OC Grundpraktikums Crashkurs

Iro-Jan zeigt, wo es lang geht

Struktur

- Wichtige Informationen und Materialien
- Betriebsanweisungen
- Chemikalienbestellschein
- Abzugbeschriftung
- Zeitmanagement
- Wie führe ich ein Laborjournal?
- Wie schreibe ich einen Bericht?
- Fragerunde

Wichtige Informationen und Materialien

- Semesterapparat des OC Grundpraktikums
  - Dort findet ihr alle wichtigen Dateien und Hinweise
  - Online unter https://semapp.uni-due.de/collection/view/4632, den Zugangsschlüssel erhaltet ihr per Mail
- *Integriertes Organisch-Chemisches Praktikum* (IOC)
  - Hier ruft ihr eure Versuchsvorschriften ab und erhaltet einen Überblick über die Theorie
  - Als Buch in der Bib erhältlich oder online abrufbar (http://www.ioc-praktikum.de/ -> I.O.C. Praktikum -> Das I.O.C. Praktikum starten)
- *Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie*
  - Aufbau von Apparaturen, Durchführung einzelner Arbeitsschritte
  - Als Buch in der Bib erhältlich oder online abrufbar (http://www.ioc-praktikum.de/methoden/index.html -> Skript -> Arbeitsmethoden in der Organischen Chemie)
- Mails!
  - Checkt unbedingt regelmäßig eure E-Mails. Frau Zeppenfeld sendet regelmäßig Hinweise und Termine per Mail.

Betriebsanweisung

Versuchsbezogene Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV
für chemische Laboratorien der Universität Duisburg-Essen

Grundpraktikum Organische Chemie

Name	Vorname	Labor	Assistent(in)
Herzustellendes Präparat:			Ansatzgröße: Mol

Stoffbezeichnung (Edukte und Produkt(e))		Mol-gewicht [g/mol]	Menge [g]	Sdp. / Smp. [°C]	Flpt. [°C]	KMR -Stoff? [Kategorie]
Gefahrenkürzel (s.u.)	H- bzw. EUH-Sätze (Nummern)					
Signalwort	P-Sätze (Nummern)					
Stoff:						
	-					
Stoff:						
Stoff:						
Stoff:						
Stoff:						

Wortlaut der wesentlichen oben genannten H- und P-Sätze:

GHS01 GHS02 GHS03 GHS04 GHS05 GHS06 GHS07 GHS08 GHS09

Gefahren für Menschen und Umwelt, die von den Ausgangsmaterialien bzw. dem(n) Produkt(en) ausgehen, soweit sie nicht durch die oben gemachten Angaben abgedeckt sind:

Verhalten im Gefahrfall, Erste-Hilfe-Maßnahmen (gegebenenfalls Kopie der entsprechenden Literaturstelle beiheften):

Entsorgung:

Versuchsbeschreibung (mit skizziertem Versuchsaufbau):

Hiermit verpflichte ich mich, den Versuch gemäß den in dieser Betriebsanweisung aufgeführten Sicherheitsvorschriften durchzuführen. Unterschrift Student (in) _____	Präparat zur Synthese mit den auf der Vorderseite berechneten Chemikalienmenge freigegeben. Unterschrift Assisten(in)_____

Phys. Konstanten		Auswaage g + mol		Ende Datum/ Unterschrift d. Assistent(in)
Literatur	gefunden	Theoretisch	gefunden	

Die eigenen Beobachtungen bei der Durchführung des Versuches, sowie die Literaturdaten und gefundenen Daten (z. B. Ausbeute, Fp., Sdp., Brechungsindex) sind im Laborjournal zu protokollieren.

