



Richtlinien zum Modul OC II Organisch-Chemisches Praktikum (Stand: Februar 2017)

A) Allgemeine Vorbemerkungen

Homepage

www.uni-heidelberg.de/fakultaeten/chemgeo/oci/lehre/lehre.html, zugehörige Moodle Seite
und Verlinkungen *! immer auf Aktualisierungen prüfen !*

Begleitende Pflichtveranstaltungen

- Seminar zum Organisch-Chemischen Praktikum (Anwesenheitspflicht nur in der 1. Stunde)
- Vorlesung und Übung „Einführung in die IR- und NMR-Spektroskopie“
Jährlich im Sommersemester (2. Semesterhälfte) vorbereitend für das Praktikum in den darauffolgenden Semestern!
- Vorlesung "Spezielle Probleme des Arbeitens im organischen Labor" des Moduls GS II
(Diese Experimentalvorlesung findet jeweils an einem Mittwochnachmittag in der zweiten Woche der Vorlesungszeit des WiSe statt.)
- Feuerlöschübung (Diese sicherheitsrelevante Veranstaltung findet jeweils in der ersten Woche der Vorlesungszeit im WiSe statt.)

! Die Veranstaltungen die nur im WiSe angeboten werden, müssen auch von den Studierenden, die erst im SoSe das Praktikum absolvieren, besucht werden !

Voraussetzungen zur Teilnahme am Praktikum

Module AC I - III, OC I, Vorlesung „Sicherheit in der Chemie“ des Moduls GS II.

Anmeldung, Laborplatzübernahme und Beginn des Praktikums

Die Anmeldung zum Modul OC II erfolgt via Moodle über folgenden Link von der OCI-Homepage www.uni-heidelberg.de/fakultaeten/chemgeo/oci/lehre/lehre.html jeweils **zu Beginn der Semesterferien des Sommersemesters** für das darauffolgende Winter- und Sommersemester. Eine Präferenz für WiSe oder SoSe kann angegeben werden. Die Laborplatzübernahme ist jeweils am ersten Tag der Vorlesungszeit am Vormittag (Termine werden angekündigt). Beginn des Praktikums: jeweils am ersten Tag der Vorlesungszeit. Öffnungszeiten des Praktikumsaals: Mo-Do 13-18 Uhr, Fr 12-17 Uhr.

Zeitplan SoSe 17

- Einführungswoche 18.04.17 – 24.04.17: Einführungskurs (s.u.), Platzübergabe (1. Tag, vormittags), Seminar
- 25.10.17 – 21.07.17: 15 Präparatestufen, Kolloquien (s.u.), Seminare und Seminarvorträge der Studierenden (s. Seminarplan Homepage)
- 24.07.17 – 28.07.17: Platzabgabe, Restarbeiten, Saalputz, Seminar
- Abschlussklausur: 27.07.17, 13-15 Uhr, INF 252, grHS
- Nachklausur: 07.09.17, 9-11 Uhr, INF 252, HS Ost

Praktikumsanforderungen

Einführungskurs (Sicherheit, Testat zur Laborsicherheit, Grundoperationen, 3 Präparatestufen), 15 Präparatestufen, Kolloquien, Seminarvortrag, Abschlussprüfung.

! Zur Vorbereitung auf den Einführungskurs ist das Kapitel A des Organikums (Einführung in die Laboratoriumstechnik) durcharbeiten !

Kolloquien

Die Kolloquien werden stichprobenartig und unangekündigt von den Assistenten/innen im Praktikum durchgeführt. Die Fragen beziehen sich auf aktuelle und bereits absolvierte Versuche und das dazugehörige Themengebiet (Theorie und Praxis !). Die Kolloquien sollen eine Zeit von 10-15 Minuten nicht überschreiten und werden einzeln bestritten.

Der Inhalt der Kolloquien *orientiert* sich am Umfang des entsprechenden Kapitels des Organikums. Weiterhin kann das Organikum kein Lehrbuch ersetzen ! Entsprechende Kapitel sind mit Lehrbüchern (siehe „Empfohlene Literatur“) zu erarbeiten. Zu jeder Zeit vorausgesetzt werden die Themen der Grundvorlesung OC I, Inhalte des Seminars zum Praktikum OC II (soweit behandelt) und Grundkenntnisse in der NMR- und IR-Spektroskopie.

Bei Nichtbestehen muss das Kolloquium wiederholt werden. Wird ein Wiederholungskolloquium nicht bestanden, muss eine Prüfung bei der Praktikumsleitung abgelegt werden, die über weitere Konsequenzen entscheidet. Diese Möglichkeit besteht jedoch nur einmal.

Empfohlene Literatur

Stoffchemie und Reaktionsmechanismen

- Literatur und Skript zur OC I Vorlesung (siehe dortige Literaturempfehlungen).
- Clayden, Greeves, Warren, Organic Chemistry, Oxford University Press
(deutsche Ausgabe, Organische Chemie, Springer Spektrum).
- Beyer, Walter, Organische Chemie, Hirzel Verlag.
- Brückner, Reaktionsmechanismen, Springer Spektrum.
- Sykes, Reaktionsmechanismen der Organischen Chemie, VCH.

