

Richtlinien zum Praktikum „Organische Materialchemie“ (EMP)

1. Eignungsvoraussetzungen und Ziele

Voraussetzung zur Aufnahme in das Praktikum ist die regelmäßige und aktive Teilnahme an den Vorlesungen „Organische Experimentalchemie I“, sowie der begleitenden Übung.

Ziel des organisch-chemischen Praktikums ist es, Ihnen die grundlegenden Arbeitsmethoden der organisch-chemischen, synthetischen Laborpraxis, sowie praktische Kenntnisse der wichtigsten Spektroskopie-Methoden zu vermitteln. Im Rahmen des Praktikums sind 4 Präparate aus 3 Themenblöcke darzustellen, die der Assistierende aus dem Praktikumskript für Sie zusammenstellt. Anschließend erfolgt die Analyse der Präparate mit verschiedenen Methoden.

2. Organisation

Die Anmeldung zum Praktikum erfolgt bitte VOR PRAKTIKUMSBEGINN in Stud.IP. Informationen hierzu finden Sie in Stud.IP. Circa eine Woche vor Praktikumsbeginn findet die Vorbesprechung statt. Die Terminankündigung erfolgt über Stud.IP und per E-Mail.

Im Anschluss an die Vorbesprechung findet in der Regel das obligatorische Sicherheitsseminar statt (siehe unter 4.). Die **Teilnahme ist Pflicht** und muss von Ihnen durch Unterschrift bestätigt werden. Ohne Sicherheitsseminar kein Praktikum! Bitte informieren Sie sich rechtzeitig über den Termin!

Die Zuordnung zu den Assistierenden findet nach dem Sicherheitsseminar statt. Die Übernahme des Praktikumsplatzes findet vor Praktikumsbeginn statt und wird von Herrn M. Spillner und den Assistierenden betreut. Die Schrankabgabe erfolgt am Ende des Praktikums. Reklamationen zur Ausrüstung sind an Herrn M. Spillner zu richten. Der Termin für die Schrankabgabe ist mit Herrn Spillner zu vereinbaren. Sollte die ordnungsgemäße Schrankabgabe nicht bis spätestens 4 Wochen nach Ende des Praktikums erfolgt sein wird die Teilnahme am Praktikum nicht bestätigt.

Die präparativen Arbeiten führen Sie in Ihrem Praktikumssaal durch. Die Öffnungszeiten der Praktikumsäle werden bei der Vorbesprechung festgelegt.

Die jeweils verantwortliche Aufsichtsperson öffnet den Saal. Sind bis 15 Minuten nach Saalöffnung keine Studierende anwesend, wird der Saal für diese Schicht geschlossen. Außerdem ist das Praktikum während spezieller Veranstaltungen, wie dem Institutsseminar oder GDCh-Vorträgen, geschlossen.

Ihre Anwesenheit während der Öffnungszeiten **ist Pflicht**; im Krankheitsfall benachrichtigen Sie bitte Ihren Assistierenden und legen bitte ein Attest vor.

Das Praktikum findet als Blockveranstaltung (**3 Wochen**) in der vorlesungsfreien Zeit statt. **Sollte das Praktikum abgebrochen werden, so wird dieses für die Prüfungseinheit als Fehlversuch gewertet!**

Die Ausgabe der Chemikalien erfolgt durch das Zentrale Chemikalienlager auf Bestellschein mit Unterschrift des zuständigen Assistierenden.

3. Ablauf

Das Eingangskolloquium (siehe Punkt 9.) muss bis eine Woche vor dem Start des Blockpraktikums abgelegt und bestanden werden. Es wird in deutscher oder englischer Sprache mit dem jeweiligen Assistierenden durchgeführt. Der Kolloquiumstermin muss werktags mindestens 24 h vor dem Stichtag vereinbart werden. Eine Absage muss spätestens 24 h vor dem Termin erfolgen, sonst gilt es als nicht bestanden. Bei zweimaligen Nichtbestehen erfolgt eine Abnahme durch Prof. Wilhelm. **Wenn der Nachweis der Sachkunde in einem dritten Kolloquium nicht erbracht werden kann, gilt das Praktikum auch aus Sicherheitsaspekten als nicht bestanden und muss im nächsten Semester wiederholt werden.** Die Vorschriften der von Ihnen darzustellenden Präparate werden Ihnen dann von Ihrem Assistierenden ausgehändigt.