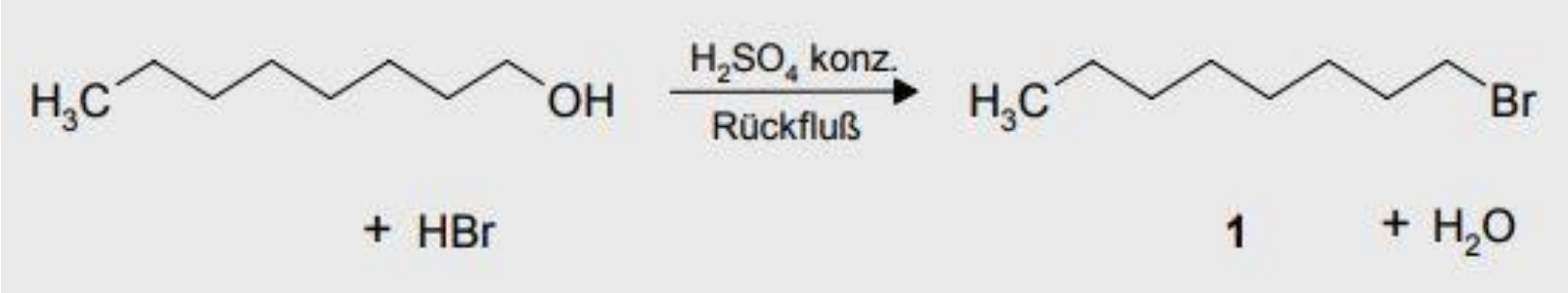
- Immer doppelt anfertigen
- Wahlweise per Hand oder am Computer
- eine Kopie wird im Assistentenzimmer hinterlegt, eine mit dem Bericht abgegeben

Versuchsbezogene Betriebsanweisungnach § 14 GefStoffV für chemische Laboratorien der Universität Duisburg-Essen			
Grundpraktikum Organische Chemie			
Name	Vorname	Labor	Assistent(in)
Herzustellendes Präparat:			Ansatzgröße: Mol

- Assistent(in): wird euch zu Beginn des Praktikums per Aushang zugeteilt, dort gebt ihr eure Berichte ab
- Ansatzgröße in Mol: Im IOC findet ihr in eurer Versuchsvorschrift Mol Angaben für die Edukte. Die Ansatzgröße ist die Molzahl des limitierenden Edukts

Vor Beginn **Betriebsanweisung** erstellen.

In einem 100 ml-Rundkolben mit Rückflusskühler wird die Mischung von 0.10 mol (13.0 g, 15.7 ml) 1-Octanol, 0.50 mol (5.0 g, 2.7 ml) konz. Schwefelsäure[1] und 0.15 mol (25.3 g, 17.0 ml) 48proz. Bromwasserstoffsäure in einem Heizbad 5 h unter schwachem Rückfluss zum Sieden erhitzt (Badtemperatur ca. 140–160 °C).



Das limitierende Edukt ist das 1-Octanol, dementsprechend beträgt die Ansatzgröße 0.10 mol!

Stoffbezeichnung (Edukte und Produkt(e))		Mol-gewicht [g/mol]	Menge [g]	Sdp. / Smp. [°C]	Flpt. [°C]	KMR -Stoff? [Kategorie]
Gefahrenkürzel (s.u.)	H- bzw. EUH-Sätze (Nummern)					
Signalwort	P-Sätze (Nummern)					
Stoff:						
	-					

Informationen über die H- und P-Sätze sowie die Information zu KMR-Stoffen findet Ihr im Semesterapparat unter dem Reiter Arbeitssicherheit

Zusätzlich sind folgende Quellen für die Recherche zu empfehlen:

- Gestis
- Sigma Aldrich (Struktursuche)

Wortlaut der wesentlichen oben genannten H- und P-Sätze:	

GHS01 GHS02 GHS03 GHS04 GHS05 GHS06 GHS07 GHS08 GHS09

Ihr sollt alle H- und P-Sätze notieren, dazu am besten am PC die Zeilenzahl erhöhen oder mehrere Sätze zusammenfassen z.B.:

H310/311: Lebensgefahr/Giftig bei Hautkontakt.

