

## **Laborordnung (Heliosbau) der Praktika:**

Organische Chemie 1, 2, Organisch-Anorganische Synthesechemie und dem  
Naturstoffpraktika (Masterstudiengang)

**Im gesamten Gebäude herrscht Rauchverbot!**

**Der StudentX trägt während des Praktikums stets Schutzbrille und  
Laborkittel!**

Den Anweisungen der Assistenten und Mitarbeiter des Hauses ist unbedingt Folge zu leisten!  
Nichtbeachtung der Praktikumsordnung hat den Ausschluss aus dem Praktikum zur Folge.

Das Betreten des Praktikumsaals ist nur nach der Eröffnung des Praktikums erlaubt. Außerhalb des Praktikums ist der Zutritt verboten. Das Betreten des Saals ist nur mit Schutzbrille und Schutzkittel erlaubt. Kontaktlinsen dürfen unter einer Schutzbrille getragen werden; sie stellen aber in einer Unfallsituation wegen ihrer schlechten Entfernbarkeit ein erhöhtes Risiko dar. Die Schutzkittel dürfen nicht aus reiner Synthetikfaser (z.B. Nylon) bestehen, günstig sind Mischgewebe und reine Baumwolle. Die Kittel sollen etwa knielang und langärmelig sein. Er ist in regelmäßigen Abständen zu reinigen. Stark verschmutzte Schutzkittel dürfen nicht mehr getragen werden. Im Labor sind festes Schuhwerk und lange Hosen vorgeschrieben, lange Haare sind zu fixieren (z.B. Haargummi).

Strikt untersagt ist das Essen, Trinken und Rauchen im Saal. Dasselbe gilt auch für das Essen, Trinken vor dem Saal, wenn es in der Schutzkleidung (Schutzkittel) geschieht. Mobiltelefone dürfen nicht mit in den Praktikumsaal genommen werden. Das Tragen von Labormänteln ist auf Räume beschränkt, in denen mit Chemikalien gearbeitet wird.

**Im Normalfall wird das Labor über den stirnseitigen Eingang betreten/verlassen, nicht über den Ausgang zum S1 Bereich hin! Dieser dient nur als Fluchtweg im Gefahr/Brand/Havariefall!**

# 1. Präparate, Durchführung und Notenvergabe

## A. OC 1

### Einzug in den Praktikumsaal:

Ihre Teilnahme am Praktikum muss mit Ihrer verbindlichen Anmeldung, am günstigsten *via* E-Mail erfolgen. Schon vor Semesterbeginn können Sie dann alle wichtigen Termine online, auf der Institutshomepage einsehen. Am ersten Praktikumstag, bringt jeder Student/in eine Wechselmontur (min. T-Shirt und Hose) in einem mit seinem/ihrem Namen versehenen Beutel mit, diese dienen als Wechselkleidung bei Unfällen. Weiterhin sind ein paar Haushaltshandschuhe und die Kaution + aktuelle Immatrikulationsbestätigung mitzubringen. Ihr erster Praktikumstag beginnt mit einer Sicherheitsbelehrung und Sie übernehmen Ihre Glasgeräte (vgl. 3. Glasbruch) und den Schlüssel hierfür. Bei Übernahme des Laborplatzes erhalten Sie ein Namensschild, welches zu tragen ist. Beim Betreten des Gebäudes ist dieses, in die dafür vorgesehene Box (neben der Tür) zu hinterlegen. Dies dient im Evakuierungsfall einer schnellen Anwesenheitsüberprüfung.

Sie erhalten Ihren Praktikumslaufschein, auf dem abgeschlossene Punkte quittiert werden müssen. Bedenken Sie immer, nur mit einem vollständig ausgefüllten Laufschein ist das Praktikum bestanden.

Die Präparate/Analysen werden aus dem Organikum, Eicher Tietze, Organic Synthesis<sup>®</sup> oder aus Hausvorschriften entnommen. Es wird dringend empfohlen sich eine Ausgabe des Organikums selbst zuzulegen, da hierin auch Labortechniken ausführlich erklärt werden (vgl. 1. Kolloquium). Die ersten beiden Praktikumstage dienen der Einführung in die organische Laborwelt. Dazu stehen Ihnen in der Regel Tutoren zur Seite, welche sie bei den ersten präparativen Arbeiten unterstützen. Am 3. Praktikumstag findet Ihr 1. Kolloquium „Labortechniken“ statt. Dieses muss bestanden werden, um mit den synthetischen Arbeiten beginnen zu dürfen.