Lehrbücher zur Stereochemie

- Eliel, Wilen, Mander, Stereochemistry of Organic Compounds. J. Wiley & Sons.
Standardwerk
- Eliel, Wilen, Doyle, Basic Organic Stereochemistry. Wiley-Interscience.
Kurzfassung des obigen Standardwerks
- Eliel, Wilen, Organische Stereochemie, Wiley-VCH, Weinheim.
Deutsche Übersetzung der Kurzfassung durch H. Hopf und J. Mulzer

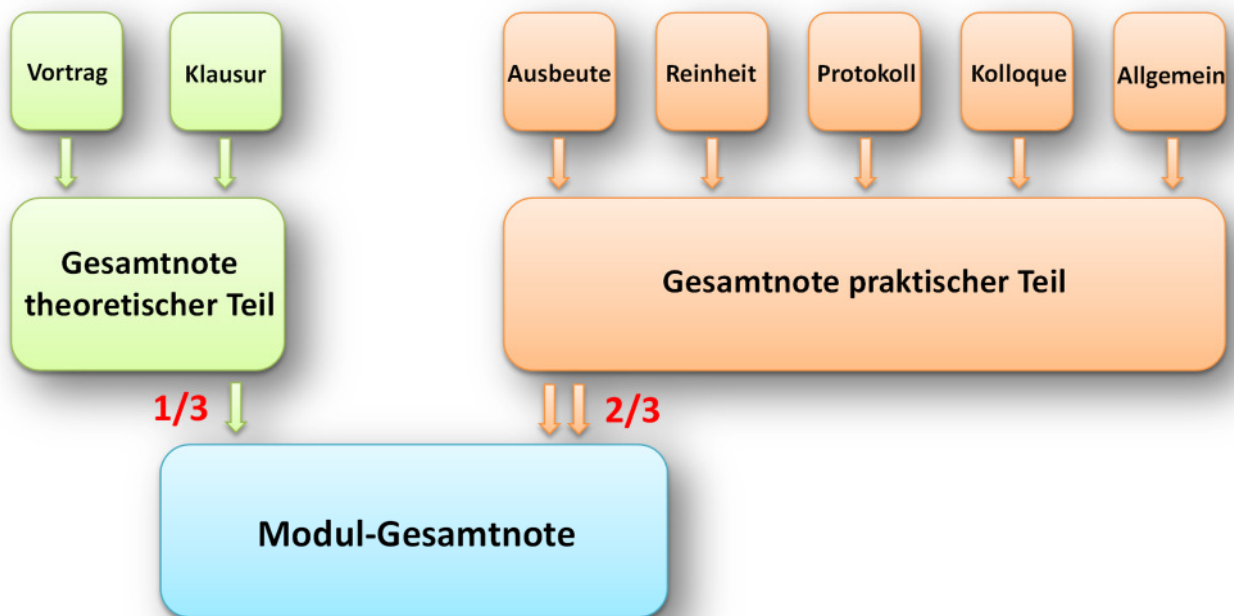
Praktikumsbücher, Versuchsvorschriften

- Autorenkollektiv, Organikum, Wiley-VCH.
- Tietze, Eicher, Reactions and Syntheses, Wiley-VCH.
- Gattermann, Wieland, Die Praxis des organischen Chemikers, de Gruyter Verlag.
- NOP – Nachhaltigkeit im Organisch-Chemischen Praktikum: www.oc-praktikum.de
- IOC – Integriertes organisch-chemisches Praktikum: www.ioc-praktikum.de

Spektroskopie

- Hesse, Meier, Zeeh, Spektroskopische Methoden in der Organischen Chemie, Thieme Verlag.
- Berger, Sicker, Classics in Spectroscopy, Wiley-VCH.

Benotung



Die Gesamtnote für das Modul OC II ergibt sich aus dem gezeigten Schema.

Bei der Bildung der „Gesamtnote praktischer Teil“ fließen unter „Allgemein“ folgende Kriterien mit ein:

- Versuchskompetenz
- allgemeines Verhalten, allgemeiner Eindruck
- Teamfähigkeit, verantwortliches Handeln
- Kollegialität
- Selbstständigkeit
- Arbeitshygiene
- Arbeitsorganisation
- etc.

B) Hinweise zum präparativen Arbeiten

Saaleinzug

Die Laborplatzvergabe findet jeweils am ersten Tag der Vorlesungszeit am Vormittag statt (Termine werden angekündigt). Bei Übernahme des Laborplatzes erhalten Sie eine Karteikarte, die, mit Ihrem Namen und dem Namen des/der zuständigen Assistenten/in beschriftet, in das dafür vorgesehene Namensschild gesteckt wird. Die Chemikalienliste muss gut sichtbar am Laborplatz ausliegen.

Führung des Präparateheftes

Als Präparateheft muss ein **fest gebundenes** Heft in DIN A4 mit Seitennummerierung verwendet werden. Die erste Seite soll als **Inhaltsverzeichnis** dienen. Informieren Sie sich vor Versuchsbeginn über benötigte Substanzen (z.B. Eigenschaften wie Reinheit oder Toxizität), Dimensionierung der Reaktionsapparatur, den erforderlichen Zeitbedarf für die Reaktion sowie Auf- und Abbau der Apparatur, mögliche Syntheseunterbrechungen. Heften Sie die zugehörige Betriebsanweisung (s.u.) zu jedem protokollierten Versuch. Die Protokolle müssen immer begleitend zum Versuch geführt werden. Die folgenden Angaben sollte ein Protokoll enthalten:

Überschrift: Name des Präparats (korrekte Nomenklatur) mit Datum der Durchführung

