

Praktikum Anorganische und Organische Synthesechemie

für Studierende des Bachelor-Studiengangs Chemie
der

Freien Universität Berlin

PRAKTIKUMSORDNUNG

Stand: März 2018

Inhaltsverzeichnis

1. Ziele.....	1
2. Zulassung	1
3. Sicherheitsunterweisung.....	1
4. Abbruch des Praktikums / Erkrankungen.....	2
5. Platz- und Gruppenzuweisung	2
6. Saaldienst	2
7. Grundausrüstung	3
8. Ablauf.....	4
9. Richtlinie für die Zeiteinteilung	5
10. Vorprotokoll / Laborjournal / Antestat (Vorbesprechung)	5
11. Ablauf von Antestaten, mangelnde Kenntnisse	6
12. Protokolle	7
13. Versuchsdurchführung und Planung	7
14. Bewertung des Praktikums.....	8
15. Betrugsversuche	10
16. Sicherheit im Labor	10

PRAKTIKUMSORDNUNG

1. Ziele

Das Praktikum Anorganische und Organische Synthesechemie am Institut für Chemie und Biochemie der Freien Universität Berlin ist Teil des Bachelor-Studiengangs Chemie.

Das Praktikum strebt folgende Ziele an:

- Planung und Durchführung mehrstufiger organischer und anorganischer Synthesen unter Beachtung von Laborsicherheitsaspekten
- fortgeschrittene Laboratoriumstechniken wie z. B. Arbeiten unter Wasser- oder Luftausschluss (Schlenk-Technik, Handschuhbox), Arbeiten unter Vakuum
- sicheres Arbeiten mit Gasen
- chromatographische Verfahren
- Struktursicherung mit spektroskopischen Methoden (IR-/ Raman-Spektroskopie, Heterokern-NMR-Spektroskopie)

2. Zulassung

Die Zulassungsvoraussetzungen sind in der aktuellen Fassung der Prüfungsordnung geregelt. Die Praktikumsleitung darf in Einzelfällen, begründete Ausnahmen von dieser Regelung treffen. Die Teilnahme an der aktuellen aktenkundigen Sicherheitsbelehrung ist für alle Studierenden verpflichtend, ansonsten darf das Praktikum aus Sicherheitsgründen nicht angetreten werden.

3. Sicherheitsunterweisung

Es ist gesetzlich vorgeschrieben, dass die Studierenden vor Beginn der praktischen Arbeiten im Laboratorium an einer aktenkundigen Sicherheitsbelehrung [mündliche Sicherheitsunterweisung nach Gefahrstoffverordnung § 14(2)] teilnehmen und die Teilnahme durch Unterschrift bestätigen müssen. Mit dieser Unterschrift bestätigen die Studierenden, dass sie auf die Vorschriften und Regelwerke GUV-R 120, GUV SR 2005, GUV-R 195 und GUV-I 8553 hingewiesen wurden und diese bei ihrer Arbeit im Labor berücksichtigen werden. In der Sicherheitsunterweisung werden die Studierenden zusätzlich über Sicherheitsvorschriften und Sicherheitsvorkehrungen sowie über folgende Punkte informiert:

- den sicherheitsgerechten Umgang mit Chemikalien
- die sachgerechte Entsorgung von Abfällen (gemäß den technischen Vorschriften)
- die erforderlichen Schutzmaßnahmen
- das situationsgerechte Verhalten im Gefahrfall.

4. Abbruch des Praktikums / Erkrankungen

Der Rücktritt vom Praktikum ist nur während der ersten beiden Praktikumswochen ohne Angabe von Gründen möglich. Der Rücktritt ist **schriftlich** (per E-Mail) bei der Praktikumsleitung einzureichen. Das praktikumsbegleitende Seminar darf unabhängig davon besucht werden. Wenn das Praktikum nach den ersten beiden Wochen abgebrochen wird, muss dies **schriftlich begründet** werden. Generell gilt das Praktikum als „nicht bestanden“ und muss komplett wiederholt werden. Es werden keine bis dahin erbrachten Leistungen anerkannt. Liegt allerdings eine Erkrankung vor, weshalb der Besuch des Praktikums unterbrochen oder abgebrochen werden muss, ist es möglich, sich die bisher erbrachten Leistungen anerkennen zu lassen und die restlichen Aufgaben im folgenden Semester nachzuholen. Hierfür ist ein **ärztliches Attest dringend notwendig**. Es werden dieselbe Anzahl an Praktikumstagen hinzugefügt, die in dem Attest bescheinigt worden sind.

