

PRAKTIKUMSORDNUNG

Organisch-chemisches Praktikum mit Proseminar (270 132)

Das Organisch-chemische Praktikum, 12stg. ist eine LV des Bakkalaureatstudiums Chemie und wird sowohl im WS, wie im SS angeboten. Die Durchführung erfolgt kursmässig innerhalb von 5 Wochen jeweils Mo-Fr, nachmittags (25 Nachmittage, 13-18 Uhr). Die LV wird von einem 6-wöchigen Proseminar begleitet, das beginnend in der ersten Praktikumswoche, jeweils Mo, Mi, Fr von 11:15-12:30 Uhr, stattfindet und die Vertiefung theoretischer, wie praktischer Grundlagen der organischen (Synthese)chemie zum Inhalt hat.

Lernziel

Im Rahmen des Praktikums werden individuelle ein- oder mehrstufige Präparate selbständig synthetisiert mit dem Ziel, organisch-chemische Verbindungen nach literaturbekannten Arbeitsvorschriften als Reinstoff in möglichst guter Ausbeute herzustellen und zu charakterisieren. Die Gesamtzahl der Stufen beträgt 12. Die dafür notwendigen Arbeitsoperationen wurden im Chemischen Grundpraktikum II bereits besprochen und sollen nunmehr an anspruchsvolleren Synthesestufen weiter geübt und vervollkommnet werden.

Aufnahmebedingungen

Positiver Abschluss: Basismodul II (Chemisches Grundpraktikum I + II) und Modul Organische Chemie (VO Organische Chemie I)

Eine Anmeldung erfolgt ausschließlich über das i3v-Programm (Anmeldefenster beachten, siehe VVZ).

Vor Beginn des Praktikums findet eine obligatorische Vorbesprechung mit anschließender Platzübergabe statt. Zuvor ist eine Kautions von 50 Euro zu hinterlegen, die zur Abdeckung von etwaigen Verlusten oder von Schäden am Platzinventar während des Praktikumsbetriebs herangezogen werden kann.

Eine Bibliothekseinführung findet im Anschluß an Vorbesprechung statt.

Praktikumsaufsicht

Die Teilnehmer werden von AssistentInnen oder TutorInnen betreut, die einen „Abschnitt“ hindurch ihren Dienst versehen. Während des Praktikumsbetriebes ist die Anwesenheit zumindest eines(r) Assistenten(in) oder Tutors(in) im Arbeitssaal bindend vorgeschrieben. Arbeitsoperationen außerhalb der Praktikumszeit, gleichgültig welcher Art, dürfen nur in Ausnahmefällen und nur mit ausdrücklicher Erlaubnis des Diensthabenden durchgeführt werden.

Sicherheit am Arbeitsplatz und Entsorgung von Chemikalienabfällen

Es gelten die als bekannt vorausgesetzten Regeln und Vorschriften für das Arbeiten in chemischen Laboratorien (Vgl. Chem. Grundpraktikum I und II). Insbesondere ist das Tragen von Schutzkleidung und Schutzbrille zwingend vorgeschrieben. Einfache optische Brillen anstelle von Schutzbrillen werden nicht akzeptiert!

Sollte es vertretbar erscheinen, während einer Reaktion den Arbeitssaal für eine bestimmte Zeit zu verlassen (mehrstündiges Rühren, Refluxieren, Trocknen, etc.), so ist dazu das Einverständnis des Diensthabenden einzuholen und bei der Reaktion ein schriftlicher Hinweis zu hinterlegen über (a) Art der Umsetzung, (b) Name des Experimentators und (c) Erreichbarkeit, evt. Mobiltelefon). In jedem Fall muss gewährleistet sein, dass der (die) Betreffende bei Problemen innerhalb weniger Minuten an seinen (ihren) Arbeitsplatz zurückkehren kann.

Abfallbeseitigung: Alle Lösungsmittelreste/rückstände, wie sie bei Destillationen, Extraktionen etc. anfallen, werden in dafür bereitgestellten Kunststoffkanistern gesammelt und dürfen *nicht* in das Abwasser gelangen. Dazu zählt auch Aceton, das nicht gesondert gesammelt wird. Anorganische Schwermetallrückstände, sowie gebrauchte Sorbentien werden getrennt gesammelt und entsorgt. Lediglich anorganische Trocknungsmittel (z.B. Na_2SO_4 , MgSO_4 , KOH , etc.), sowie Mineralsäuren dürfen nach entsprechender Verdünnung in das Abwasser gespült werden. Bei komplexen Mischungen ist Rat beim Assistenten einzuholen. Besondere Vorsicht ist bei Substanzen geboten, die mit Wasser heftig (exotherm) reagieren und ätzende, brennbare oder explosive Gase bilden (Abzug, Schutzbrille, Kühlung!).

