



# Skripte zum Praktikum Präparative Anorganische Chemie

Wintersemester 2008/2009

## 1. Allgemeines zum Praktikum

### 1.1 Umfang und Ziele

Das Saalpraktikum dient dem Erlangen präparativer Fertigkeiten. Während der sechs Wochen Praktikum sind von allen Studierenden sechs Präparate selbständig anzufertigen und mit analytischen und spektroskopischen Methoden eindeutig zu charakterisieren. Das Praktikum besteht aus zwei Teilen: Teil eins (Molekülchemie) dauert fünf Wochen und umfasst Verbindungen aus den Bereichen Nichtmetallchemie, Organometallchemie und Koordinationschemie; er findet im Praktikumsaal U313/314 statt. Teil zwei (Festkörperchemie) findet im Saal U413 statt und dauert eine Woche.

### 1.2 Organisation

Der Praktikumsaal ist von Montag bis Freitag von 13 bis 19 Uhr geöffnet. Niemand beginnt mit der Arbeit, bevor ein Assistent anwesend ist. Wer sich grob fahrlässig verhält, wird vom Praktikum ausgeschlossen.

Zu Beginn des Praktikums findet die Platzübernahme statt, bei der alle Teilnehmenden gegen 25 € Pfand einen komplett ausgestatteten und gereinigten Arbeitsplatz zugeteilt bekommen, den sie am letzten Praktikumstag wieder komplett und **gereinigt** abgeben müssen. Etwaige verlorene, beschädigte oder verschmutzte Geräte müssen **kostenpflichtig** ersetzt werden, oft ist eine Reparatur möglich (Glasbläserwerkstatt).

Die Sicherheitsbelehrung vor Praktikumsbeginn ist Bestandteil der Lehrveranstaltung, es herrscht **Anwesenheitspflicht**. Wer sie versäumt, kann nicht am Praktikum teilnehmen.

Den Praktikumssteilnehmern stehen im Raum U301A PCs mit Drucker zur Verfügung, die Benutzung erfordert einen ChemNet-Account. Im selben Raum befinden sich auch eine kleine Handbibliothek sowie ein IR-Spektrometer. NMR-Spektren werden von den Assistenten, Raman-Spektren werden von Dr. Spandl (F06-08) innerhalb von fünf Tagen aufgenommen. Im Praktikumsaal befindet sich ein Gerät zur Schmelzpunktbestimmung.

Während der Arbeiten im Praktikum ist ein gebundenes Laborjournal zu führen (Heft A4 oder A5, keine lose Blattsammlung), um die durchgeführten Arbeitsschritte nachvollziehen zu können.

### 1.3 Präparate

Die Präparate werden vom Praktikumsleiter vergeben, und zwar maximal zwei gleichzeitig; vor Ausgabe eines weiteren Präparates ist das Protokoll eines Präparates anzufertigen und zusammen mit der Substanz beim diensthabenden Assistenten abzugeben. Sind nach Ablauf von drei Wochen nicht mindestens zwei Präparate abgegeben, gilt das Praktikum als **nicht bestanden**.

Vor Arbeitsbeginn müssen ausreichend Informationen über die darzustellende Substanz aus der Literatur zusammengetragen werden:

- Name nach IUPAC, evtl. Trivialnamen
- Summen- und Strukturformel
- mindestens eine Originalliteratur als Kopie oder Ausdruck
- evtl. alternative Synthesemöglichkeiten
- physikalische und spektroskopische Daten
- Gefahren- und Sicherheitsaspekte der verwendeten Edukte, Produkte und Lösungsmittel

Aus diesen Informationen ist ein Vorprotokoll anzufertigen, das alle wesentlichen Informationen (Sicherheitsaspekte, Reaktionsgleichung, Arbeitsvorschrift, Ansatzgröße und Literaturangaben) enthält, und in das Laborjournal einzukleben. Sofern nicht ausdrücklich anders erwähnt, ist die Ansatzgröße auf 1 g Produkt (theoretische Ausbeute, feste und flüssige Produkte) bzw. 10 mmol (gasförmige Produkte) zu berechnen.