Bei einer Erkrankung muss die Praktikumsleitung **sofort am Krankheitstag** telefonisch oder per E-Mail informiert werden. Innerhalb der nächsten **fünf Arbeitstage** muss ein **ärztliches Attest** mit Angabe der Dauer der Erkrankung bei der Praktikumsleitung vorgelegt werden.

5. Platz- und Gruppenzuweisung

Die Praktikumsplätze im Saal werden den Studierenden durch die Praktikumsleitung zugewiesen. Am ersten Tag findet ein Einführungskurs statt. Die Studierenden werden in Gruppen eingeteilt, die jeweils von einem/einer Assistenten/in betreut werden. Anschließend erfolgt 10 Wochen freies Arbeiten in den Praktikumsräumen, das zu jeder Zeit durch Saalassistenten/innen beaufsichtigt wird. Der Saaldienst wird von der Praktikumsleitung wochenweise eingeteilt und ein Tausch ist nur unter Rücksprache mit der Praktikumsleitung möglich.

6. Saaldienst

- Der Saaldienst muss den gesamten Praktikumstags anwesend sein. Pausen können untereinander abgesprochen werden. Anwesenheitspflicht von Beginn bis Ende!
- Jeder Student muss eine Woche Saaldienst machen
- Abgabe der Lösungsmittel-, Schwermetallabfall und des kontaminierten Feststoffes erfolgt am Di. um 13:35 Uhr bei den Garagen (hinter dem Stickstofftank)
- Austauschen der leeren Plastiklösungsmittelflaschen gegen volle im Übergaberaum (Keller)
- Für das gesamte Praktikum zur MV gehen (Ausgabezeiten beachten!)
- Füllen des Stickstofftanks

PRAKTIKUMSORDNUNG

- Beginn des Praktikumstags:
 - Haupthähne des Kühlwassers aufdrehen
 - Anschalten von Strom und Wasser an den Rotationsverdampfern
 - Anschalten der Trockenschränke
 - Anschalten der Waagen
 - Anschalten der Computer
- Ende des Praktikumstags:
 - Ausschalten von Strom und Wasser an den Rotationsverdampfern
 - Haupthähne des Kühlwassers zudrehen (außer im Nachtlabor!!!!)
 - Ausschalten der Trockenschränke
 - Überprüfen, dass sämtliche Argonhaupte hähne an den Abzügen geschlossen sind
 - Überprüfen, dass die Kühlfallen sämtlicher Vakuumapparaturen abgebaut und die Manometer ausgeschaltet sind
 - Ausschalten der Waagen
 - Sicherstellen, dass alle Lösungsmittelkanister und alle Plastiklösungsmittelflaschen wieder in den entsprechenden Sicherheitsschränken sind
 - Ausschalten der Computer und der Kaffeemaschine im Pausenraum
 - Licht ausmachen in den Toiletten

7. Grundausrüstung

Den Studierenden wird eine Grundausrüstung leihweise zur Verfügung gestellt. Die Platzübernahme erfolgt am ersten Praktikumstag. Spezielle Apparaturen und Geräte werden nach Bedarf in zeitlich begrenztem Rahmen ausgeliehen. Die übernommene Grundausrüstung muss nach Praktikumsabschluss ordnungsgemäß, sauber und vollständig zurückgegeben werden. Für Glasbruch oder -beschädigung werden Materialkosten berechnet, fehlende oder beschädigte Geräte müssen ersetzt werden. Die Rechnung muss nach Abschluss des Praktikums, spätestens vier Wochen nach dem Praktikumsende, bezahlt werden. Die Einzahlung erfolgt durch Überweisung auf das Girokonto der Freien Universität Berlin mit einem entsprechenden Verwendungszweck (siehe Rechnung). Die Quittung/Kontoauszug (Kopie) muss anschließend bei der Praktikumsleitung per Email eingereicht werden. Erst nach Kostenerstattung gilt das Praktikum als abgeschlossen.