Gefahren für Menschen und Umwelt, die von den Ausgangsmaterialien bzw. dem(n) Produkt(en) ausgehen, soweit sie nicht durch die oben gemachten Angaben abgedeckt sind:
Verhalten im Gefahrfall, Erste-Hilfe-Maßnahmen (gegebenenfalls Kopie der entsprechenden Literaturstelle beiheften):
Entsorgung:

Entsorgung: Informationen hierzu findet Ihr im IOC in eurer Versuchsvorschrift

Hinweise zur Entsorgung (E), Recycling (R) der Lösungsmittel

E_1: Wässrige Phasen mit Spuren organischen Verunreinigungen → **E**ntsorgung (H_2O mit RHal/Halogenid).
E_2: Kontaminiertes Trockenmittel → **E**ntsorgung (Anorg. Feststoffe).
E_3: Verunreinigte Fraktionen und Destillationsrückstand → **E**ntsorgung (RHal).
R_1: Abdestilliertes Lösungsmittel → **R**ecycling (Cyclohexan).

Versuchsbeschreibung (mit skizziertem Versuchsaufbau):

- Vollständige, lückenlose Versuchsdurchführung mit Volumen/Gramm Angaben
- Versuchsaufbau ordentlich skizzieren

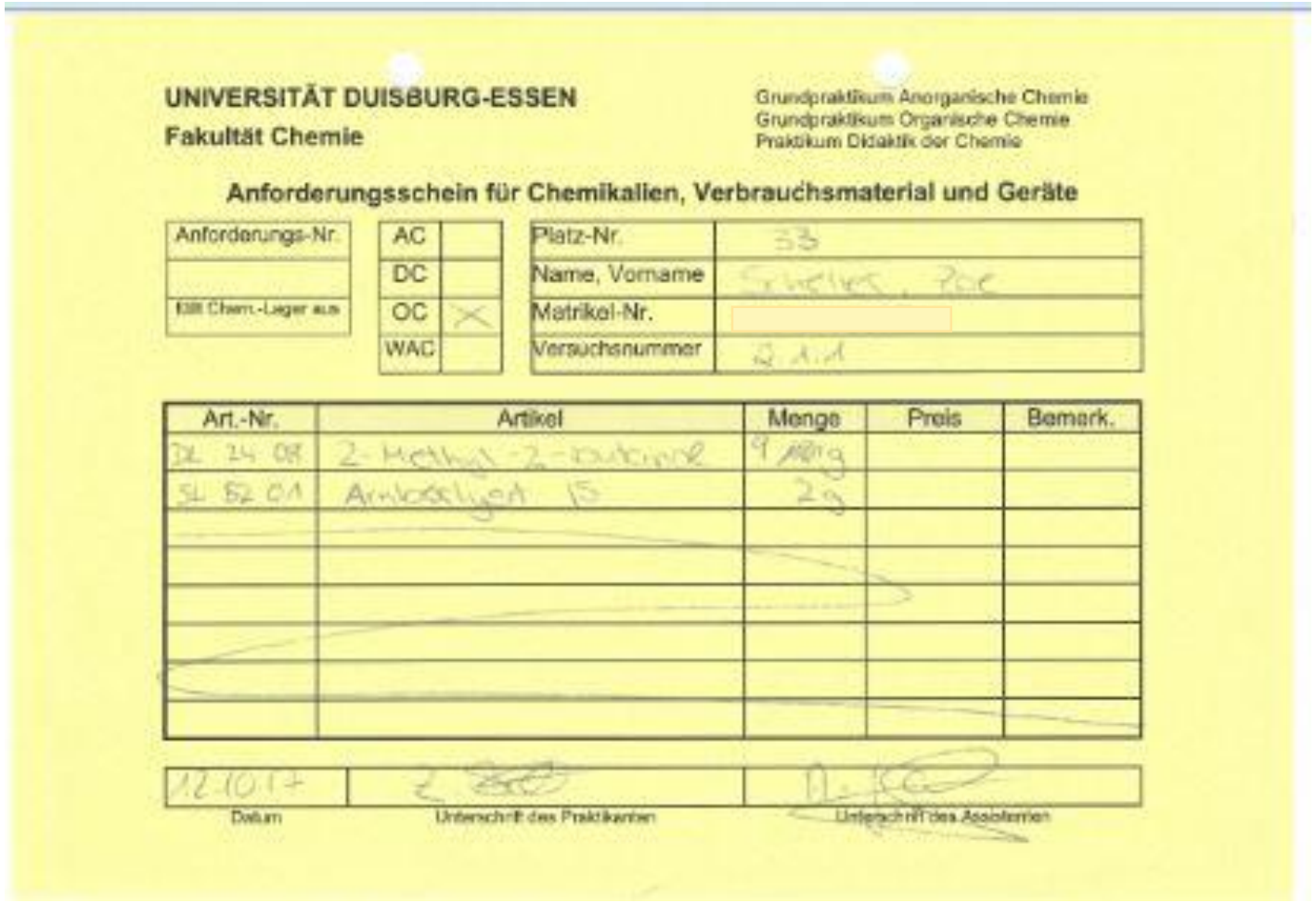
Hiermit verpflichte ich mich, den Versuch gemäß den in dieser Betriebsanweisung aufgeführten Sicherheitsvorschriften durchzuführen. Unterschrift Student (in) _____	Präparat zur Synthese mit den auf der Vorderseite berechneten Chemikalienmenge freigegeben. Unterschrift Assisten(in)_____