1. Literatur
2. Reaktionsgleichung (mit Summenformeln und Molmassen, benennen Sie den Reaktionstyp)
3. Reaktionsmechanismus
4. Ansatz (tabellarisch, mit Substanznamen, Molmassen, Stoffmengen, Äquivalenten, Dichten, Massen, Volumina)
5. Versuchsaufbau (klare Apparaturbeschreibung als Bild (oder in Worten))
6. Versuchsdurchführung (zusammenhängender Text!, knapp aber präzise) 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!
7. Ausbeute (eigene und Literatur, Masse, Stoffmenge und Prozent)
8. Produkteigenschaften (Farbe, Schmelzpunkt/Siedepunkt, Brechungsindex, evtl. Geruch, Toxizität). Interpretieren Sie evtl. aufgenommene NMR-, IR- und/oder GC-Spektren.
9. Fehlerdiskussion (bei zur Literatur stark abweichender Werte)

siehe auch Musterprotokoll

Präparateübersichtskarte

Sie bekommen zu Beginn des Praktikums eine Präparateübersichtskarte ausgeteilt, auf der Sie die zu absolvierenden Präparate mit Edukten, Ansatzgrößen und der zugehörigen Literatur finden. Auf dieser Karte wird der/die Assisten/in zudem abzeichnen welche Präparate Sie bearbeiten dürfen, ob Sie ihre bestellte Edukte abgeholt haben und ob Sie das finale Produkt abgegeben haben. Diese Zettel muss also über das gesamte Praktikum gut aufgehoben werden und am Schluss alle Unterschriften aufweisen.

Nutzung der Analysegeräte (NMR, IR, GC)

Die Analysegeräte sollen von den Praktikanten/innen unter Aufsicht der Assistenten/innen zur Identifizierung eigener Präparate benutzt werden. Um einen reibungslosen Ablauf zu gewährleisten sind die aktuellen Hinweise auf der Tafel vor dem Praktikumsaal zu beachten. Dem Praktikum steht ein Bruker Fourier 300 MHz NMR-Spektrometer mit modernster Elektronik und Autosampler, ein Bruker Equinox 55 Infrarot-Spektrometer mit ATR-Einheit sowie ein Bruker Scion 436 Gaschromatograph mit Autosampler zur Verfügung. Zur Vorbereitung dienen den Praktikanten/innen die empfohlenen Lehrbücher, z.B. Hesse, Meier, Zeeh: Spektroskopische Methoden in der Organischen Chemie, Thieme Verlag.

Auswertung

NMR: Im ^1H -NMR-Spektrum werden die Resonanzen hinsichtlich ihrer chemischen Verschiebung (δ in ppm) und der Multiplizität (Kopplungskonstanten $J_{\text{H-H}}$ in Hz) charakterisiert. Gegebenenfalls ist anzugeben, ob die gemessene Substanz Verunreinigungen enthält und um welche es sich dabei handeln könnte. Bei jedem Spektrum sind Lösungsmittel sowie Messfrequenz und Temperatur anzugeben.

IR: Nur die charakteristischen Banden sind zuzuordnen, um Überinterpretation des Spektrums zu vermeiden.

GC: Im Chromatogramm werden alle relevanten Peaks mit Retentionszeit (t_R) und Peakfläche angegeben und sollen hinsichtlich Probenreinheit interpretiert werden. Zu jedem Chromatogramm sind Messbedingungen (Temperatur, Druck) sowie gerätespezifische Parameter (Trägergas, verwendete GC-Säule) aufzuführen.

Chemikalien am Platz

1. Jedes Chemikaliengefäß muss mit einem vollständig und gut lesbar beschrifteten Normetikett versehen sein. Die Etiketten liegen im Praktikum aus, Gefahrensymbole bekommen Sie an der Chemikalienausgabe. Zusätzlich sind die Etiketten mit Klarsichtfolie (erhältlich in der Verwaltung des Organisch-Chemischen Instituts) zu fixieren. Das Überkleben von alten Etiketten ist verboten. Behälter mit unbekanntem Inhalt müssen sofort dem/der Saalassistenten/in gemeldet werden. Bewegen Sie Gefäße mit unbekanntem Inhalt möglichst nicht, da manche Substanzen (z. B. Säurechloride) in verschlossenen Behältern Druck entwickeln oder explodieren können.
2. Jede/r Praktikant/in erhält von dem/der zuständigen Assistenten/in eine Karte mit seinem Namen. **Für die Ausgabe der benötigten Chemikalien ist darauf die Unterschrift des/der zuständigen Assistenten/in erforderlich! Edukte werden in der exakten Ansatzgröße beim /bei der Assistenten/in beantragt und von diesem/dieser ausgegeben.** Für einige Lösungsmittel und Chemikalien benötigen Sie eine Sondergenehmigung (Rücksprache mit den Assistenten/innen).
3. Es ist darauf zu achten, dass nur notwendige Chemikalien am Arbeitsplatz stehen. Eine Bevorratung ist zu vermeiden.
4. Die fertigen Präparate werden in einem verschließbaren Glasgefäß beim/bei der zuständigen Assistenten/in abgegeben. Das Etikett soll die folgenden Angaben enthalten: Substanzbezeichnung, Datum, Hersteller, Menge in Gramm, Schmelz- bzw. Siedepunkt, ggf. Brechungsindex. Nach Prüfung der Angaben (vor allem Gewicht und Reinheit) wird das Präparat für Folgestufen zurückgegeben oder vernichtet.