8. Ablauf

Das Modul Praktikum Anorganische und Organische Synthesechemie beginnt mit dem **Strukturkurs** (Strukturanalytische Methoden), der 2 Wochen lang (10 Tage) nachmittags stattfindet. Neben einer kurzen Wiederholung zu ^1H -NMR-Spektroskopie und ^{13}C -NMR-Spektroskopie wird die Heterokern-NMR-Spektroskopie durchgenommen. Außerdem wird ausführlich die IR- und die Raman-Spektroskopie besprochen. Der Besuch des Kurses wird dringend empfohlen, da am Ende ein Test zu bestehen ist. Das gesamte Modul des Praktikums gilt nur als bestanden, wenn dieser Test bestanden wurde.

Weiterhin findet ein praktikumsbegleitendes **Seminar** statt, in dem jede/r Studierende einen Vortrag halten muss. Im Seminar gibt es eine Anwesenheitspflicht. Das Seminar gilt nur als bestanden, wenn die Anwesenheit erfüllt und der Vortrag bestanden wurde. Das gesamte Modul des Praktikums gilt nur als bestanden, wenn auch das Seminar bestanden wurde. Betreut wird das Seminar von den Dozent*innen der Anorganischen und Organischen Chemie. Die Themen sind an bestimmte Dozent*innen und Termine gebunden. Es ist aber in Rücksprache mit der Praktikumsleitung auch möglich, eigene Themenvorschläge einzubringen.

Das **Praktikum** ist 10 Wochen (50 Tage) lang geöffnet. Die Öffnungszeiten sind (solange nicht anders bekannt gegeben: Mo.-Di.: 10-18 Uhr und Mi.-Fr.: 12-18 Uhr. Freitags wird ab 16 Uhr nur noch der Saal geputzt. Hierbei gilt Anwesenheitspflicht für alle. Ausnahmen müssen mit der Praktikumsleitung besprochen und ausreichend begründet werden. Am Ende des Praktikums gibt es mindestens einen Putztag und einen Tag für die Platzabgabe, auch hier haben alle Studierenden Anwesenheitspflicht.

Das **Praktikum** beginnt mit einer Säulenchromatographie und einer Sublimation. Es folgen vier einstufige Präparate, zwei aus der Organischen Chemie (OC) und zwei aus der Anorganischen Chemie (AC). Anschließend werden die Auftragspräparate aus den Arbeitsgruppen bearbeitet, je eines aus der OC und der AC. Abschließend folgen zwei einstufige Präparate, je eines aus der OC und der AC. Die Reihenfolge der AC- und OC-Versuche erfolgt alternierend (das ist in der Tabelle mit Student/in 1 und Student/in 2 veranschaulicht), damit nicht alle Studierenden gleichzeitig dieselbe Ausrüstung benötigen.

PRAKTIKUMSORDNUNG

Student/in 1	Student/in 2
Säulenchromatographie	Sublimation
Sublimation	Säulenchromatographie
Einzelpräparat 1 (OC)	Einzelpräparat 1 (AC)
Einzelpräparat 2 (AC)	Einzelpräparat 2 (OC)
Einzelpräparat 3 (OC)	Einzelpräparat 3 (AC)
Einzelpräparat 4 (AC)	Einzelpräparat 4 (OC)
Mehrstufenpräparat (OC)	Mehrstufenpräparat (AC)
Auftrag aus einer Arbeitsgruppe	Auftrag aus einer Arbeitsgruppe
Mehrstufenpräparat (AC)	Mehrstufenpräparat (OC)
Auftrag aus einer Arbeitsgruppe	Auftrag aus einer Arbeitsgruppe
Einzelpräparat 5 (OC)	Einzelpräparat 5 (AC)
Einzelpräparat 6 (AC)	Einzelpräparat 6 (OC)

9. Richtlinie für die Zeiteinteilung

In der Regel gilt es, die Öffnungszeiten des Praktikums ausgiebig zu nutzen, um alle Versuche fertig stellen zu können. Generell sollte jede/r Studierende sich die Zeit selbst einteilen. Wem das schwer fällt, kann sich an folgendem Zeitplan grob orientieren: Die Bearbeitung der ersten beiden Versuche (Säulenchromatographie, Sublimation) sollte nach ca. einer Woche abgeschlossen sein. Die nächsten vier Einzelpräparate sollten nach ca. 3 Wochen fertig gestellt sein. Die Bearbeitungszeit der darauffolgenden Mehrstufenpräparate liegt bei ca. 4 Wochen. Abschließend verbleiben noch ca. 2 Wochen für die beiden letzten Einzelpräparate.