Phys. Konstanten		**Auswaage g + mol**		Ende Datum/ Unterschrift d. Assistent(in)
Literatur	gefunden	Theoretisch	gefunden	

Die eigenen Beobachtungen bei der Durchführung des Versuches, sowie die Literaturdaten und gefundenen Daten (z. B. Ausbeute, Fp., Sdp., Brechungsindex) sind im Laborjournal zu protokollieren.

- Physikalische Konstanten:
  Schmelzpunkt oder Brechungsindex
- Auswaage: in g und in mol
  Theoretisch: maximale Ausbeute (100%) ≠ Literaturausbeute
- „Literatur“ und „Theoretisch“ vor dem Antestat ausfüllen
- „gefunden“ vor der Präparatabgabe ausfüllen

Chemikalienbestellschein



UNIVERSITÄT DUISBURG-ESSEN
Fakultät Chemie

Grundpraktikum Anorganische Chemie
Grundpraktikum Organische Chemie
Praktikum Didaktik der Chemie

Anforderungsschein für Chemikalien, Verbrauchsmaterial und Geräte

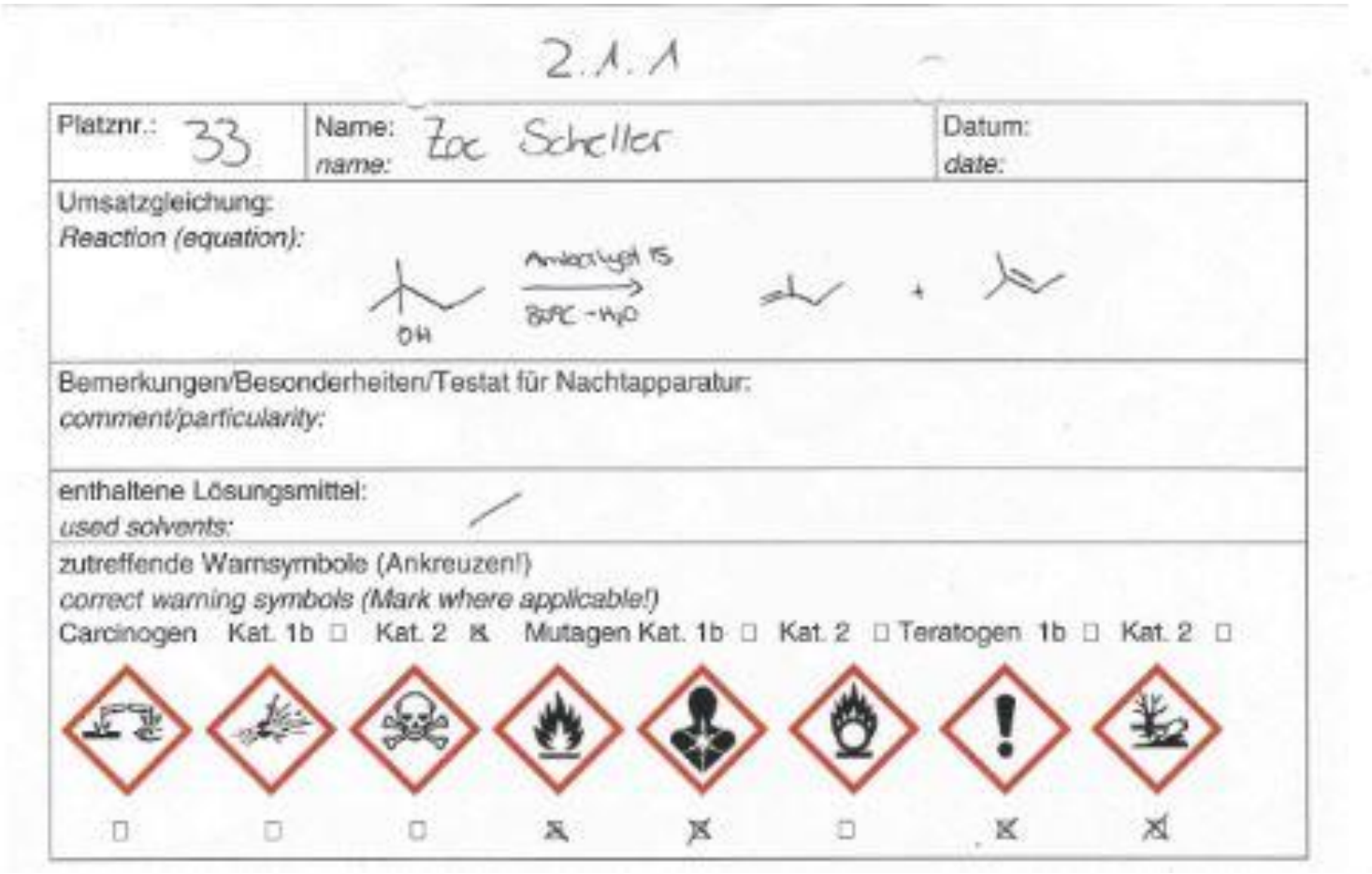
Anforderungs-Nr.	AC		Platz-Nr.	33
	DC		Name, Vorname	Schelles, Poe
