollmischgewebe) zu tragen. Die Ablage von Straßenkleidung ist im Labor nicht zulässig.

Kleidung kann in den Spinden im Zwischengeschoss eingeschlossen werden. Es darf nur festes, geschlossenes und trittsicheres Schuhwerk getragen werden.

2.3 Handschutz

Bei Arbeiten, die mit einer Gefährdung durch chemische, mechanische oder thermische Einwirkungen für die Hände verbunden sind, müssen geeignete Schutzhandschuhe getragen werden. Diese müssen entsprechend ihrem Verwendungszweck ausgewählt und vor jeder Benutzung auf Beschädigungen kontrolliert werden. Beschädigte oder anderweitig unbrauchbar gewordene Handschuhe sind zu ersetzen.

Ohne diese Schutzeinrichtungen dürfen die Praktikumsräume nicht betreten werden.

2.4 Grundsätzliches

- Schwangere sollten vor den Praktikumsarbeiten die Praktikumsleitung informieren.
- Essen und Trinken ist in den Praktikumsräumen nicht gestattet.
- Rauchen ist im Labor sowie im gesamten Gebäude verboten.
- Fluchtwege und Fluchtbalkone müssen freigehalten werden.
- Für Ordnung und Sauberkeit am Arbeitsplatz hat jeder Benutzer selbst Sorge zu tragen. Die Reinigung der Labortische und sonstiger Laboreinrichtungen ist dem Raumreinigungspersonal untersagt. Sie ist von den Benutzern nach der Arbeit selbst vorzunehmen.
- Verkehrs- und Rettungswege sind frei zu halten. Das Abstellen von Gegenständen aller Art ist verboten.
- Brandschutztüren sind geschlossen zu halten. Der Schließmechanismus darf nicht blockiert werden.
- Unbefugten ist der Aufenthalt in den Laboratorien nicht gestattet.
- Bei allen Arbeiten im Labor muss eine zweite Person anwesend sein.

3. Platzübernahme

3.1 Mit der Platzübernahme erhält jeder Praktikant folgende Broschüren:

Sicheres Arbeiten in Chemischen Laboratorien / Richtlinien für Laboratorien

Diese Schriften dienen zur Unfallverhütung in Theorie und Praxis und sind für das Arbeiten im Labor verbindlich und zu beachten.

Jeder Praktikant hat durch Unterschrift vor Beginn des Praxisteils zu bestätigen, dass er diese Richtlinien zur Kenntnis genommen hat und im Labor einhalten wird.

3.2 Bei der Platzübernahme ist die Vollständigkeit und Funktion aller Geräte (alle Geräte tragen die Platznummer) zu überprüfen. Fehlende Platznummern auf den Geräten

müssen vom Glasbläser eingebrannt werden. Der Praktikant hat sich unverzüglich darum zu kümmern. Dies gilt auch bei nachgerüsteten Glasgeräten.

4. Ausgabe eines Präparates

- 4.1** Die Studierenden sollen zwei mehrstufige (3-5 stufige) komplexe chemische Verbindungen selbstständig synthetisieren und mittels analytischer und spektroskopischer Methoden (GC, NMR, IR, UV/Vis, MS) analysieren. Die jeweilige Analysemethode zu jeder Stufe wird von dem Assistenten mitgeteilt. Die Anzahl der Stufen (insgesamt 7-8 Stufen) ist vom Schwierigkeitsgrad des Präparates abhängig. Außerdem wird ein einstufiges Präparat, bei dem zwei Produkte entstehen, synthetisiert und beide Produkte sollen mittels Säulenchromatographie getrennt werden.
- 4.2** Der Saalassistent ist während der gesamten Praktikumszeit Ansprechpartner, sollte allerdings nur bei wirklich dringenden Fragen und technischen Problemen konsultiert werden. Hauptaufgabe des Saalassistenten ist die Aufsicht über Einhaltung der Praktikumsordnung (dazu zählt die Sauberkeit im Labor, sicherer Umgang mit Chemikalien etc.). Seinen Anweisungen ist immer Folge zu leisten.
- 4.3** Der Praktikumsassistent teilt dem Praktikanten jeweils Name, Literaturstelle und Ansatzgröße eines Präparates mit. Bevor mit der Darstellung des Präparates begonnen wird, hat der Praktikant ein Kolloquium über Mechanismus, Apparateaufbau, Durchführung, Ansatzgröße, Reaktionsbedingungen und Sicherheitsaspekte beim Assistenten abzulegen,
- 4.4** die Betriebsanweisung zum Versuch (s. Anhang) und den Chemikalienlieferschein (rosa) auszufüllen, wobei er sich für das Ausfüllen der Betriebsanweisung über die dort aufgeführten Punkte (Umgang mit gefährlichen Stoffen, Sicherheitsmaßnahmen, Entsorgung) informieren muss. Entsprechende Sicherheitsdatenblätter liegen im Praktikum und in der Unibibliothek aus. Kenntnisse und Unterweisung sowie die Freigabe zur Synthese des Präparates sind durch Unterschrift des Assistenten auf der Betriebsanweisung (s. Broschüre Sicheres Arbeiten in chemischen Laboratorien, S. 19) und dem Chemikalienlieferschein (rosa) zu bestätigen
- 4.5** Die Überprüfung von Reinheit und Identität der Edukte ist äußerst wichtig. Die Etikettierung bürgt nicht für Identität, Irrtümer kommen relativ häufig vor. Verunreinigte Edukte sind zu reinigen, Solventien sollten vor Gebrauch grundsätzlich destilliert werden.

