

Zu Beginn des **OCII-Praktikums** auftretende Fragen

Studierende des Fachs BSc. Chemie

Die Dauer des Praktikums umfasst den Zeitraum von der Vorbesprechung bis zur endgültigen Abgabe der letzten Protokolle. Zum SAALPUTZ und zur PLATZABGABE besteht in jedem Fall ANWESENHEITSPFLICHT!

Praktische Arbeiten: 9 Wochen, Anfertigung von 10 Literaturpräparaten, 3 Kolloquien, Stoff:

Organic Chemistry (Clayden, Greeves, Warren and Wothers, Oxford Press; die an die englischen Versionen von 2001 und 2012 sowie an die deutsche Version des Clayden angepasste Kapitelzuordnung zu den Kolloquia finden Sie im Dokument "Lernstoff OCII")

1. Kolloquium: vor 1. Praktikumswoche

2. Kolloquium: Ende 3. Woche

3. Kolloquium: Ende 6. Woche

3 Versuche pro Kolloquium: 1. Versuch beim Assistenten, 2. Versuch beim Assistenten, 3. Versuch bei der Praktikumsleitung. Wird der 3. Versuch nicht bestanden, gilt das Praktikum als nicht bestanden.

Woher bekomme ich meine Chemikalien?

Chemikalien und Lösungsmittel für die Praktika sind in der Ausgabe im 2. OG des OCI (Raum 203) erhältlich oder befinden sich in den Praktikumsälen 209 und 309. *Da es vorkommen kann, dass einzelne Chemikalien beschafft werden müssen, muss bei Planung der Versuche unbedingt überprüft werden, ob und wo die benötigten Chemikalien vorrätig sind!* Hierfür bitte die Online-Chemikalienliste nutzen:

<https://www.gefahrstoffkataster.uni-hannover.de/>

Der Standort wird im Format **Gebäudenummer.Etage.Raumnummer** angegeben:

Chemikalienausgabe: 2505.002.203 = OCI (Geb. 2505), 2. OG (002), Raum 203

Beispiel Praktikumsaal 309: 2505.002.309 = OCI (Geb. 2505), 3. OG (003), Raum 309

Öffnungszeiten der Chemikalienausgabe (Raum 203 des OCI):

Mo. - Do.:	09:00 - 09:30	11:00-11:15	15:00-15:30
Fr.:	09:00 - 09:30	11:00-11:15	

Chemikalien mit anderem Standort sind Eigentum der Arbeitsgruppen des OCI und werden grundsätzlich nicht an Praktikanten ausgegeben!

Für alle Ausgaben ist zu beachten:

- Gängige Chemikalien (Säuren, Basen, Trockenmittel, Salze etc.) stehen im Praktikum aus. Sind diese aufgebraucht, werden sie durch die Praktikanten nachgefüllt (Freigabebeschein vom Bankassistenten abzeichnen lassen).
- **Alle Gefäße für Chemikalien müssen ordnungsgemäß beschriftet sein! Zulässig sind NUR gedruckte Klebeetiketten, Etiketten und ein Drucker nebst Computer stehen im Saal zur Verfügung! Auf ein Etikett gehören: Substanzname, Gefahrensymbol, H- und P-Sätze, CAS-Nr. der Chemikalie (kann in online-Chemikalienkatalogen ermittelt werden), Name und Platznummer des Praktikanten!**
- Es müssen die korrekten Gefäße gewählt werden. (Flüssigkeit: Enghalsflaschen; Feststoff: Weithalsflaschen; keine Präparategläser)
- Chemikaliengebilde dürfen grundsätzlich nur in Schalen oder Eimern transportiert werden!
- Der Freigabebeschein muss vollständig ausgefüllt sein: Name, Menge (Feststoff in g / Flüssigkeit in mL), H- und P-Sätze, CAS-Nummer, Standort in der Feinchemie, der Substanz angeben, so sind Chemikalien leichter aufzufinden!
- Bitte frühzeitig prüfen, welche benötigte Chemikalie von woher besorgt werden muss und möglichst früh anfordern, um unnötige Wartezeiten auf Chemikalien zu vermeiden! Bei fehlenden Chemikalien Rücksprache mit dem Bankassistenten halten!

Wie finde ich die Literatur?

Bücher (Lesesaal Raum 145, Öffnungszeiten: Mo.-Fr. 09:00-18:00, ein Kopierer steht zur Verfügung, bitte ins Kopierbuch eintragen!):

GW = Gattermann-Wieland

HMS = Hünig-Märkl-Sauer

TE = Eicher & Tietze Grundpraktikum **oder** Tietze & Eicher Reaktionen und Synthesen

Vogel

Weygand-Hilgetag

B/O = Brückner, Oestreich, u. a. Autoren, Praktikum präparative Organische Chemie

Stufenordner = gesammelte Vorschriften. Bitte nur kopieren, nicht mitnehmen!