Die Arbeit am Präparat erfolgt erst nach einer Vorbesprechung beim Assistenten. Dabei wird das Vorprotokoll vorgelegt und die Synthese mit dem Assistenten diskutiert, sowie allgemeine Fragen zu Theorie und Praxis gestellt. Die Vorbesprechung dauert ca. 30 Minuten und wird benotet.

Nach erfolgreicher Synthese ist das Produkt ausreichend zu charakterisieren (je nach Verbindung IR, NMR, Raman, Schmelzpunkt/Siedepunkt), nach Absprache mit dem

Assistenten in ein geeignetes und vollständig beschriftetes Gefäß abzufüllen und ein Protokoll anzufertigen. Das Protokoll ist zusammen mit dem Produkt beim Assistenten abzugeben, der die Durchführungsnote vergibt und das Protokoll an den Praktikumsleiter weiterreicht.

#### 1.4 Protokolle

Für jedes Präparat ist ein eigenes Protokoll anzufertigen, das folgende Angaben enthalten sollte:

- Deckblatt
  - Name der Substanz nach IUPAC
  - evtl. Trivialnamen der Substanz
  - Name des/der Studierenden
- Einleitung
  - Kurze Einführung
  - Reaktionsgleichung
- Experimenteller Teil
  - eigene Arbeitsvorschrift (kein Plagiat)
  - physikalische Daten
  - spektroskopische und analytische Daten
- Allgemeiner Teil
  - Diskussion etwaiger Probleme bei der Synthese
  - Charakterisierung der Verbindung
  - Interpretation und Diskussion der Spektren
- Literatur

Der Aufbau und der Schreibstil sollen sich an Publikationen, Bachelorarbeiten etc. orientieren. So sind alle im Protokoll (insbesondere in der Einleitung) aufgeführten Fakten mit Literaturangaben zu belegen. Eine hilfreiche Anleitung zum Schreiben von Publikationen findet sich auf der Internetseite der [Zeitschrift für Anorganische und Allgemeine Chemie](#).

Im experimentellen Teil ist darauf zu achten, das zu schreiben, was man tatsächlich auch getan bzw. beobachtet hat. Wenn in der Literatur z.B. steht, das Produkt sei ein gelber Feststoff, man hat aber ein grünes Öl isoliert, dann hat das auch so im Protokoll zu stehen.

Zur Auswertung von Spektren empfiehlt es sich, von der entsprechenden Literatur Gebrauch zu machen. Diverse hilfreiche Bücher finden sich in der Handbibliothek in Raum U301a.

Im experimentellen Teil ist darauf zu achten, das zu schreiben, was man tatsächlich auch getan bzw. beobachtet hat. Wenn in der Literatur z.B. steht, das Produkt sei ein gelber Feststoff, man hat aber ein grünes Öl isoliert, dann hat das auch so im Protokoll zu stehen.

Bei der Literatur ist auf richtige und einheitliche Zitierweise zu achten. Zeitschriften sind nach CASSI abzukürzen.

<http://www.cas.org/expertise/cascontent/caplus/corejournals.html>

Zeitschrift: S. Seidel, K. Seppelt, *Science* **2000**, 290(5489), 117-118

Buch: S. Herzog, K. Gustav, J. Strähle, *Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie*, G. Brauer, Hrsg.; Ferdinand Enke Verlag: Stuttgart, 1981, 3. Auflage, S. 1478-1481

Insbesondere ist zu bedenken, dass Internetseiten, Praktikumsprotokolle, Wikipedia-Artikel etc. nicht als wissenschaftliche Literatur gelten und deshalb nicht zitierfähig sind.

## 1.5 Benotung

Jedes Präparat wird einzeln benotet. Die Benotung setzt sich wie folgt zusammen:

Vorbesprechung und Vorprotokoll	20%
Praktische Durchführung	40%
Protokoll	40%

Die Gesamtnote ergibt sich als arithmetischer Mittelwert aller Einzelnoten.