5. Laborjournal und Protokoll

Die Protokollierung der Versuche sollte in einem gebundenen **Laborjournal** handschriftlich und parallel zum Versuch erfolgen, von Gedächtnisprotokollen wird abgeraten. Eine Sammlung fliegender Blätter ist nicht gestattet.

Folgende Eintragungen in einem Laborjournal sind wesentlich:

- Datum und Bezeichnung der geplanten Reaktion, z.B. „Synthese von 2-Methoxy-1,4-naphthochinon ausgehend aus 4-Nitroanilin“
- Anzahl der Stufen
- Formelgleichung (mit Angabe von Strukturformeln und rel. Molmassen) für alle Stufen
- Literaturzitate (zum Versuch gehörig), Herkunft der Vorschrift für jede Stufe

Für jede Stufe:

- Reaktionsgleichung (mit Angabe von Strukturformeln und rel. Molmassen)
- Angabe der benötigten Edukte (in g und mol bzw. mg und mmol) sowie der Solventien (in ml oder l), ggf. sind Reinigung und Reinheitskriterien zu vermerken.
- stichwortartige Angaben zur experimentellen Versuchsdurchführung (Beschreibung der Phänomene, Operationen, Beobachtungen, Methodik der Reaktionskontrolle, Reaktionszeit)
- Isolierung und Reinigung der Produkte, Angabe von Ausbeuten, z.B. 42.7g (0.3 mol, 86%), auch Rohausbeuten (zwecks Abschätzung von Reinigungsverlusten), Angaben zu Reinigungsmethoden (z.B. Destillation: Sdp.; Umkristallisation: Schmp. und verwendete ml Solvens/g Substanz),
- Angaben zur Chromatographie (Adsorbens, Eluens, R_f -Wert), Literaturstelle ebenfalls angeben, die Dünnschichtchromatogramme sollen in das Laborjournal eingeklebt oder abgemalt werden
- Angaben zur Analysemethode

Nachdem ein Präparat vollständig abgeschlossen ist, ist ein **Protokoll** handschriftlich oder am Computer zu verfassen und vom Assistenten zu korrigieren. Die Versuchsdurchführung, der Reaktionsmechanismus sowie die Literaturdaten und gefundene Daten (z.B. Ausbeute, Schmp., Sdp., Brechungsindex, Spektren, Chromatogramme) sind präzise und reproduzierbar in diesem Protokoll wiederzugeben. Folgende Eintragungen in einem Protokoll sind wesentlich:

- Datum und Bezeichnung der geplanten Reaktion, z.B. „Synthese von 2-Methoxy-1,4-naphthochinon ausgehend aus 4-Nitroanilin“
- Name des Assistenten
- Anzahl der Stufen
- Formelgleichung (mit Angabe von Strukturformeln und rel. Molmassen) für alle Stufen

Für jede Stufe einzeln:

- Literaturzitate (zum Versuch gehörig), Herkunft der Vorschrift für jede Stufe
- Angaben zum Mechanismus
- Angabe der benötigten Edukte (in g und mol bzw. mg und mmol) sowie der Solventien (in ml oder l), ggf. sind Reinigung und Reinheitskriterien zu vermerken.
- Angaben zur experimentellen Versuchsdurchführung: Beschreibung der Phänomene, Operationen, Reaktionszeit, Isolierung und Reinigung der Produkte, Angaben zu Reinigungsmethoden (ausgeschrieben, keine Stichworte)
- Angaben zur Chromatographie (Adsorbens, Eluens, R_f -Wert), Literaturstelle ebenfalls angeben
- Angabe von Ausbeuten, z.B. 42.7g (0.3 mol, 86%)
- physikalische Daten: Sdp. ($^{\circ}\text{C}/\text{mbar}$), Schmp. ($^{\circ}\text{C}$), Brechungsindex (n_D^{20}) im Vergleich mit der Literatur
- ausgewertete spektroskopische Daten soweit erforderlich
- Ausbeute über alle Stufen

6. Bewertung und Wiederholung

Die Leistungen der Praktikanten werden von Assistenten beurteilt. In die Beurteilung fließen folgende Punkte ein:

- Versuchsvorbereitung (Kolloquium)
- Versuchsausbeute (prozentualer Wert relativ zu Literatursausbeute)

Sollte die Gesamtausbeute < 50% der Literatursausbeute betragen, wird die Synthese nicht anerkannt und muss innerhalb des Blocks wiederholt werden.