Zeitschrift oder Sammlungen (im Netz der Uni oder über VPN online verfügbar):

JACS = *Journal of the American Chemical Society*

J. Org. Chem. = *Journal of Organic Chemistry*

Liebigs Ann. = *Liebigs Annalen der Chemie*

Org. Synth = *Organic Synthesis* (siehe www.orgsyn.org)

Zu Beginn des **OCII-Praktikums** auftretende Fragen

Studierende des Fachs BSc. Chemie

Wie viel Produkt soll hergestellt werden?

Ansätze immer so berechnen, dass 2.00 g (Feststoff) bzw. 5.00 mL (Flüssigkeiten) Endprodukt isoliert werden können. Bei der Ansatzberechnung pro Stufe mit maximal 75% der Literatursausbeute rechnen (sog. "Studentenbonus", siehe auch Musterprotokoll). Die so dargestellten Mengen sind mit den vorhandenen Apparaturen gut zu handhaben. Im Protokoll angegeben wird aber lediglich die erzielte Ausbeute im Vergleich zur Literatursausbeute!

Was gehört in das Vorprotokoll?

Ein Musterprotokoll befindet sich im Anhang. Unbedingt die Sicherheitsdaten aller benutzter Chemikalien und Lösungsmittel (H- und P-Sätze), Entsorgungshinweise für Edukte und Produkte sowie Verfahren zur Trocknung von Lösungsmitteln mit aufnehmen. Bitte den/die vollständig ausgefüllten Chemikalien-Freigabeschein(e) zusammen mit dem Vorprotokoll beim jeweiligen Bankassistenten abgeben.

Wann kann ich mit meiner Reaktion beginnen?

Erst nachdem das Vorprotokoll vom Bankassistenten abgezeichnet worden ist, können die Chemikalien geholt werden. Es werden keine Freigabescheine unterzeichnet, solange das zugehörige Protokoll nicht abgezeichnet wurde. **Während der Anfertigung der ersten vier Stufen muss jede Apparatur vor Versuchsbeginn vom Bankassistenten abgenommen werden!** Wer mit dem Experimentieren vor der Abnahme durch den Assistenten beginnt, wird für einen Tag vom Praktikum ausgeschlossen. **Wer mit seinen Experimenten ohne ein testiertes Vorprotokoll beginnt, wird vom laufenden Praktikumskurs ausgeschlossen!**

Woher bekomme ich trockene Lösungsmittel?

Für einige Versuche müssen trockene Lösungsmittel verwendet werden. Diese müssen von den Praktikanten selbst nach gängigen Verfahren getrocknet werden (s. z.B. Organikum) und werden NICHT zur Verfügung gestellt! **Vor dem Trocknen, insbesondere mit reaktiven Reagenzien, den Bankassistenten informieren und mit den Arbeiten erst nach Abzeichnung des Vorprotokolls beginnen!** Da meist mehrere Praktikanten das gleiche Lösungsmittel benötigen, kann es sich lohnen, gemeinsam eine größere Menge zu trocknen.

In welcher Reihenfolge soll ich meine Versuche durchführen?

Auf den Präparatezetteln sind alle Stufen mit einem Schwierigkeitsgrad (SG 1-3) gekennzeichnet. Die Experimente sollen mit den einfachsten Stufen (SG 1) begonnen und dann nach der Reihe der SG abgearbeitet werden.

Was passiert, wenn eine Reaktion nicht geklappt hat?

Sollte die Ausbeute einer Reaktion erheblich schlechter als die Literatursausbeute sein oder sich das isolierte Produkt nicht als die gewünschte Verbindung herausstellen (Sdp. bzw. Smp, IR, NMR), wird der Versuch wiederholt. Bei erneutem Scheitern wird eine Ersatzstufe ausgegeben.

Wann muss ich meine letzten Protokolle spätestens abgeben?

Die Endprotokolle sollen abgegeben werden, so bald die entsprechende Stufe erfolgreich hergestellt wurde. Die Vorprotokolle der letzten fünf Versuche werden erst vom Bankassistenten abgezeichnet, wenn alle Endprotokolle der ersten fünf Versuche abgegeben wurden. **Die Endprotokolle der letzten fünf Versuche müssen spätestens eine Woche nach Ende der praktischen Arbeiten abgegeben und spätestens eine Woche darauf endgültig testiert sein, andernfalls gilt das Praktikum als nicht bestanden und muss wiederholt werden.**

Was passiert, wenn ich die Versuche nicht in der gegebenen Zeit schaffe?