Studentischer Saaldienst

Jede Woche wird ein **studentischer Saaldienst** eingeteilt (siehe Aushang). Mindestens **zwei Studenten/innen** müssen bei der Abnahme des Saals durch den/die Saalassistenten/in am Abend anwesend sein. Der studentische Saaldienst nimmt folgende Aufgaben wahr:

1. Regelmäßiger Austausch der Entsorgungsbehälter für Lösungsmittel, Trockenmittel (Feststoffbehälter) und Glasabfälle.
2. Monatliche Kontrolle der Augenduschen (Unterschrift auf Liste).
3. Monatliche Kontrolle der Notduschen (Unterschrift auf Liste).
4. Tägliche Kontrolle der boxeigenen Saalgeräte, ggf. Säuberung bzw. Schadensmeldung an den/die Saal- oder Geräteassistenten/in.
5. Abendliche Kontrolle aller Boxen, dabei Abstellen von Wasser, Strom, Gas und Heizung. Schließen der Fenster und Abzüge sowie der benutzten Lösungsmittelkanister, Jalousien hochfahren.
6. Zurückbringen der Getränkeflaschen vor dem Freudenbergssaal. **Die Sitzgruppe vor dem Saal ist sauber zu halten !**

C) Laborsicherheit

Generell wird von Ihnen verantwortungsbewusstes Handeln erwartet. Als zukünftige/r Chemiker/in können Sie bei entsprechendem Fehlverhalten haftbar gemacht werden, wenn Personen oder Sachwerte geschädigt werden. **Den Anweisungen der Assistenten/innen ist Folge zu leisten ! Nichtbeachtung der Praktikumsordnung hat den Ausschluss aus dem Praktikum zur Folge !**

Der Praktikumsaal ist Mo-Do von 13-18 Uhr und Fr von 12-17 Uhr geöffnet. Davon abweichende Öffnungszeiten werden durch Aushang gesondert bekannt gegeben!

Spezielle Informationen zum Mutterschutz

Schwangere/stillende Studentinnen können während ihrer Ausbildung ebenso wie schwangere/stillende Beschäftigte am Arbeitsplatz einer gesundheitlichen Gefährdung ausgesetzt sein. Deshalb sind für sie die Regeln des Mutterschutzes gleichermaßen von Bedeutung. Eine entsprechende Gefährdung von Mutter und Kind ist z.B. beim Umgang mit chemischen Arbeitsstoffen im Labor durchaus nicht selten.

Damit die Praktikumsleitung ihrer Fürsorgepflicht gerecht werden kann, ist es notwendig, dass rechtzeitig bekannt ist, wenn eine Studentin schwanger wird. **Wir raten Ihnen daher dringend, eine Schwangerschaft umgehend dem jeweiligen Praktikumsleiter zu melden !**

Es sind von der Praktikumsleitung möglichst bereits im Vorfeld einer Schwangerschaft die Tätigkeiten festzulegen, die eine schwangere/stillende Studentin ohne Gefährdung für Mutter und Kind in dem Praktikum noch ausüben darf. Umgangsverbote mit bestimmten Gefahrstoffen stehen in der Fürsorgepflicht der Praktikumsleitung. Liegt eine konkrete Gefährdung vor, muss die schwangere/stillende Studentin davor geschützt werden. In Absprache mit der Praktikumsleitung lassen sich die Aufgaben und Tätigkeiten im Rahmen der Ausbildung in aller Regel so organisieren, dass das Studienziel ohne große Verzögerung erreicht wird.

Betriebsanweisungen nach § 14 GefStoffV

Erstellen Sie die Betriebsanweisungen (aktuelle ! Vordrucke zum Ausfüllen auf Moodle) für die Praktikumspräparate nach folgenden Regeln:

- Die Betriebsanweisung muss vor Versuchsbeginn für jedes Präparat angefertigt werden und dem/der zuständigen Assistenten/in vorgelegt werden. Die endgültige Unterschrift wird aber erst **nach** Abnahme der Apparatur erteilt.
- Zudem ist eine weitere Unterschrift des/der zuständigen Assistent/in bei laufender Apparatur einzuholen.
- Die Betriebsanweisung ist mit Name und Platznummer des/der Praktikanten/in und des/der zuständigen Assistenten/in 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 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/der Praktikanten/in bekannt sein. Bei mangelndem Wissen kann durch den/die Assistenten/in keine Unterschrift erteilt werden.

Saalordnung

Das Betreten des Praktikumsaals ist nur dann erlaubt, wenn sich mindestens ein/e Saalassistent/in im Praktikumsaal oder Assistentenzimmer (Raum 017, INF 271) befindet !

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 Entfernbarekeit ein erhöhtes Risiko dar, weshalb wir grundsätzlich davon abraten, Kontaktlinsen im Labor zu tragen.**

Laborplatz und Abzüge müssen in einem ordentlichen und sauberen Zustand gehalten werden. Verschmutzte Arbeitsplätze sind **sofort** zu reinigen, um eine Gefährdung der Kommilitonen auszuschließen. Zum Arbeitsplatz gehört auch der Fußboden. Eventuell auftretende Schäden in der Box sind unverzüglich dem/der Saalassistenten/in zu melden.

Das Arbeiten im Saal erfolgt stets in geeigneter Schutzkleidung. Dazu gehören neben geschlossenen Schuhen, langen Hosen und Schutzbrille auch ein aus Baumwolle bestehender weißer Kittel, der in regelmäßigen Abständen gereinigt werden muss. Stark verschmutzte Schutzkittel dürfen nicht mehr getragen werden.

Strikt untersagt ist das Essen, Trinken und Rauchen im Saal. Dasselbe gilt auch für das Essen, Trinken und Rauchen 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.