Für die ersten Präparate müssen außerdem Antestate abgelegt werden. Diese können jederzeit durchgeführt und falls nötig wiederholt werden. Dazu ist die vollständig ausgefüllte Betriebsanweisung (vgl. 4.) mitzubringen. Nach dem erfolgreichen Antestat, können Sie nun Chemikalien und Glasgeräte bestellen (vgl. 5./6. Glas- und Chemikalienausgabe) und mit der Synthese starten. Wir weisen noch einmal darauf hin, gut voranzuplanen und eventuelle Fragen im Voraus abzuklären! Sie können maximal 2 Synthesen gleichzeitig durchführen. Ihre Analyse können Sie nach dem abgegebenen dritten Präparat beantragen.

Insgesamt stellen Sie sechs (6) Präparate her und fertigen eine Analyse an. Textsprache kann bei allen Präparaten Deutsch oder Englisch sein. Die Notenvergabe richtet sich nach der Reinheit des Produktes, sowie der Ausbeute (im Vergleich mit der Literatur) und nach Protokoll/Arbeitsweise. Feststoffe werden nach Schmelzpunkt, Flüssigkeiten mittels Gaschromatographie (GC) auf Reinheit geprüft. Die Form des Protokolls soll sich an den Literaturvorgaben (z.B. Organikum) orientieren. Kurz gesagt beinhaltet es: Ansatzberechnung, Formel und Mechanismus, Beschreibung und Beobachtung sowie Ausbeute, Schmelzpunkt/Brechungsindex, GC und abschließend eine kurze Fehlerbetrachtung. Es ist handschriftlich oder per Computer anzufertigen. Sie geben immer den Stoff, Protokoll und Betriebsanweisung zusammen ab. Trödeln Sie nicht mit dem Protokoll, sondern schließen Sie es möglichst zeitnah ab. Es müssen alle Synthesen/Analyse erfolgreich (min. 4,0) bearbeitet wurden sein, um das Praktikum zu bestehen.

Betrugsversuche bei Präparaten werden grundsätzlich mit 5 bewertet. Es folgt sowohl der Praktikumsausschluss als auch eine Meldung an die Universitätsleitung. Das Entwenden von Chemikalien wird analog geahndet, hierbei erfolgt zusätzlich die zwangsläufige Anzeige bei den Behörden.

Praktikumsbegleitend findet ein fakultatives Seminar statt. Dieses dient Ihnen sowohl zur Festigung des in der Vorlesung behandelten Stoffes, als auch zur Übung in Reaktionsmechanismen, Trivialnamen und der Kunstsprache der Organischen Chemie.

Weiterhin erfolgen zwei weitere, benotete, Kolloquien; welche vorlesungsbegleitend strukturiert sind. Termine werden Ihnen rechtzeitig mitgeteilt.

Sollten während des Praktikums grobe Unkenntnis der Sicherheitsregeln oder des durchgeführten Versuches beobachtet werden, so kann für diesen Tag ein Laborverweis erfolgen, beim wiederholten Auftreten auch ein Praktikumsausschluss.

## **B. OC2**

Die Präparate werden aus einem umfangreichen Pool ausgewählt. Sie entstammen sowohl Praktikumsbüchern, Organic Synthesis<sup>®</sup>, als auch Hausvorschriften und Original Literatur. Ihre Funktionalität ist bei den ersten drei Kategorien gesichert. Von Ihnen herausgesuchte Präparate (zumeist mittels SciFinder<sup>®</sup>) aus Originalliteratur werden nach Plausibilität und Quelle bestätigt. Textsprache kann bei allen Präparaten Deutsch oder Englisch sein.

Alle Unklarheiten müssen vor dem Versuchsstart mit dem Assistenten geklärt werden.

Die Vergabe der Präparate soll dem StudentX ermöglichen, möglichst eine Vielzahl an Methoden/Verfahren und Mechanismen kennen zu lernen. Die Schwierigkeit soll dabei gemischt sein. Gute Studenten erhalten zunehmend auch kompliziertere Synthesen, dies wird in der Notenvergabe berücksichtigt!