Für jedes Präparat müssen Sie ein Kurzkolloquium bei Ihrem Assistierenden ablegen. Ein Kurzkolloquium umfasst die Durchführung und den theoretischen Hintergrund des Präparats. Ebenso wird hier die von Ihnen ausgefüllte Betriebsanweisung vom Assistierenden unterschrieben. Diese ist am Versuchstag mitzubringen. Ohne unterschriebene Betriebsanweisung, kein Versuch!

Außerdem muss jeweils ein Kolloquium zu den fünf Analysemethoden (UV/Vis-, Fluoreszenz-, IR- und NMR-Spektroskopie sowie Massenspektrometrie) abgelegt und bestanden werden.

Nach der erfolgreichen Darstellung aller Präparate erfolgt die Analyse mit den verschiedenen spektroskopischen Methoden. Hierfür wird ein gesonderter Termin mit den betreuenden Personen vereinbart.

Die Erstabgabe, sowie die Korrekturen, der Protokolle müssen in einem 14-tägigen Rhythmus erfolgen. (Siehe Punkt 5.)

Das Eingangskolloquien und die Protokolle werden intern zensiert. Die daraus resultierende Praktikumsnote fließt in die Modulnote mit ein.

4. Sicherheitshinweise

Für das Sicherheitsseminar besteht Anwesenheitspflicht. Informiert wird über die Betriebsanweisung nach §20 GefStoffV, Listen der krebserzeugenden und fruchtschädigenden Gefahrstoffe, sowie für Studentinnen über mögliche Beschäftigungsbeschränkungen und Gefahren für gebärfähige Arbeitnehmerinnen und werdende, sowie stillende Mütter beim Umgang mit Gefahrstoffen. Diese Informationen sind im Einzelnen in den Praktikumsälen ausgehängt. Verteilt wird – soweit noch nicht in anderen Praktika geschehen – die Laborordnung der TU Clausthal.

Informieren Sie sich im Organikum über die Standardapparaturen für organisch-chemische Reaktionen. Alle Apparaturen müssen vom aufsichtsführenden Assistierenden vor Inbetriebnahme überprüft werden.

Bei Abwesenheit (Mittagessen oder Bibliothek) müssen laufende Versuche durch einen Studierenden beaufsichtigt werden.

Vor dem Versuch legen Sie dem aufsichtsführenden Assistierenden Ihre unterschriebene Betriebsanweisung vor. Diese beinhaltet die Reaktionsgleichung [Edukt(e) und Produkt(e) sowie Nebenprodukte, soweit bekannt, aber ohne Mechanismus], sowie H-, P- und ggf. EUH- Sätze zu den benutzten Verbindungen (soweit bekannt).

5. Protokolle

Zu jedem Präparat ist ein Protokoll mit selbst gezeichneten Molekülen, selbst verfassten Texten und selbst durchgeführter Auswertung der Spektren anzufertigen.

Zur Darstellung der Moleküle und Mechanismen sollte das Programm ChemBioDraw Ultra verwendet werden. Dies kann unter folgendem Link heruntergeladen werden:

https://doku.tu-clausthal.de/doku.php?id=lizenzen_und_software:campus_software:chemoffice

Die Erstabgabe und die Korrekturen müssen im 14-tägigen Rhythmus erfolgen.

Das Protokoll enthält:

- Name des Präparats in korrekter IUPAC-Nomenklatur (siehe die IUPAC-Richtlinien, OC-Bibliothek).
- Fundstelle der Arbeitsvorschrift.
- Konkrete Reaktionsgleichung einschließlich des Mechanismus. Geben Sie hier bei den Edukten und dem Produkt jeweils das Molekulargewicht unter der Formel an.
- Versuchsbeschreibung des *tatsächlichen* Verlaufs, also Ihre *eigenen* Beobachtungen – sinnvollerweise in der Vergangenheitsform mit Mengenangaben in g oder ml **und** (m)mol.

- Charakterisierung des Produktes, d.h., Schmelzpunkt, Siedepunkt und zum Vergleich die entsprechenden Daten aus der Literatur.
- Die erzielten Ausbeuten in Gramm und Prozent der Theorie und der Literatur.

Ein Beispielprotokoll ist unter: <http://www.ioc.tu-clausthal.de/studium/praktikum/> zu finden.

Plagiat: Im Falle eines eindeutigen Plagiaten wird die Stufe nicht anerkannt und es muss eine Strafstufe synthetisiert werden. Das Protokoll ist dann handschriftlich abzugeben!

6. Abgabe der Präparate

Fertige Präparate werden beim zuständigen Assistierenden abgegeben. Ein auf dem Präparateglas angebrachtes Etikett enthält leserlich und mit Bleistift geschrieben die folgenden Angaben: Name des Studierenden und des Präparats, Ausbeute, physikalische Daten mit Vergleichsdaten aus der Literatur.