Laufende Apparaturen müssen beschriftet sein, auch wenn der/die Betreiber/in anwesend ist. Die Beschriftung (**Kontrollschein**) ist **außen** an der Abzugsscheibe anzubringen.

Die Abzüge bleiben Tag und Nacht eingeschaltet. Apparaturen hingegen dürfen nach 18 Uhr nur noch im **Nachtraum** (Freudenbergssaal INF 271, R.001) betrieben werden. Die Apparaturen im Nachtraum müssen dort bis **17 Uhr (Freitag bis 16 Uhr)** einwandfrei funktionieren. Ein vom/von der Saalassistenten/in unterschriebener Kontrollschein ist **zusätzlich** außerhalb des Nachtraums zu hinterlegen. Alle Wasserschläuche sind mit Draht oder Schlauchschellen gegen ein Abgleiten zu sichern (Wasser nicht zu heftig aufdrehen, Druckschwankungen!).

Im Labor sind grundsätzlich die Richtlinien und Merkblätter der Berufsgenossenschaft der chemischen Industrie, die Stoffsammlung „Sicherheitstechnische Fragen“ sowie diese Laborordnung zu beachten. Generell ist bei allen **Fragen der Sicherheit** stets der/die zuständige Saalassistent/in anzusprechen.

Umgang mit Geräten

Zur gemeinsamen Nutzung durch alle Praktikanten/innen sind vorhanden: jeweils eine fest installierte Hochvakuumanlage pro Abzug, jeweils eine fest installierte Membranpumpe pro Box, 9 Trockenschränke, 9 Rotationsverdampfer, 10 Wasserdampfgeneratoren, 6 Waagen, 3 Schmelzpunktbestimmungsapparate, 1 Refraktometer, 1 Natriumpresse, 2 Kühlschränke, 1 Säure-Lauge-Schrank, 6 Chemikalienschränke, 2 UV-Lampen, 2 Mikrowellenreaktoren (**Einweisung durch den/die Assistenten/in!**). Die Benutzung dieser Geräte muss unter Rücksichtnahme auf den Nachfolger mit größter Sorgfalt erfolgen. Defekte Geräte sind sofort dem/der zuständigen Saalassistenten/in zu melden und in die entsprechende Liste im Saal einzutragen (zuständig hierfür: Frau Irene Gruber und Frau Antonina Melnikov, Tel. 6066). **Generell gilt:** Der Gebrauch aller Saalgeräte erfolgt immer **ohne** Handschuhe. Gleiches gilt auch für Kühlschränke, Türklinken, Wasserhähne, den Verbandskasten usw.

Die **Trockenschränke** dürfen nicht über 70 °C aufgeheizt werden.

Vor Inbetriebnahme der **Hochvakuumölpumpen** muss eine Eintragung in das Benutzerbuch erfolgen (Name, Datum, Substanz). Die Kühlfallen der Pumpen sind **sofort nach Gebrauch** ordnungsgemäß zu entleeren und zu säubern! Die Pumpen dürfen stets nur wenige Sekunden mit offenen Hähnen laufen, da sonst Sauerstoff in die Kühlfallen einkondensiert wird. Dieser kann dann beim Auftauen mit während der Destillation ebenfalls einkondensierten Reaktionsprodukten explosionsartig abreagieren. Bei **Vakuumdestillationen** darf erst nach Erreichen des Endvakuums mit dem Heizen begonnen werden. Beim Beenden der Destillation lässt man zuerst auf Raumtemperatur abkühlen und belüftet danach die Apparatur. Vakuumdestillationen ohne Manometer sind sinnlos, da keine Siedepunktskorrektur bezogen auf den tatsächlichen Druck erfolgen kann.

Bei **fraktionierten Destillationen** sollte der Vorstoß an der Brücke entweder mit einem Trockenrohr (bei feuchtigkeitsempfindlichen Produkten) oder mit einem Schlauch zur Abzugsklappe (bei übelriechenden Produkten) versehen sein. Alle Spinnenausgänge müssen Kolben tragen. Offene Ausgänge sind gefährlich, da bei einem Siedeverzug Produkt aus ihnen heraus fließen kann. Werden große Kolben (> 100 ml) an der Spinne befestigt, müssen diese von unten mit einem Korkring auf einer Hebebühne gestützt werden. Dabei ist auf Stabilität zu achten. **Magnetrührstäbe**, Siedesteine **oder Siedestäbe** dürfen nicht nachträglich in den bereits erhitzten Kolben gegeben werden, da so ein plötzliches Aufsieden der Reaktionslösung ausgelöst werden kann. Das gleiche kann passieren, wenn ein Magnetrührfisch oder ein KPG-Rührer

wieder

anläuft.

Die Presswerkzeuge der Natriumpresse dürfen nicht mit harten Gegenständen bearbeitet werden. Falls sie nicht zerlegbar sind, müssen sie gründlich mit Ethanol in einem Glas- oder Metallgefäß gereinigt und dann zum Feinmechaniker gebracht werden. Keinesfalls darf die Demontage unter Druck erfolgen!

Rotationsverdampfer: Giftige, krebserzeugende, erbgutverändernde und fortpflanzungsgefährliche Lösungsmittel (z.B. Benzol, Pyridin, Methanol und die meisten chlorierten Lösungsmittel) dürfen **nur** an Rotationsverdampfern, die **in einem Abzug** stehen, abdestilliert werden. Säuren (z.B. Salzsäure, Eisessig etc.) dürfen **nicht** am Rotationsverdampfer abdestilliert werden, da sie die Dichtungen des Vakuum-Controllers beschädigen. Das gleiche gilt für korrodierende Substanzen wie Brom oder Thionylchlorid. Die nahe bei Raumtemperatur siedenden Lösungsmittel wie Ether oder Pentan dürfen nur bei Normaldruck abdestilliert werden. Die beiden Schiffe des Verdampfers (Hülse und Kugelschliff) bleiben fettfrei.