Chemikalien und Verbrauchsmaterial

Die für die einzelnen Beispiele notwendigen Feinchemikalien werden in Schränken im Arbeitssaal aufbewahrt. Grundchemikalien (Trocknungsmittel, Säuren, Basen, etc.),

Verbrauchsmaterial (Filterpapier, etc.) und vor allem Lösungsmittel werden von der Materialverwaltung (Parterre, Zimmer 1E24a, Durchgang zum Hörsaal I) bezogen.

Öffnungszeiten der Materialverwaltung: Mo-Fr, 13 - 16 Uhr.

Die Verantwortung für die rechtzeitige Beschaffung speziell der Grundchemikalien liegt bei den PraktikumssteilnehmerInnen! Darüber hinaus wäre es wünschenswert, wenn sich die Studierenden diverse Kleinmaterialien (Gummiringe - 2 cm, Küchenrollen, Alufolien, Spülmittel, Klebeetiketten, Glasschreiber etc.) durch Privatinitiative beschaffen könnten.

Durchführung

Die Präparate werden aus einem pool von 50-70 Stufen unterschiedlicher Schwierigkeit und Dauer ausgegeben, sind ein- oder mehrstufig und können jederzeit während der Praktikumsdauer begonnen, bzw. abgegeben werden. Es darf maximal an 2 Präparaten parallel gearbeitet werden; zu einem drittes Präparat können Vorbereitungen getroffen werden (Literatursuche, Präparatevorbesprechung). Die Beispiele werden nach Aufwand und Schwierigkeit in leicht - mittel und schwer unterteilt. Zu Beginn werden nur leichte und mittelschwere Präparate ausgegeben.

Im einzelnen umfasst die Herstellung eines Präparats folgende Schritte bzw. Aspekte:

1. Ausgabe eines Präparats durch den(die) SaalassistentInnen (Entweder AV ausgedruckt oder Literaturzitat oder Literatursuche in der Bibliothek aufgrund einer Reaktionsgleichung / Strukturformel); erwünschte Menge an Produkt, Eintragung in das Karteiblatt.
2. Selbständige Informationsbeschaffung des(r) Studenten(in) über theoretischen Hintergrund, Reaktionsmechanismus (soweit bekannt, bzw. Reaktionstyp), sowie potentielle Gefahrenquellen bei der Durchführung (Giftigkeit, Brennbarkeit, Entsorgung der anfallenden Abfälle; gegebenenfalls Rat des Assistenten oder Tutors einholen), evt. Auffinden einer geeigneten Literaturstelle mit AV in einem Fachjournal (Bibliothek oder Internet).
3. Ermittlung des Ansatzes; kurze Besprechung der beabsichtigten Arbeitsoperationen mit dem(r) Saalassistenten(in) *vor* Beginn der Synthese (Falls erforderlich sind rechtzeitig Chemikalien einzureichen.)
4. Aufbau einer geeigneten Apparatur, wobei auf Zweckmäßigkeit und Sicherheit zu achten ist; (Visuelle) Überprüfung durch eine(n) Saalassistentin(en) oder Tutor(in) *vor* Beginn der Reaktion.
5. Durchführung der Synthese- und Reinigungsoperationen (13-18 Uhr!).

6. Charakterisierung mit den angegebenen physikalischen und/oder spektroskopischen Methoden.
7. Abfassung eines Protokolls und Berechnung der Ausbeute, Angaben zur Reinheit.
8. Abgabe des Präparats und Protokolls bei dem(der) Saalassistenten(in).
9. Bewertung durch den (die) Saalassistenten(in).

Um zu einem Überblick über Arbeitsmethoden zu gelangen wird darauf geachtet, dass jede(r) Teilnehmer(in) mindestens

- A. 2 Destillationen,
- B. 3 Kristallisationen und
- C. 1 chromatographische Trennung durchführt, sowie
- D. 2 Mal unter wasserfreien Bedingungen arbeitet.

Es obliegt den Teilnehmern die experimentelle Arbeit so zu organisieren, dass sie ausschliesslich zwischen 13 und 18 Uhr durchgeführt werden kann. Zur besseren zeitlichen Einteilung können die Punkte 2 und 3 auch ausserhalb des Praktikumsbetriebs (d.h. vormittags) absolviert werden.

Das "1. Beispiel"

Um zu Beginn des Praktikums Verzögerungen durch gleichzeitiges Einwiegen etc. zu vermeiden, wird mit einer (Vakuum)destillation einer (2-Komponenten-) Mischung als erstem Beispiel begonnen.