10. Vorprotokoll / Laborjournal / Antestat (Vorbesprechung)

Es muss für alle Versuche ein **Vorprotokoll** geschrieben werden, in das die Durchführung der Reaktion, die Reaktionsgleichung, die Strukturformel des Produktes, die Ansatzberechnung und die Charakterisierung des Produktes (NMR-, IR-, Ramandaten) samt Literatur eingetragen werden muss. Außerdem werden die H- und P-Sätze aller verwendeten Chemikalien eingetragen. Es ist ein **Laborjournal** zu führen. Das ist ein gebundenes Heft, in das die Vorprotokolle eingeklebt oder eingheftet werden und während der Reaktion alle einzelnen Schritte, Experimente, Aufarbeitungen und Beobachtungen mit Datum handschriftlich festgehalten werden. Die Versuche werden im Laborjournal durch nummeriert und die Ausbeuten zu den Versuchen eingetragen. Außer der Versuche

PRAKTIKUMSORDNUNG

Säulenchromatographie und Sublimation muss jeder Versuch mit einem/r Assistenten/in in einem **Antestat** vorbesprochen werden. Der Versuch darf erst nach der Vorbesprechung begonnen werden. Zum Antestat sind das Vorprotokoll und ein Laufzettel mitzubringen, in dem das Bestehen des Antestats von dem/r Assistenten/in bescheinigt wird. Der Laufzettel ist dem/r Saalassistenten/in vor Beginn des Versuchs vorzuzeigen.

11. Ablauf von Antestaten, mangelnde Kenntnisse

Um die Sicherheit im Labor zu gewährleisten und um das Erreichen der erforderlichen Lernziele zu unterstützen, müssen versuchsbezogene Grundkenntnisse in Organischer und Anorganischer Chemie sowie ausreichende Kenntnisse sicherheitsrelevanter Aspekte (Versuchsdurchführung, Gefährlichkeit der eingesetzten Chemikalien, H- und P-Sätze der Chemikalien, Gefahrensymbole, etc.) zum Versuch vor dem jeweiligen Experiment nachgewiesen werden.

Diese Kenntnisse werden in Form eines **mündlichen Antestats** (ca. 15-20 Minuten) durch eine/n der Assistenten/innen überprüft. Erst ein erfolgreich bestandenes Antestat berechtigt zur Durchführung des Experiments. Hierbei ist von den Studierenden ein Vorprotokoll vorzulegen, das Reaktionsgleichungen, Strukturformeln vor allem des Produktes, die Durchführung des Versuches, die Ansatzberechnung, Literaturdaten zur Charakterisierung des Produktes und sicherheitsrelevante Daten (H- und P-Sätze) aller zu verwendenden Chemikalien enthält. Diese Inhalte werden von dem/der Assistenten/in mündlich abgefragt und darauf geprüft, ob sie auch verstanden worden sind. Auch der genaue Versuchsaufbau und die Gefahren, die sich daraus ergeben werden besprochen (z.B. Druckausgleich beim Erhitzen oder Gasentwicklung, die Gefahr beim Arbeiten mit flüssigem Stickstoff etc.).

Dieser mündliche Test (Vorgespräch) dient dazu, herauszufinden, ob sich die Studierenden ausreichend auf ihre Versuche vorbereitet haben und somit in der Lage sind, diese sicher und ohne sich oder andere zu gefährden durchzuführen.

Während des Antestats müssen Handys/Smartphones ausgeschaltet oder auf „lautlos“ gestellt sein und dürfen nicht auf dem Tisch liegen. Auch mp3-Player, i-Pods o.ä. sind verboten.