Bitt Chem.-Lager aus	OC	X	Matrikel-Nr.	
	WAC		Versuchsnummer	2.1.1

Art.-Nr.	Artikel	Menge	Preis	Bemerk.
DL 24 08	2-Methyl-2-butanol	9 mg		
SL 52 01	Ambosilyert 15	2 g		

12.10.17	[signature]	[signature]
Datum	Unterschrift des Praktikanten	Unterschrift des Assistenten

- Artikelnummer unbedingt der Chemikalienliste im Semesterapparat entnehmen (Arbeitssicherheit)
- Beim Antestat vorlegen
- Liegen vor dem Assistentenzimmer aus
- Menge auf volle Gramm aufrunden, auch bei Flüssigkeiten z.B. 3.4 g → 4 g

Abzugsbeschriftung


2.1.1

Platznr.: 33	Name: Zoe Scheller name:	Datum: date:

Umsatzgleichung:
Reaction (equation):

Bemerkungen/Besonderheiten/Testat für Nachtapparatur:
comment/particularity:

enthaltene Lösungsmittel:
used solvents:

zutreffende Warnsymbole (Ankreuzen!)
correct warning symbols (Mark where applicable!)
Carcinogen Kat. 1b ☐ Kat. 2 ☒ Mutagen Kat. 1b ☐ Kat. 2 ☐ Teratogen 1b ☐ Kat. 2 ☐