Bei Benutzung der **Waagen** ist ein Wägepapier oder ein geeignetes Gefäß zu benutzen.

Im **Kühlschrank** müssen alle eingestellten Gefäße in Plastiktüten verpackt und gut leserlich beschriftet sein. Farbstoffe, wie z.B. Malachitgrün und Kristallviolett dürfen nicht eingestellt werden.

Das Refraktometer darf nicht mit harten Gegenständen berührt werden, da sonst das Prisma zerkratzt wird (Preis: ca. € 3.000). Tränenreizende oder sehr übelriechende Substanzen sind in einem Abzug zu vermessen. Das Gerät muss nach Gebrauch gut mit einem geeigneten Lösungsmittel (z.B. Aceton) gereinigt werden.

Die Apparaturen sind senkrecht aufzubauen, um sie möglichst spannungsfrei zu halten. Dies ist bei KPG-gerührten Ansätzen besonders wichtig. Bereits eine geringe Unwucht kann zum Abriss einzelner Kolbenschliffe führen. Apparaturen müssen stets hoch genug aufgebaut werden, so dass das Heiz- oder Kühlbad ohne Zuhilfenahme einer weiteren Person im Notfall rasch entfernt werden kann. **KPG-Rührstäbe** müssen bis fast zum Kolbenboden reichen, da sich sonst Substanzdepots bilden können, die auf einmal schlagartig abreagieren. Der Rührstab muss mit einem Gummiring (z.B. Vakuumschlauch 5 mm) so gesichert werden, dass er beim Hindurchfallen durch die geklammerte Hülse in den Kolben nicht den Boden erreichen und diesen durchschlagen kann. Die Rührhülse muss geklammert sein, damit sie sich nicht allmählich aus dem Kolbenschliff herausdreht. Eine Unterlegung der Klammer mit Papier ist unzweckmäßig, besser eignet sich Kork oder ein Schlauchstück.

Größere Glasgefäße sollen nie direkt auf den Labortisch, sondern immer auf Papier- oder Stofftücher gelegt werden, da sie sonst sehr leicht beschädigt werden können. Im Abzug sind keine Tücher, sondern Korkringe zu verwenden.

UV-Lampen von Bestrahlungsapparaturen schädigen die Netzhaut und sollten daher immer zur Abzugrückwand zeigen. Die fest installierten UV-Lampen befinden sich in Box 2 und 5.

Bei **Wasserdampfdestillationen** muss das Dampfeinleitungsrohr bis zum Kolbenboden reichen, da sonst die Gefahr eines Siedeverzugs besteht. Bedienungsanleitungen liegen im Praktikum aus.

Trockenrohre mit Schliff, Tropftrichter und Schliffthermometer müssen immer mit einer Klammer gesichert sein. Allerdings sollte jede Apparatur einen „Notausgang“, z.B. einen ungesicherten Stopfen besitzen, durch den sich ein evtl. entstehender Überdruck gezielt abbauen kann, falls der ohnehin vorhandene normale Ausgang (Trockenrohr) versagt. In diesem Zusammenhang sei vor feinem Calciumchlorid als Füllstoff für Trockenrohre gewarnt. Bereits mit geringem Wassergehalt klumpt es zusammen und verschließt so die Apparatur. Deshalb sollte nur mittelgrobes Calciumchlorid verwendet werden. **Phosphorpentoxid ist aus diesem Grund für Trockenrohre gänzlich unbrauchbar.**

Bei der Trocknung von Präparaten im **Exsikkator** ist folgendes zu beachten. Sind die Substanzen sehr feucht, so ist eine Verwendung von P_4O_{10} nicht angebracht, da es sofort oberflächlich verkrustet. Die Vortrocknung sollte mit Calciumchlorid erfolgen. Dann kann mit P_4O_{10} die Feintrocknung erfolgen. Die Entfernung von organischen Lösemittelresten aus Präparaten mit P_4O_{10} gelingt nicht. Hierfür sind Paraffinstücke zu benutzen.

Beim Ausschütteln von Präparaten im Scheidetrichter ist zu beachten:

1. Belüftet wird nicht über den Stopfen sondern über das Küken. Dabei zeigt die Öffnung des Ablassstutzens nach oben in den Abzug.
2. Reaktionen (z.B. Neutralisationen) dürfen nie im Scheidetrichter durchgeführt werden, da die Gefahr besteht, dass dieser dabei durch Erwärmung oder Überdruck platzt.

Heißluftföne sind nützliche und bequeme Ersatzgeräte für Bunsenbrenner. Dennoch sind sie nicht ungefährlich, da mit ihnen Temperaturen von ca. 550 °C erreichbar sind. Einige wichtige Lösungsmittel besitzen eine niedrige Zündtemperatur (das ist die Temperatur, ab der sich eine Verbindung an der Luft von selbst entzündet), z.B. Ether Petrolether, Cycloalkane (ca. 170° -280 °C). Daher darf niemals ein noch heißer Fön in den Abzug gelegt werden, wenn dort offen Lösungsmittel herumstehen oder ausgelaufen sind. Die Flammpunkte (ab denen Substanzen

entzündbar sind) liegen bei allen gängigen Lösemitteln und Reagenzien deutlich unter 50 °C. Auch das Öl der Ölbäder ist brennbar!