Dazu stehen Ihnen die schon bekannten Verfahren (vgl. OC1) Schmelzpunktbestimmung, Brechungsindex, Infrarotspektroskopie und Gaschromatographie zur Verfügung. Weiterhin nun auch Dünnschichtchromatographie, NMR ( $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ) und Massenspektrometrie.

Es obliegt Ihnen, Ihre Versuche selbstständig zu planen und sich den vorgegebenen Praktikumszeiten anzupassen. Präparate können jederzeit während der Praktikumszeit begonnen werden. Es dürfen maximal zwei Präparate gleichzeitig bearbeitet werden. Die Abgabe der Einzelsynthesen inkl. Protokoll kann jederzeit im Praktikum erfolgen. Aufbausynthesen werden erst nach der letzten Stufe als ein Gesamtprotokoll abgegeben. Vergessen Sie jedoch nicht die Zwischenstufen hinreichend zu charakterisieren! Art und Form des jeweiligen Protokolls kann der Literatur entnommen werden, z.B. Brückner: Fortgeschrittenes Praktikum.

Von mindestens 10 durchgeführten Synthesen müssen 90% bestanden sein!

Bewertung des Praktikums:

[Durchschnitt der Präparate (A) + (Laborjournal + Arbeitsweise/ Kollegialität)]/2 ergibt die erste Teilnote. Die zweite errechnet sich in gleichen Teilen aus den Kolloquien und dem Vortrag. Der Durchschnitt beider Teilnoten ergibt die Praktikumsendnote!

A wird wiederum aus der Güte von Reinheit und Ausbeute gemessen an der Schwierigkeit des Präparates/der Stufe und dem Protokoll ermittelt. Das Protokoll beinhaltet, wie bereits erwähnt, Ansatzberechnung, Durchführung, Beobachtung/Schlussfolgerungen, Mechanismus und Analyse. Die Analyse soll vergleichend, z.B. mit einer Referenz oder einem Simulations-NMR Spektrum erfolgen.

Die Modalitäten der Kolloquien werden gesondert bekanntgegeben. Sie können in einer oder zweier Gruppen abgehalten werden. Das erste Vortragsthema kann jeder StudentX aus einer vorgegebenen Liste frei wählen.

Jedes Kolloquium und der Vortrag kann zweimal wiederholt werden. Der dritte und letzte Versuch (Kolloquium), erfolgt mit Beisitzer; jeder weitere Vortrag wird zu einem anderen Thema gehalten.

### **C. Organisch Anorganische Synthesechemie**

tba

### **D. Naturstoffchemie Praktikum**

tba

#### **2. Führung eines Laborjournals und des Protokolls:**

Als Laborjournal muss ein fest gebundenes Heft in DIN A4/5 mit Seitennummerierung verwendet werden. Informieren Sie sich vor Versuchsbeginn über benötigte Substanzen (z.B. Eigenschaften wie Reinheit oder Toxizität und fertigen Sie die Betriebsanweisung an!), Dimensionierung der Reaktionsapparatur, den erforderlichen Zeitbedarf für die Reaktion sowie Auf- und Abbau der Apparatur, mögliche Syntheseunterbrechungen sowie Reinigung und Abfallbeseitigung. Das Journal muß immer begleitend zum Versuch geführt werden. Die folgenden Angaben soll ein Protokoll enthalten:

1. Name des Präparats (korrekte Nomenklatur + eventueller Trivialname)
2. Datum der Durchführung
3. Literaturangabe
4. Reaktionsschema und Reaktionsgleichung mit Summenformeln und Molmassen.  
Benennen Sie den Reaktionstyp und skizzieren Sie einen sinnvollen Reaktionsmechanismus.
5. Ansatzgröße mit Gramm- und Molangaben.
6. Klare Apparaturbeschreibung in Wort und/oder Bild (mit Größenangaben).
7. Versuchsbeschreibung (zusammenhängender Text!) ergänzend zur Vorschrift mit eigenen Beobachtungen (z. B. Farbe, Schaumbildung, Niederschläge, etc.),  
Protokollierung von fraktionierten Destillationen oder besonderen Reinigungsverfahren.  
Schreiben Sie die Literaturvorschrift nicht einfach ab, schreiben Sie ihr persönliches Protokoll!
8. Ausbeute (Literatur und eigene in Gramm und Prozent der Theorie).
9. Eigenschaften der Verbindung (Farbe, Schmelzpunkt/Siedepunkt, Brechungsindex, evtl. Geruch, Toxizität). Interpretieren Sie evtl. aufgenommene Spektren, Rücktitrationen.
10. Protokollieren Sie eigene Überlegungen zum Gesamtverlauf Ihres Versuchs.