- Erst Anbringen, wenn sich die Chemikalien im Abzug befinden
- Versuchsnummer notieren
- Liegt vor dem Assistentenzimmer aus

Zeitmanagement

	Antestate	Pause	Präparateabgabe
Montag	9:00 Uhr - 11:30 Uhr	12:00 Uhr – 13:00 Uhr	16:30 Uhr – 17:30 Uhr
	13:00 Uhr – 15:00 Uhr	15:00 Uhr – 15:30 Uhr	

Beispiel für den Zeitplan im Praktikum

Öffnungszeiten Chemikalienlager

Montag-Freitag	10:00-12:00
	13:30-15:00

- Plant eure Labortage im Voraus
- Überlegt euch in welcher Reihenfolge ihr die Versuche durchführt
- Besorgt eure Chemikalien rechtzeitig bevor ihr den Versuch beginnen wollt
- Gebt eure Berichte zeitnah nach Beendigung des Versuches ab
- Denkt daran, dass ihr Kommilitonen habt, die den Roti/Vakuum/Öl-Pumpe ebenfalls benutzen wollen → plant für alles ausreichend und großzügig Zeit ein

Antestate

- Das erste Antestat findet außerhalb des Praktikums statt, alle folgenden während der Praktikumszeiten
- Benötigt wird die Betriebsanweisung (2-fach) und der Chemikalienbestellschein
- Abgefragt wird:

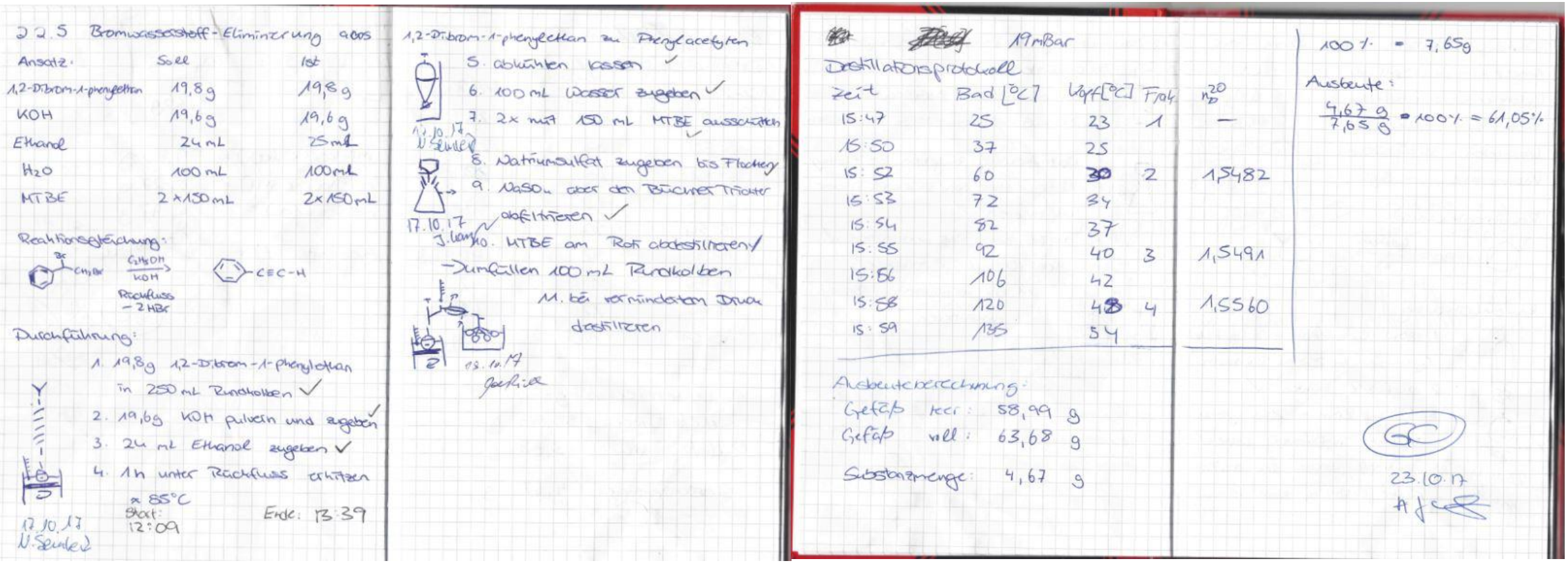
  Durchführung

  Sicherheit

  Aufbau

  Mechanismus
- Ohne Antestat dürft ihr den jeweiligen Versuch nicht durchführen
- Plant Wartezeiten für die Antestate ein, ggf. lohnt es sich vor Praktikumsbeginn zu kommen

Laborjournal



2.2.5 Bromwasserstoff-Eliminierung aus

Ansatz:	Soll	Ist
1,2-Dibrom-1-phenylethan	19,8 g	19,8 g
KOH	19,6 g	19,6 g
Ethanol	24 mL	25 mL
H_2O	100 mL	100 mL
MTBE	2 × 150 mL	2 × 150 mL

Reaktionsgleichung:

C_2H_5OH, KOH, Rückfluss − 2 HBr

Durchführung:

1. 19,8 g 1,2-Dibrom-1-phenylethan in 250 mL Rundkolben ✓
2. 19,6 g KOH pulvern und zugeben ✓
3. 24 mL Ethanol zugeben ✓
4. 1 h unter Rückfluss erhitzen

≈ 85 °C
Start: 12:09
Ende: 13:39

17.10.17 N. Seuler

1,2-Dibrom-1-phenylethan zu Phenylacetylen

5. abkühlen lassen ✓
6. 100 mL Wasser zugeben ✓
7. 2x mit 150 mL MTBE ausschütteln ✓
8. Natriumsulfat zugeben bis Flocken
9. $NaSO_4$ über den Büchner Trichter abfiltrieren ✓
10. MTBE am Roti abdestillieren ✓

→ umfüllen 100 mL Rundkolben

11. bei vermindertem Druck destillieren

17.10.17 N. Seuler

17.10.17 J. Kam

18.10.17 [illegible]

19 mBar

Destillationsprotokoll

Zeit	Bad [°C]	Kopf [°C]	Frak	n_D^{20}
15:47	25	23	1	—
15:50	37	25		
15:52	60	30	2	1,5482
15:53	72	34		
15:54	82	37		
15:55	92	40	3	1,5491
15:56	106	42		
15:58	120	48	4	1,5560
15:59	135	54		

Ausbeuteberechnung:

Gefäß leer: 58,99 g
Gefäß voll: 63,68 g

Substanzmenge: 4,67 g

100 % = 7,65 g

Ausbeute:

$\frac{4,67\ g}{7,65\ g} \cdot 100\% = 61,05\%$

23.10.17

- Am besten fest gebundenes DIN A5 Büchlein
- Lückenlose Aufzeichnung des Versuches:

  Ansatz

  Reaktionsgleichung

  Durchführung

  Aufbau

  Destillationsprotokoll

  Ausbeuteberechnung
- Ist bei der Abgabe eines Präparates vorzulegen, einige Assistenten schauen sehr genau auf die Aufzeichnungen
- Ein Muster findet ihr im Semesterapparat

Berichte

- Sprecht vor dem ersten Bericht mit eurem Assistenten über seine Anforderungen
- Musterbericht und Vorgaben im Semesterapparat
- Anhang: Betriebsanweisung und ggf. Analyseergebnis

Literatur

- Auch die Durchführung muss mit einer Quelle belegt werden -> IOC
- Wikipedia ist keine Quelle!!!
- NMR/IR: *Spektroskopische Daten zur Strukturaufklärung organischer Verbindungen,* Pretsch/Bühlmann
- Theorie:

  Basisbuch der Chemie, Schmuck

  Organikum

  Organische Chemie, Clayden/Greeves/Warren

  Organische Chemie, Vollhardt/Peter/Shore