Werden weniger als fünf Präparate abgeschlossen, so gilt das Praktikum als nicht bestanden und muss komplett wiederholt werden. Wurden mindestens fünf Präparate erfolgreich abgeschlossen, können diese bei einer Wiederholung des Praktikums angerechnet werden. Die Praktikumszeit wird bei einer Wiederholung an die noch abzuleistenden Stufen angepasst. Versuche daher nicht zu kurzfristig planen und Problemen bei der Versuchsdurchführung bzw. deren Wiederholung mit einplanen.

Was gehört zu einer ausreichenden Charakterisierung eines Reaktionsproduktes?

Von jedem Produkt und ALLEN Zwischenprodukten bei Mehrstufern ist der Siede- bzw. Schmelzpunkt zu bestimmen. Das Schmelzpunktbestimmungsgerät erzeugt einen Ausdruck mit Meßkurve und -wert, der als Bestandteil des Protokolls abgegeben wird!

Ferner wird von jedem Produkt und Zwischenprodukt ein IR-Spektrum angefertigt. Hierzu werden ca. 10 mg der Substanz in ein Probengläschen mit Etikett (kleine Etiketten bei den Assistenten) abgefüllt und im Praktikumsaal an der gekennzeichneten Stelle abgegeben. Das gemessene IR-Spektrum ist Bestandteil des Endprotokolls. Neben einem Vergleich mit Literaturspektren (siehe IR-Atlas in Bibliothek oder auch <http://www.aist.go.jp/RIODB/SDBS/menu-e.html> / Spektren als Kopie anfügen) sind die wesentlichen Bandenlagen zu diskutieren (Wellenlänge, Gruppe, Art der Schwingung).

NMR-Spektren sollen besonders dann angefertigt werden, wenn sich die hergestellte Verbindung schlecht per IR charakterisieren lässt, oder wenn eine Auftragssynthese durchgeführt wird! Ein NMR-Röhrchen ist Bestandteil der Platzausrüstung jedes Praktikanten. Deuteriertes Chloroform steht im Praktikum zur Verfügung.

Zu Beginn des **OCII-Praktikums** auftretende Fragen

Studierende des Fachs BSc. Chemie

Was gehört in das Endprotokoll?

Neben sämtlichen Angaben des Vorprotokolls sind die folgenden Abschnitte essentiell:

- Tatsächliche Versuchsdurchführung inkl. Versuchsbeobachtungen (Erwärmung, Farbveränderung, Gasentwicklung, Besonderheiten/Schwierigkeiten bei der Aufarbeitung etc.)
- Ausbeuteberechnung (Die Reaktionsausbeute berechnet sich nach der folgenden Formel: $\text{Ausbeute} = n(\text{sauber isoliertes Produkt}) / n(\text{tatsächlich eingesetztes Edukt})$)
- Vergleich mit der Literatursausbeute, bitte keine weiteren Ausbeuten angeben!
- Charakterisierung des Produktes (Sdp./Smp., IR ggf. NMR) und Vergleich mit der Literatur; siehe auch oben
- Fehlerbetrachtung/Diskussion

JEDE(R) Praktikant(in) schreibt ihre / seine Protokolle SELBST! **"Copy-Paste" oder wörtliches Abschreiben aus fremden Protokollvorlagen oder aus Lehrbüchern (!) und Internetquellen (z.B. Wikipedia) führt zu sofortigem Ausschluss vom Praktikumskurs!** Gleiches gilt auch für vorsätzliche Falschangaben bei den erreichten Ausbeuten oder der Charakterisierung der Produkte (Schmelzpunkte, Spektren usw.)!

Was geschieht mit den synthetisierten Verbindungen?

Die Endprodukte werden zusammen mit dem Endprotokoll bei dem betreuenden Bankassistenten abgegeben. Falls die Substanzen nicht mehr im Praktikum oder im Institut weiterverwendet werden können, werden sie vom jeweiligen Praktikanten sachgerecht entsorgt.

Wer ist erster Ansprechpartner bei auftretenden Fragen?

Ansprechpartner für einfache Fragen sind zunächst die HiWis. Hierzu gehören Probleme beim Aufbau von Apparaturen (**NICHT die endgültige Abnahme!**), Fragen zur Aufarbeitung von Präparaten (Probleme beim Kristallisieren, Destillieren, Probleme bei der Recherche nach Chemikalien). Für Fragen darüber hinaus ist ausschließlich der betreuende Bankassistent bzw. sein Vertreter zuständig, er ist über die ausgegebenen Versuche informiert.

Wie verhalte ich mich im Labor?