Leistungsbeurteilung:

Von maximal möglichen 12 Stufen müssen mindestens 10 praktisch absolvierte werden. Jede Stufe wird mit 1-6 Punkten bewertet; es können somit maximal 72 Punkte erreicht werden (= sehr gut). Mindestanforderung sind 36 Punkte (= genügend). Die erreichte Punktezahl wird dem(der) Teilnehmer(in) nach jedem Beispiel mitgeteilt.

Beurteilt werden:

- a. Präparateprüfung
- b. Selbständigkeit bei der Literatursuche und Kompetenz bei der praktischen Arbeit, auch im Hinblick auf Sicherheitsaspekte,
- c. Ausbeute und Reinheit des Produkts,
- d. korrekte, übersichtliche Protokollführung.

Inventar - Glasbruch

1. Mit Übernahme des auf Vollständigkeit überprüften Inventars liegt die Verantwortung für dieses beim (bei der) Praktikumssteilnehmer(in). Für Beschädigung und Verlust muß daher in beschränktem Umfang finanzieller Ersatz aus der erlegten Kautions geleistet werden. Dabei gilt folgende Regelung: Beschädigte Glasgeräte, die in der hauseigenen Glasbläserwerkstätte repariert werden können, werden kostenlos ersetzt. Sollten Glasgeräte irreparabel beschädigt sein, so werden 50% des Neuwerts verrechnet. Für in Verlust geratenes Inventar ist der Neuwert-Preis zu bezahlen.
2. Um nach einem Glasbruch zu neuem Inventar zu kommen ist folgendes zu tun: Der(Die) Praktikumssteilnehmer(in) hat den(die) diensthabende(n) AssistentInnen vom Schaden in Kenntnis zu setzen, ihm(ihr) auf Verlangen die Bruchstücke zu zeigen, um zu entscheiden, ob eine Reparatur sinnvoll ist.
3. Im Verlauf der folgenden 48 Stunden hat der(die) PraktikumssteilnehmerIn ein beim (bei der) Diensthabenden erhältlich Formblatt auszufüllen (Art und Größe des zerbrochenen Geräts).
4. Mit dem unterzeichneten Formular erhält der (die) PraktikumssteilnehmerIn beim Saallaboranten Ersatz.

Am Ende des Praktikums und nach Rückgabe des Arbeitsplatzes wird die Kautions abzüglich der Beträge für Glasbruch und/oder Verlust von Inventar rückerstattet.

(*Hinweis:* Wenn Schwierigkeiten mit Glasgeräten auftreten, etwa Probleme bei der Öffnung von Schliffverbindungen nach Destillationen, so kann und soll die Hilfe des(r) diensthabenden Assistenten(in) oder Tutors(in) in Anspruch genommen werden.)

Proseminar

3 x 10 Std (Mo, Mi, Fr, 11:15-12:30 Uhr, HS III); die Inhalte werden bekannt gegeben. Die Prüfung findet nach Abschluß des praktischen Teils statt (2 stündig), 12 Fragen sind schriftlich zu beantworten und werden mit jeweils 0-10 Punkten beurteilt (max.120 Punkte). Achtung: Nichterscheinen zu einer Prüfung wird mit "nicht genügend" bewertet! (Ausnahme: Nachgewiesene Erkrankung). Bei Nichtbestehen wird ein Wiederholungstermin im selben Semester, etwa 1 Monat später, angeboten.

Abschluß und Beurteilung

Zum positiven Abschluß des Praktikums sind erforderlich: ≥ 36 Punkte und positiv abgelegte Prüfung über den Seminarstoff.

Erreicht ein(e) Teilnehmer(in) weniger als 36 Punkte, so ist das Praktikum zur Gänze zu wiederholen; eine negative Seminarprüfung ist beim nächsten schriftlichen Termin zu wiederholen. Das Praktikum kann nur positiv abgeschlossen werden, wenn sowohl praktischer Teil als auch die Seminarprüfung positiv beurteilt wurden.

Wenn das Praktikum aufgrund zweimalig negativer Seminarprüfung wiederholt werden muss, wird die Durchführung des praktischen Teils erlassen und die zuvor erfolgte Beurteilung der praktischen Leistung übernommen.

Die Benotung basiert auf einem Punktesystem:

$(\text{Summe aller Punkte des praktischen Teils}) \times 3 + \text{Punkte der Seminarprüfung} = X$; die maximal erreichbare Punktezahl ist somit: $72 \times 3 + 120 = 336$. D. h. 168 Pkt. (= 50%) sind für die Beurteilung "genügend" erforderlich.

Daraus folgt weiters:

$X = 168-210 \dots \mathbf{4}$ $211-252 \dots \mathbf{3}$ $253-294 \dots \mathbf{2}$ $295-336 \dots \mathbf{1}$