- Reinheit jeder Stufe (analysiert mit den zur Verfügung stehenden Methoden)

Sollte die Reinheit der Verbindung vom Assistenten nicht akzeptiert werden, muss die entsprechende Verbindung nochmals gereinigt werden.

- Laborjournal/Protokoll (Sauberkeit des Laborjournals und des Protokolls, Fehlerfreiheit, Interpretation der Ergebnisse, spektroskopische Charakterisierung der dargestellten Präparate und Auswertung der Spektren). Die Fehler und Anmerkungen der Assistenten sind innerhalb einer Woche zu korrigieren und zur erneuten Kontrolle vorzulegen.

7. Zur Abgabe eines Präparates gehört:

ein mit Namen des Präparates und Praktikanten sowie Datum, Substanzmenge und Sdp. bzw. Schmp. versehenes Präparateglas,

ein Protokoll mit den zur Charakterisierung des Präparates erforderlichen analytischen Daten (Spektren, Chromatogramme)

In der Endphase der Synthese des ersten Präparates (z.B. Reinigung, Trocknung der letzten Stufe) kann sich der Praktikant ein zweites Präparat geben lassen und für dieses Präparat vorbereitende Arbeiten durchführen (Kolloquium, Betriebsanweisung, Reinigung der Edukte usw.).

8. Platzabgabe

8.1 Eigener Laborplatz

- Vor Ende des Praktikums bzw. Platzabgabe, defekte Glasteile reparieren lassen bzw. auf eigene Kosten ersetzen und fehlende Platz-Nummern einbrennen lassen,
- alle Restanhaftungen von Chemikalien an Laborflächen (auch freie Plätze!) und Einrichtungen sind zu entfernen,
- alte, poröse oder LM-kontaminierte rote Vakuumschläuche entsorgen (intakte mit Wasserschläuchen zusammen ans Spülbrett hängen) (Nicht in die Schränke!),
- Geräte putzen und prüfen. Defekte Geräte kennzeichnen und melden,
- Laborplätze (+ Abzüge), Unterschränke und Schubladen reinigen.

8.2 Aufgaben zum Verteilen:

- Kühlfinger und Woulff'sche Flaschen werden von der Werkstatt ausgebaut, von Praktikanten gereinigt und von der Werkstatt wieder eingebaut (Termin vereinbaren)
- Rotationsverdampfer reinigen (Wasserbad entkalken) und Probleme melden
- Verdampferkolben Vakuumpumpen reinigen
- Kühlfallen Ölpumpen reinigen
- Acetondestille reinigen
- Bromspender reinigen (+ Abzug)
- Kühlschränke und Chemikalienschränke auswischen (Kühlschränke abtauen)
- Feine Waagen, Refraktometer, Schmelzpunkt-Geräte und Analytik Labor putzen
- Allgemeine Plätze / Abzüge putzen (z.B. Nachraum)
- Stativstangen einölen (Öl und Lappen von der Werkstatt)

8.3 Abfälle

- eigene Präparate, wie auf der Betriebsanweisung vermerkt, entsorgen; evtl. nach Absprache Präparate in extra bereitgestellte Behälter entsorgen
- Chemikalien entsorgen bzw. von den Assistenten im Arbeitskreis weiterverwenden
- Spülacetonbehälter leeren
- Stark verunreinigte Ölbäder ersetzen
- Betriebsmittel in bereitgestellte Tonnen umpacken
- Abfallbehälter von äußerlichen Chemikalienanhaftungen befreien
- Abfallsammelstellen reinigen

- Einfülllisten wenn nötig vervollständigen und im Griff des zuzuordnenden Behälters verstauen
- Altglasbehälter leeren (Do 9:00-9:20, ggf. Sondertermin vereinbaren)

Prof. Laschat

Dr. Tussetschläger

Verhalten im Gefahrenfall

- **Personenschutz geht vor Sachschutz**
- **Ruhe bewahren und unüberlegtes Handeln vermeiden**
- **Gefährdete Personen warnen, ggf. unverzüglich zum Verlassen der Räume auffordern**
- **Im Gefahrenfall sind die Sofortmassnahmen bei schweren Unfällen des Instituts zu beachten und nach den dort festgelegten Regelungen zu verfahren.**
- **Der Assistent/Praktikumsassistent hat die Pflicht jeden Unfall unverzüglich einem der Institutsbeauftragten zu melden oder melden zu lassen. Weitere Erste Hilfe Maßnahmen werden von den Instituts beauftragten veranlasst!**