- Jeder im Labor ist dazu verpflichtet, sich mit den Sicherheitseinrichtungen und ihrer genauen Lage (Notduschen, Augenduschen, Not-Aus für elektrischen Strom und Wasser, Löschdecken, Feuerlöscher, Löschsand, Fluchtwege, Feuermelder, Erste-Hilfe-Kasten) vertraut zu machen!
- Im Labor werden ohne Ausnahme Schutzzittel und Schutzbrillen getragen. Praktikanten, die im Laborbereich (nicht Schreibtisch) **ohne Schutzbrille oder Schutzzittel** angetroffen werden, werden **ohne vorherige Verwarnung für den Rest des Tages vom Praktikum ausgeschlossen.**
- Im Labor ist das Tragen von Shorts, Miniröcken, Sandalen oder sehr hohen Schuhen sowie Kleidung, Strümpfen oder Strumpfhosen aus rein synthetischen Fasern verboten! Wer ohne lange Hosen/Röcke und feste, geschlossene Schuhe angetroffen wird, wird für den restlichen Tag vom Praktikum ausgeschlossen.
- Das Tragen von Kontaktlinsen ist im Labor verboten! Brillenträger müssen über ihrer Brille eine geeignete Schutzbrille tragen!
- Im Labor ist eine strikte Trennung zwischen Schreibbereich und Arbeitsbereich einzuhalten. Im Arbeitsbereich haben Bücher, Protokolle, Rucksäcke etc. nichts zu suchen, ebenso werden Chemikalien, Glasgeräte, Kittel, Handschuhe etc. nicht auf dem Schreibtisch abgelegt.
- **Handschuhe (auch neu angezogene!) gelten grundsätzlich als kontaminiert. Keiner verlässt mit Handschuhen den Raum oder fasst Türklinken oder Schranktüren an!**
- **Alle Unfälle (auch kleinere, wie Schnittwunden) müssen einem Assistenten und der Praktikumsleitung gemeldet werden. Der Hergang des Unfalls muss vom jeweiligen Praktikumsleiter oder seinem Vertreter aufgenommen werden!**
- Laufende Reaktionen werden nicht über längere Zeit (auch Mittagspause etc.) unbeaufsichtigt gelassen. Labornachbarn um Beaufsichtigung bitten und vorher über die Reaktionen und ihre Gefahrenpotentiale informieren. Apparaturen werden generell beschriftet (Name, Platznummer, Reaktionsgleichung, Chemikalien, Gefahrensymbole, Soll-Temperatur, Start- und Endzeitpunkt). **Unbeschriftete Apparaturen werden durch den Assistenten ohne Vorwarnung abgeschaltet.** Apparaturen sollten generell erst direkt vor der Benutzung und nicht am Vortag aufgebaut werden.
- **Versuche, die über Nacht laufen, werden am Ende des Tages in die Nachträume im EG des OCI transportiert: In Raum 026 (ausgestattet mit einer CO₂-Löschanlage) dürfen Reaktionen über Nacht unter Rückfluss durchgeführt werden, in Raum 027 sind Reaktionen nur bei Raumtemperatur gestattet.** Der Bankassistent muss bereits zu Beginn des Arbeitstages informiert werden, dass eine Reaktion über Nacht geplant ist, weiter muss **JEDE Apparatur in den Nachträumen vom Assistenten (nicht den HiWis!) abgenommen** werden!
- **Am Abend vor dem Gehen darauf achten, dass im Saal alle Rotis, Wasserbäder und Pumpen ausgestellt und alle Wasserhähne geschlossen sind!**
- **Wer sich selbst und / oder andere durch unsachgemäße Arbeitsweise gefährdet, wird nach Verwarnung vom laufenden Praktikumskurs ausgeschlossen!**

Trotz dieser umfangreichen Bemerkungen wünschen wir viel Spaß und Erfolg im OCII!

09.08.2016, PD Dr. Martin Cordes

Zu Beginn des **OCII-Praktikums** auftretende Fragen

Studierende des Fachs BSc. Chemie

Sammlung wichtiger Links zur Information über Gefahrstoffe

Stand: 09.08.2016

EuSDB: Sicherheitsdatenblätter verschiedener Hersteller (in deutscher und englischer Sprache)

<https://www.eusdb.de/de/>

KMR-Liste (Liste der krebserzeugenden, mutagenen und reproduktionstoxischen Stoffe), Herausgeber: Institut für Arbeitsschutz der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung (IFA)

Homepage: <http://www.dguv.de/ifa/Fachinfos/KMR-Liste/index.jsp>

und die aktuelle KMR-Liste (Stand August 2016) als pdf unter:

http://publikationen.dguv.de/dguv/pdf/10002/kmr_neue_bezeichnung_2016.pdf

GESTIS-Stoffdatenbank (Gefahrstoffinformationssystem der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung):

<http://www.dguv.de/ifa/Gefahrstoffdatenbanken/GESTIS-Stoffdatenbank/index.jsp>

DIESE DATENBANK BIETET AUCH DETAILLIERTE ENTSORGUNGSHINWEISE!