Je nach Praktikum erfolgt eine Bewertung des Laborjournals!

### **3. Glasbruch**

Mit der quitierten Übernahme der Glas/Laborgeräte (vgl. Laufzettel) liegt die Verantwortung für diese bei Ihnen. Für beschädigte oder verlorene Glas/Laborgeräte muss Ersatz beschafft werden. Dies kann einmal durch eine, wenn möglich, Reparatur beim Glasbläser (Herr Herrenberger Tel. 3119) erfolgen. Diese Arbeitsleistung ist für Sie kostenfrei, nur das benötigte Material muss erstattet werden, insofern der Schaden unmittelbar nach dessen Eintritt, auf dem dafür vorgesehenem Formular, gemeldet und quittiert wurde. Das defekte Gerät muss in jedem Fall selbstständig zum Glasbläser gebracht und abgeholt werden. Bei Glasbläser verbliebene Geräte werden als verloren angesehen. Zum anderen haben Sie die Möglichkeit Glas/Laborgeräte zu ersetzen (in Eigenleistung gekauft). Wir empfehlen den Schaden bei Ihrer Haftpflichtversicherung oder dem Studentenwerk einzureichen. Außerdem bieten wir Ihnen an, Ihnen den Wiederbeschaffungswert eines namhaften, kostengünstigen deutschen Anbieters, mitzuteilen.

Es gilt das Verursacherprinzip. Haben Sie ein fremdes Gerät beschädigt oder zerstört müssen auch Sie dafür aufkommen. Also gilt gegenseitige Rücksichtnahme!

**Erst nach Begleichung des Glasbruches wird der Praktikumsschein ausgestellt!**

### **4. Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV**

Erstellen Sie die Betriebsanweisungen (Vordruck nutzen!) für die Praktikumspräparate nach folgenden Regeln:

- Die Betriebsanweisung/Chemikalienbestellschein muss vor der Chemikalienbestellung für jedes Präparat angefertigt werden und dem Assistenten zur Unterschrift vorgelegt werden.
- Die Betriebsanweisung ist mit Name und Platznummer des Praktikanten und des betreuenden Assistenten zu versehen.
- Jedes Präparat wird durch einen eindeutigen Produktnamen und die vorgesehene Ansatzgröße beschrieben.
- Alle eingesetzten Substanzen und zu erwartende Produkte sind bzgl. Ihrer physikalischen Eigenschaften und den von ihnen ausgehenden Gefahren zu charakterisieren.
- Wichtige H- und P-Sätze (früher: R- und S-Sätze) sind zusätzlich schriftlich im Wortlaut zu formulieren.
- Spezielle Gefahren, Verhaltensregeln sowie Erste-Hilfe Maßnahmen sind auf der Rückseite einzutragen.

- Entsorgungsanleitungen eingesetzter bzw. erhaltener Substanzen werden ebenfalls schriftlich aufgeführt.
- Der Inhalt der Betriebsanweisungen muss dem Praktikanten bekannt sein. Bei mangelndem Wissen kann durch den Assistenten keine Unterschrift erteilt werden.

### **5. Ablauf der Chemikalien und Geräteausgabe sowie Entsorgung**

Man beachte auch die Aushänge: Wie werde ich ein Freund der Geräteausgabe/Chemikalienausgabe!!

Nach der erhaltenen Unterschrift auf der Betriebsanweisung, müssen Sie einen Bestellschein mit Ihren benötigten Chemikalien ausfüllen und ebenfalls unterschreiben lassen. In einem Transporteimer werden nun Flaschen (die richtigen!), ordentlich beschriftet (siehe 5.) mit dem Bestellschein zur Chemikalienausgabe gebracht. Dort können Sie, zu den nächsten Öffnungszeiten abgeholt werden! **ALSO: PLANEN SIE VORAUSS!** Alternativ (z.B. sehr schlechtes Wetter) befindet sich eine Sammelbox, in welche Sie Ihre Transporteimer stellen können, unterhalb der Fenster.