Abzuschalten sind abends alle Wasserhähne sowie alle elektrischen Geräte. In jeder Box ist der/die zuletzt den Saal verlassende Praktikant/in dafür verantwortlich, dass alle Geräte und Wasseranschlüsse stillgelegt und die Fenster geschlossen sind.

Der **Verbandskasten** enthält nur Material für kleine Verletzungen. **Verletzungen aller Art müssen immer dem/der zuständigen Assistenten/in mitgeteilt und aus versicherungsrechtlichen Gründen zusätzlich in das Verbandsbuch an der Pforte eingetragen werden!** Größere Verletzungen müssen stets in der für die jeweilige Art von Verletzungen zuständigen Klinik behandelt werden.

Umgang mit Chemikalien

Beachten Sie bitte, dass die ständige Anwesenheit vor laufenden Apparaturen am offenen Abzug leichtsinnig und gefährlich ist. Manipulationen wie Zutropfen oder portionsweise Zugabe eines Stoffes sollten daher immer im Stehen bei herabgezogener Scheibe vorgenommen werden. Wann immer möglich sollte der Abzug ganz geschlossen sein (Warnsignal!). Übelriechende oder giftige Reaktionslösungen und Substanzen dürfen nicht am Arbeitsplatz sondern nur im Abzug gehandhabt werden.

Alle Chemikalien dürfen außerhalb des Saales nur in einem geschlossenen Behälter und außerdem in einem Kunststoffeimer transportiert werden. Dasselbe gilt für aggressive Reagenzien wie starke anorganische Säuren, Brom, Säurehalogenide etc. auch innerhalb des Saales. Das Transportieren im offenen Gefäß, z. B. in einem Tropftrichter oder Becherglas oder ein Abwiegen auf der Waage ist strengstens verboten.

Gebrauchte **Lösungsmittel** gehören in die dafür vorgesehenen Ar/Al- (Aromaten/Aliphaten) bzw. CK- (Chlorierte Kohlenwasserstoffe) Behälter.

Trockeneis, das im großen Dewar-Gefäß in einem Handtuch transportiert werden kann, darf nur außerhalb dieses Dewars zerkleinert werden. Das Gefäß ist empfindlich gegenüber mechanischer Beanspruchung, deshalb muss das Trockeneis vorsichtig in den Dewar gelegt werden.

Flüssiger Stickstoff wird in einem 100 Liter Vorratsbehälter geholt. Im Praktikum stehen 10 Liter Kannen zum Befüllen aus dem Vorratsbehälter zur Verfügung. Das Zurückschütten von flüssigem Stickstoff aus Kühlfallen in die Kannen oder den Behälter ist strengstens verboten.

Alle **aggressiven** oder **stark toxischen** Reagenzien dürfen nur in entsprechender Schutzkleidung gehandhabt werden. Dazu gehören neben Schutzbrille und Labormantel selbstverständlich auch **geeignete** (!) Handschuhe.

Bei der Verwendung von **Brom** ist folgendes zu beachten: Zur Entsorgung von Brom wird eine 10%ige Natriumthiosulfatlösung verwendet. Diese kann auch bei Hautverätzungen mit Brom verwendet werden. Aus diesem Grund müssen bei jeder Bromierung ca. 200 ml Natriumthiosulfatlösung vom Praktikanten bereitgestellt werden. **Beachten Sie:** Elementares Brom reagiert in wenigen Sekunden mit der Haut. Die dabei entstehenden hochgiftigen Substanzen zerstören das umliegende Gewebe in einem Zeitraum von mehreren Stunden. Eine gezielte Behandlung ist deshalb auch bei einer scheinbar harmlos aussehenden Verletzung nötig. Verständigen Sie bei Hautkontakt mit Brom in jedem Fall den/die Saalassistenten/in! Dies gilt besonders nach Einatmen von Bromdämpfen.

Kanzerogene Substanzen sind mit äußerster Vorsicht zu handhaben. Präparate mit kanzerogenen Substanzen sind in speziell gekennzeichneten Abzügen herzustellen (Schilder hierfür werden vom Assistenten ausgegeben). Methylierende Substanzen sind bei Hautkontakt mit Sodalösung abzuwaschen. Auch in diesem Fall verständigen Sie den/die Saalassistenten/in. Bedenken Sie, dass viele kanzerogene Substanzen auch mutagen wirken.

Im Zweifelsfall sollte immer die Identität einer Chemikalie überprüft werden. So kann ein Lösungsmittel z.B. durch Vergleich seines Brechungsindex mit dem der Literatur identifiziert werden. Sollten Sie sich unsicher sein, so fragen Sie den/die Saalassistenten/in.

Ethanol wird durch das folgende Verfahren nach Organikum getrocknet: Nach Zugabe von Natrium in kleinen Portionen wird das Ende der Wasserstoffentwicklung abgewartet; erst dann erfolgt die Zugabe des Phthalsäurediethylesters. Gemeingefährlich und daher verboten ist das Einpressen von Natriumdraht in Ethanol. Nur **aprotische halogenfreie** Lösungsmittel (Benzol, Ether, Cyclohexan etc.) dürfen mit Natriumdraht getrocknet werden. Die getrockneten Lösungsmittel werden dann vom Trockenmittel abdestilliert (**Vorsicht:** niemals bis zur Trockene abdestillieren!) und nicht abgegossen. Sollten sich beispielsweise in Ethern Peroxide gebildet haben, so können diese bei Aufkonzentrieren explodieren. Evtl. gebildete Peroxide lassen sich einfach mit Peroxid-Teststreifen bzw. der Iod-Stärke-Reaktion nachweisen. Derart verunreinigter Ether kann durch Schütteln mit wässriger Eisen(II)-sulfat-Lösung zur Reduktion der Peroxide gereinigt werden.