Sollte in diesem Gespräch das Wissen des/r Studenten/in nicht ausreichend sein, besteht ein Sicherheitsrisiko und der/die Studierende darf nicht mit dem Versuch beginnen. Es besteht dann die Möglichkeit, das Gespräch bei dem/der gleichen Assistenten/in zu wiederholen. Sollte wiederholt das Wissen des/r Studenten/in erneut nicht ausreichend sein, findet das dritte Vorgespräch zusammen mit der Praktikumsleitung und einem/r Assistenten/in statt. Dieser Test wird protokolliert. Sollte auch hierbei das Wissen des/r Studenten/in nicht ausreichen, ist der/die Studierende von diesem Versuch ausgeschlossen, da sonst eindeutig ein Sicherheitsrisiko für alle in dem Praktikumsaal tätigen Personen besteht. Sollte der/die Studierende auf diese Weise von drei oder mehr Versuchen ausgeschlossen werden, gilt das gesamte Modul des Praktikums als nicht bestanden.

Sollte von einem/r Assistenten/in eine andere Versuchsvorschrift vorgeschlagen werden als die vom Studierenden ermittelte, sind die sicherheitsrelevanten Daten der Chemikalien und des Versuchsaufbaus nachzutragen und bei dem/r Assistenten/in nachträglich vorzulegen.

12. Protokolle

Ein Versuch gilt erst als bestanden und abgeschlossen, wenn das Protokoll abgegeben ist. Zu Beginn werden die ersten beiden Einzelpräparate angesagt. Bei der Abgabe eines der beiden Protokolle wird ein weiteres Präparat angesagt (in der oben dargestellten Reihenfolge, s. Ablauf). Es dürfen somit immer zwei Versuche gleichzeitig bearbeitet werden. Die Protokolle für die Säulenchromatographie und Sublimation sind davon unabhängig zu bearbeiten, die Frist dafür beträgt i.d.R. die ersten beiden Praktikumswochen. Der Termin zur Abgabe der letzten Protokolle liegt in den Semesterferien und wird den Studierenden am Ende des Praktikums mitgeteilt.

Die Protokolle müssen bei den diensthabenden Assistenten/innen im Saal ausgedruckt vorgelegt werden, die stempeln diese und geben die neuen Präparate bekannt, danach werden die Protokolle von den Studierenden zu den Assistenten/innen gebracht, bei denen sie die Vorbesprechung hatten. Bei der Abgabe der Protokolle muss das Produkt des durchgeführten Versuchs bei dem/r Saalassistenten/in oder bei dem/r jeweiligen Auftraggeber/in abgegeben werden. Es werden keine handschriftlich angefertigten Protokolle angenommen. Ob die Abgabe der Protokolle in Papierform oder elektronisch erfolgen soll, muss mit dem/r betreuenden Assistenten/in abgesprochen werden.

Bei der Anfertigung des Protokolls sind die Vorlagen, die in der vor Praktikumsbeginn erfolgten Besprechung erklärt wurden und auch beispielhaft ins Blackboard gestellt wurden, zu beachten. Auch der/die betreuende Assistent/in darf noch weitere Hinweise zum Erstellen des Protokolls geben.

13. Versuchsdurchführung und Planung

Bei dem Praktikum Anorganische und Organische Synthesechemie handelt es sich um ein fortgeschrittenes Praktikum, bei dem theoretische und präparative Grundkenntnisse bereits vorausgesetzt werden. Außerdem sollen die Studierenden auf die Durchführung ihrer Bachelorarbeit vorbereitet werden. Dafür ist es notwendig, dass sich die Studierenden die Versuchsvorschrift sowie die Charakterisierung der darzustellenden Verbindung selbständig durch Literaturrecherche herausuchen. Dabei sind die Gegebenheiten (z.B. vorhandene Chemikalien und Apparaturen) im Praktikum zu beachten. Gegebenenfalls kann dann bei dem Antestat von dem/r Assistenten/in eine besser geeignete Vorschrift heraus gegeben werden.

Bei der Durchführung der praktischen Arbeiten sind die allgemeinen Richtlinien der **Laborordnung** zu beachten. Maßnahmen zum Arbeitsschutz (Schutzkittel, Schutzbrille, Schutzhandschuhe) sind in den Praktikumsräumen einzuhalten. Das Tragen von Schutzkitteln und Schutzbrillen ist für alle Personen, die sich im Labor aufhalten, Pflicht (gilt auch für Brillenträger). Im Labor gilt absolutes Ess-, Trink- und Rauchverbot. Es dürfen keine Handys, Smartphones, Notebooks, MP3-Player und iPods o.ä. verwendet werden.