Die Reinheitsanforderungen lauten: $n_D = \pm 0.001$; Smp. ($\leq 100\text{ °C}$) $\pm 3\text{ °C}$, Smp. ($\geq 100\text{ °C}$) $\pm 3\%$. Geforderte Ausbeute $\geq 50\%$ der Literatur-Ausbeute.

7. Abschluss des praktischen Arbeitens

Bitte räumen Sie Ihren Arbeitsplatz unverzüglich, nachdem Sie die experimentelle Tätigkeit beendet haben. Am Ende des Praktikums findet ein **gemeinsamer Saalputz** statt. Anschließend erfolgt die ordnungsgemäße Schrankabgabe mit Herrn M. Spillner. Glasgeräte, die während des Praktikums zu Bruch gehen, von den Studierenden ersetzt werden. Dies sollte vor der Schrankabgabe bereits erfolgt sein.

8. Literatur

Praktische Hinweise können Sie folgenden Handbüchern entnehmen:

- **Organikum, Org.-Chem. Grundpraktikum, 23. Aufl., Wiley-VCH, Weinheim 2009.**
- Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie, S. Hünig, P. Kreitmeier, G. Märkl, J. Sauer, Lehmanns Media – LOB.de, Berlin 2008.

Empfehlenswerte, begleitende Lehrbücher sind:

- Organische Chemie, K. P. C. Vollhardt, N. E. Shore, VCH, Weinheim 2005.
- Organische Chemie, H. Hart, L. E. Craine, D. J. Hart, Wiley- VCH, Weinheim 2007.
- Organische Chemie, ein praxisbezogenes Lehrbuch, G. Jeromin, Harry Deutsch, Thun 1996.
- Organic Chemistry, P. Y. Bruice, Pearson Studium, München 2010.
- Lehrbuch der Organischen Chemie, W. Walter, W. Francke, S. Hirzel, Stuttgart 2004.

Alle Bücher können in der Lehrbuchsammlung der ZB entliehen werden.

9. Stichpunktliste zum Eingangskolloquium

Das Kolloquium orientiert sich an den Inhalten des Organikums.

Sicherheit

- Laborkleidung
- Verhalten im Labor
- Sicherheitseinrichtungen
- Gefahrensymbole, H-, P-Sätze

Labortechnik

- Pumpenstand, Arten von Vakuumpumpen
- Aufbau Standardapparaturen (Destillationsapparatur, Rückflussapparatur...)
- Lösemittel
 - Arten von Lösemitteln (protisch, aprotisch, polar, unpolar)
 - Trocknen, Trockenmittel
 - Entsorgung
- Erhitzen, Kühlen
 - Heizmedien, Heizapparaturen
 - Kältemischungen, Kryostate
- Reinigung von Stoffen
 - Ausschütteln
 - Umkristallisieren
 - Destillieren (Normaldruck, Vakuum, Kolonnen, Wasserdampf)
 - Sublimieren
 - Bestimmung von Schmelzpunkt, Siedepunkt, Brechungsindex

Grundlagen

- Nomenklatur, Trivialnamen
- funktionelle Gruppen
- Bindungstheorien, Hybridisierungsarten
- Säure-, Base-Theorien (Lewis- und Brönstedt-Theorie)
- Katalyse, Katalysator, Aktivierungsenergie
- Gleichgewichtsreaktionen, Prinzip von Le Chatelier
- Definition eines aromatischen Systems
- Radikalische Substitution
 - Herstellung von Radikalen
 - Stabilität und Reaktivität von Radikalen
 - Initiatoren: BPO, AIBN
 - Radikalkettenreaktion (Start-, Fortpflanzungs- und Abbruchreaktion)
 - Radikalische Polymerisation (Start-, Wachstums- und Abbruchreaktion)

- Nukleophile Substitution
 - S_N1 , S_N2 Mechanismen
 - Wann ist welcher Mechanismus bevorzugt?
 - Lösemittelleffekte, Struktureffekte, Abgangsgruppen
 - Walden-Umkehr, Racemisierung, Inversion
 - Energieschemata
- Eliminierung
 - E_1 - und E_2 -Eliminierung
- Additionsreaktionen:
 - Elektrophile Addition
 - Radikalische Addition
- Elektrophile aromatische Substitution
 - Mechanismus (π -Komplex, σ -Komplex)
 - Substituenteneffekte
 - SSS und KKK Regel