Säurehalogenide, organische Säuren und Amine, Hydrazine, Cyanidabfälle (!) und andere übelriechende oder tränen- und schleimhautreizende Reagenzien **müssen in unreaktive Spezies überführt werden** bevor sie in den Lösungsmittelkanister gegeben werden. Die entsprechenden Vorschläge können dem Organikum bzw. dem Merck-Schuchardt-Katalog entnommen werden. Im Zweifelsfall sollte immer der/die Saalassistent/in gefragt werden.

Die Herstellung besonders giftiger oder übelriechender Produkte (so z.B. Nitrile, β -Halogenketone, längerkettige Carbonsäuren) darf nur nach Rücksprache mit dem Assistenten erfolgen.

Schwermetallhaltige wässrige Lösungen werden nach Neutralisation im entsprechenden Behälter gesammelt. Dies gilt **nicht für cyanid- oder hydrazinhaltige Lösungen**; diese sind zuerst unschädlich zu machen.

Schwefelsäure, die als Trocknungsmittel und Blasenähler für aggressive Gase benutzt wurde, darf nur in kleinen Portionen auf Eis gegossen werden, da hierbei gelöstes Gas durch die Hydratationswärme in großen Mengen frei werden kann.

Der **Reaktionsverlauf exothermer Reaktionen** muss durch Innentemperaturmessung kontrolliert werden. Zu starkes Kühlen kann eine Reaktion zum Erliegen bringen. Hierbei kann sich eine reaktive Komponente anreichern, die dann explosionsartig abreagieren kann. Falls keine Reaktion beobachtet wird, darf auf keinen Fall eine weitere Zugabe der Reaktanden erfolgen, sondern ist Rücksprache mit dem/der Assistenten/in zu halten.

Entsorgung von Lösungsmitteln

Zur Entsorgung der flüssigen Abfälle stehen folgende Behälter zur Verfügung

Aromatische/Aliphatische (ArAl): 5 Liter PE-Gebinde

Halogenhaltige: 5 Liter PE-Gebinde

Sonstige Konzentrate: 10 Liter PE-Gebinde

In den blauen Behälter („**Feststoffbehälter**“) dürfen nur folgende Abfälle gegeben werden: Kieselgel, Aluminiumoxid, Trocknungsmittel wie z.B. Natriumsulfat oder Calciumchlorid.

Verhalten bei Unfällen

Hierzu sind die **Patientenaufnahmeblätter** von Bedeutung. Sie werden beim Einzug in den Saal ausgefüllt. Sie liegen alphabetisch geordnet für alle Teilnehmer/innen des OC II-Praktikums in einem Wandschrank direkt vor dem Saal. So können sie bei Bedarf heraus- und in die Klinik mitgenommen werden. Im Notfall Verplombung des Wandschranks lösen.

Bei **größeren Verletzungen** muss ein Krankenwagen gerufen werden, nur so ist eine rasche Hilfe gewährleistet. Dies gilt vor allem für Hautverletzungen, da die Hautklinik besonders in der Hauptverkehrszeit nicht schnell genug zu erreichen ist.

Wenn ein **größerer Unfall** passiert ist:

1. Ruhe bewahren.
2. Rettung von Menschen (Entfernung aus dem Gefahrenbereich!) und Erstversorgung von Verletzten hat absoluten Vorrang. Den Anweisungen des/der zuständigen Saalassistenten/in ist Folge zu leisten.
3. Feuerlöscher sind in jeder Box vorhanden.
4. Personen in brennender Kleidung müssen am Weglaufen gehindert werden. Die Flammen können mit den Notbrausen (jeweils an beiden Saalausgängen vorhanden) erstickt werden.
5. Falls der Saal geräumt werden muss: Schalten Sie alle elektrischen Geräte aus und stellen Sie alle Gashähne ab. Im Brandfall sollten alle Fenster geschlossen und die Abzüge ausgeschaltet werden. Beim Ausströmen giftiger oder brennbarer Gase sollten hingegen alle erreichbaren Fenster geöffnet werden.
6. Nahezu alle Brände können mit dem CO₂-Handlöschern im Saal, der großen CO₂ Löschbombe vor dem Saal und dem Pulverlöscher (ebenfalls vor dem Saal) bekämpft werden. Metallbrände mit Sand oder Kochsalz löschen, keinesfalls mit Wasser!
7. Wenn die Feuerwehr über den Feuermelder alarmiert wurde, muss noch eine telefonische Meldung zusätzlich erfolgen: Melden Sie nur einen Unfall und warten Sie die Fragen des Disponenten der Feuerwehr ab. Bleiben Sie am Telefon für weitere Rückfragen.
8. Zufahrtswege und Gänge für Arzt und Feuerwehr müssen mit Lotsen besetzt werden.
9. Patientenaufnahmeblatt des Verletzten dem Notarzt mitgeben.
10. Zeugen des Unfalls müssen sich beim/bei der zuständigen Saalassistenten/in melden, da dieser den Hergang des Unfalls im Protokollbuch des Freudenbergsaals und im Verbandsbuch an der Pforte vermerken muss.
11. Wichtige Telefonnummern: **Notruf: 112, Arzt 111, Erste Hilfe 8478 Silke Bender!**