**Glasgeräte** können zu den Öffnungszeiten der Ausgabe mit einem unterschriebenen Bestellschein abgeholt/zurückgegeben werden.

Die vollen Lösungsmittel Kanister, sowie Feststoffabfälle werden zur Entsorgung von dem jeweiligen Studenten (dem sogenannten AVD, siehe AVD-Plan) zum Gefahrstoffcontainer gebracht. Dies geschieht, wenn nicht anders bestimmt, immer am letzten Praktikumstag der Woche zu den Öffnungszeiten der Chemikalienausgabe. Denken Sie daran, gefährliche Stoffe und Zubereitungen vor der Entsorgung in entsprechend weniger reaktive Spezies zu überführen oder zu vernichten. Gesammelt wird prinzipiell nach: halogenhaltige und halogenfreie Lösungsmittel, sowie kontaminiertes Wasser. Als Feststoffe werden: kontaminiertes Filterpapier, anorganische Salze + kontaminiertes Kieselgel / Aluoxid und kontaminierter Glasbruch gesammelt. Spezielle Container existieren für Schwermetallsalzabfälle und Quecksilberabfälle (z.B. zerbrochene Thermometer), sowie Kanülen (ohne (!) Spritze).

### **6. Chemikalien Lagerung und Aufbewahrung**

Jedes Chemikaliengefäß muss mit einem vollständig und gut lesbar beschrifteten Etikett versehen sein. Die Etiketten finden Sie im Praktikum, ebenso Gefahrensymbole. Zusätzlich sind die Etiketten mit Klarsichtfolie/Tesa<sup>®</sup> zu fixieren. Das Überkleben von alten Etiketten ist

verboten. Behälter mit unbekanntem Inhalt müssen sofort dem Assistenten gemeldet werden. Bewegen Sie Gefäße mit unbekanntem Inhalt möglichst nicht, da manche Substanzen (z. B. Säurechloride) in verschlossenen Behältern Druck entwickeln oder explodieren können. Für einige Lösungsmittel und Chemikalien (früher T+) benötigen Sie eine Sondergenehmigung/Formulare (Rücksprache mit den Assistenten).

Es versteht sich von selbst, dass nur notwendige Chemikalien am Arbeitsplatz stehen. Eine Bevorratung ist zu vermeiden. Die fertigen Präparate werden in einem verschließbaren Glasgefäß abgegeben. Feststoffe am Besten in Schnappdeckelgefäßen Flüssigkeiten in abgeschmolzenen Ampullen. Im Praktikum OC-3 soll bei hydrolyse-, oxidationsempfindlichen oder pyrophoren Stoffen die Abgabe mit dem Assistenten abgesprochen werden. Das Etikett soll die folgenden Angaben enthalten: Substanzbezeichnung, Datum, Hersteller (also Sie), Menge [g], Schmelz- bzw. Siedepunkt, ggf. Brechungsindex oder GC-Reinheit.

## **7. Studentischer Assistent vom Dienst (AVD)**

Pro Praktikumstag wird ein Student als AVD bestimmt (Liste). Dieser muss bis zum Praktikumsende anwesend sein und kommt folgenden Aufgaben nach:

- Kontrolle der Abfallbehälter
- Kontrolle der Abzüge und Arbeitsplätze auf Sauberkeit und Sicherheit – ggf. Nacharbeiten
- Kontrolle Rotationsverdampfer (Auffangkolben) und Pumpe (Auffangkolben), Kühlfallen
- Reinigung der Wägeplätze, Säuberung der Waagen/ der allgemeinen Instrumente bei Bedarf
- Kontrolle/Abschalten aller Wasser/Gas/Vakuum/Drucklufthähne sowie aller laufender Apparaturen (30 Minuten vor Praktikumsende Apparate abschalten!)
- Kontrolle eventueller Dauerversuchskarten auf Aktualität und Sicherheit der Reaktionen
- Durchfegen des Labors
- Reinigung der Waschbecken
- Werden die Aufgaben nicht wahrgenommen, folgt eine Strafanalyse/Präparat.