Die Ansatzgrößen der einzelnen Versuche werden im Vorfeld von der Praktikumsleitung festgelegt. Es zählt als Betrugsversuch, den Ansatz ohne Rücksprache mit der

PRAKTIKUMSORDNUNG

Praktikumsleitung zu verändern. Das Produkt muss in einem geeigneten Gefäß (z.B. Schlenkkolben bei luft- oder feuchtigkeitsempfindlichen Verbindungen, dunkle Flasche bei lichtempfindlichen Substanzen, oder in gewöhnlichen Schnappdeckelgläsern) abgegeben werden. Das Gefäß muss mit dem Namen des Studierenden, dem Datum und dem Namen bzw. der Strukturformel der Verbindung gut leserlich gekennzeichnet sein.

Jede/r Studierende muss die durchgeführten Versuche und die syntheseswissenschaftlich relevanten experimentellen Beobachtungen sachlich und formal richtig aufzeichnen und anschließend reflektieren.

Dieses erfolgt durch detailliertes dokumentieren:

- a) handschriftlich **im Laborjournal** während der Durchführung des Versuchs (s.10.)
- b) in Form eines **wissenschaftlichen Protokolls** nach Abschluss des Versuchs (s.12.)

14. Bewertung des Praktikums

Bei jedem Versuch können **Punkte** erworben werden, die sich dann am Ende zu einer **Gesamtnote** für das Modul zusammensetzen. Auch der Seminarvortrag fließt in die Bewertung mit ein. Nachfolgend ist die Zusammensetzung der Punkte und die daraus resultierende Modulnote dargestellt:

Chromatographie und Sublimation maximal 8 Punkte

Protokoll:	4 P
Ausbeute:	2 P
Reinheit:	2 P

Einzelpräparate maximal 10 Punkte

Vorprotokoll, Vorbesprechung:	4 P
Protokoll:	4 P
Ausbeute:	1 P
Reinheit:	1 P

PRAKTIKUMSORDNUNG

Auftragspräparate maximal 42 Punkte

Vorprotokoll, Vorbesprechung: 16 P

Protokoll: 16 P

Ausbeute: 5 P

Reinheit: 5 P

Punkteverteilung

100 Punkte wenn alle Aufgaben im Praktikum erledigt wurden

84 Punkte 2 Auftragspräparate

16 Punkte Chromatographie und Sublimation

60 Punkte 6 weitere Einzelpräparate

30 Punkte Laborarbeit

10 Punkte Vortrag

300 Punkte Summe

Modulnote

1,0 285 – 300 Punkte

1,3 270 – 284 Punkte

1,7 255 – 269 Punkte

2,0 240 – 254 Punkte

2,3 225 – 239 Punkte

2,7 210 – 224 Punkte

3,0 195 – 209 Punkte

3,3 180 – 194 Punkte

3,7 165 – 179 Punkte

4,0 150 – 164 Punkte

5,0 <150 Punkte

15. Betrugsversuche

Nicht selbständig angefertigte Protokolle, sowie das wortgetreue Übernehmen von Textpassagen aus anderen Protokollen, aus der Literatur oder Quellen im Internet, sowie Betrugsversuche (wie z.B. vorsätzliche oder fahrlässig falsche Angaben zur Ausbeute und Reinheit eines Produktes) gefährden sowohl die Lernziele und die Lernatmosphäre als auch die Laborsicherheit. Dies wird **nicht toleriert!** Ein Betrugsversuch führt zum **sofortigen Praktikumsausschluss (!)** und damit wird das gesamte Praktikum als „nicht bestanden“ bewertet.

16. Sicherheit im Labor

In den Praktikumsräumen gelten die allgemein gültigen Regeln aus: „Sicheres Arbeiten in chemischen Laboratorien“ (GUV-I 8553), sowie die Laborordnung (Ordnung Laborsicherheit) und die mündlich unterwiesenen Vorgaben während der Antestate sowie der allgemeinen Sicherheitsunterweisung.

Für den gefähderungsfreien Verlauf des Praktikums ist es unabdingbar, dass die Studierenden die Broschüren vor dem Beginn des Praktikums gelesen und die wesentlichen Inhalte verstanden haben.

Bei Verstößen gegen diese Regeln kann ein zeitweiliges Arbeitsverbot, im wiederholten Fall der Entzug des Arbeitsplatzes verfügt werden.