Die AVD-Aufgaben enden mit der Übergabe des Saales an den Assistenten!

## 8. Spezielle Anweisungen

Das **Erwärmen** von brennbaren oder giftigen Lösungsmitteln direkt auf der Heizplatte ist nicht gestattet. Sollten Sie „über offener Flamme“ arbeiten müssen, sprechen Sie es mit dem Assistenten ab, im Regelfall wird nicht mit Brennern erhitzt. Ölbäder stellen eine flexible Lösung zum Heizen dar. Allerdings geht eine nicht zu unterschätzende Gefahr von heißen Ölbädern aus. Als Ölgefäß kommen nur noch die rutschsicheren Spezialtöpfe in Frage. Diese müssen sicher auf der Heizplatte eingerastet sein. Alle Schläuche an Kühlern sind gegen abgleiten zu sichern. Sie dürfen nicht entfernt werden solange das Ölbad unter der Apparatur steht, um ein versehentliches Eintropfen von Wasser zu verhindern. Sollte dennoch Wasser in ein heißes Ölbad gelangt sein, ist die Heizung möglichst auszuschalten und der Topf, wenn möglich, abzudecken. Vorsicht Öl kann unkontrolliert herauspritzen, ist das Abdecken nicht möglich, wird der Abzug geschlossen bis die Badflüssigkeitstemperatur wieder unter 100°C liegt. Melden Sie ein Eindringen von Wasser in ein Ölbad immer den Assistenten und stellen Sie es nicht einfach für den nächsten Studenten bei Seite. Wo möglich sollten sie Aluminium-Heizbäder benutzt werden! Das Verwenden von Metallbädern (Woodsches Metall) darf nur unter dem Abzug erfolgen, da es giftiges Bi, Pd und Cd enthält.

Beim Verwenden des **Vacuu-LAN<sup>®</sup>** muss ein Sicherheitsgefäß zwischengeschaltet sein (z.B. Woulfische Flasche) um ein Zurücksaugen in die Leitung zu verhindern. Der pumpenseitige Ausgang darf dabei nicht das Steigrohr sein! Dennoch verschmutzte Leitungen sind vom Verursacher, unter Aufsicht des Assistenten komplett (bis zur Pumpe) zu säubern.

Es wird explizit auf die Gefahren beim Umgang mit **tiefkalten Medien** (LN<sub>2</sub>) hingewiesen. Wird LN<sub>2</sub> in Dewars zwischengelagert, so ist immer der lockere Verschluss aufzusetzen, gleiches gilt bei Kühlfällen (Alufolie hat sich bewährt), um ein Einkondensieren von Luftsauerstoff zu verhindern.

**Drehschieberpumpen** dürfen nur mit zwischengeschalteter Kühlfalle (LN<sub>2</sub>) betrieben werden. Über das Vorgehen informiere man sich in der Literatur! Nach beendeter Arbeit wird kurz belüftet, die Pumpe/ggf. Messgerät ausgeschaltet und die Kühlfalle demontiert um einen Überdruck im System zu verhindern. Nach dem Auftauen wird der Kühlfalleninhalt entsprechend entsorgt. Nicht sachgemäß betriebene Kühlfällen stellen ein ernstes Risiko für Sie und Ihre Kommilitonen dar!

Beim **Destillieren aggressiver Verbindungen**, explizit solcher, welche Halogenwasserstoff oder ähnliches freisetzen, soll ein Absorptionsrohr (KOH) vor der Pumpe angebracht sein. Natürlich kommen hier nur Membranpumpen in Frage. Das Abdestillieren von Thionylchlorid, Sulfurylchlorid, Phosphoroxichlorid, Säurechloriden o.ä. darf nicht am Rotationsverdampfer erfolgen. Solche Stoffe dürfen ebenso nicht mittels Refraktometer untersucht werden!

Im Praktikum stehen Ihnen Geräte zur allgemeinen Nutzung zur Verfügung, Der Gebrauch aller allgemeinen Saalgeräte erfolgt immer ohne Handschuhe. Gleiches gilt auch für den Kühlschrank, die Türklinken und vor allem für den Verbandskasten.