

A.8 Empfehlungen für die im I.O.C.-Praktikum einzusetzenden Geräte

Arbeitsplatz

Für einen reibungslosen Ablauf des Praktikums sollte jeder Arbeitsplatz mit folgenden Geräten ausgestattet sein:

Gerät	Anzahl
Rundkolben NS 14.5 (25, 50, 100 ml)	je 4
Rundkolben NS 29 (100, 250 ml)	je 2
Rundkolben NS 29 (500, 1000 ml)	je 1
Dreihalsrundkolben (100, 250, 500 und 1000 ml)	je 1
Claisenbrücke NS 14.5 mit geraden Vorstoß und Vorstoß nach Bredt mit Spinne	1
Claisenbrücke NS 29 mit geraden Vorstoß	1
Schliffthermometer dazu passend (vorzugsweise mit Hg-freier Füllung)	1
Anschützaufsatz NS 14,5 und NS 29	je 1
Dimrothkühler NS 14.5, 20 cm	je 1
Dimrothkühler NS 29, 40 cm	je 1
Tropftrichter mit Druckausgleich, 10 und 50 ml	je 1
Trockenrohr (NS 14,5, NS 29 und mit Olive)	je 1
Blasenzähler	je 1
Chemische Thermometer (vorzugsweise mit Hg-freier Füllung)	2
Mechanischer Rührmotor mit KPG-Rührer, passend für 100 und 250 ml Kolben	1
Magnetrührisch, heizbar mit versch. Magnetrührstäben	1
Laborhebebühne	1
Heizbad in Metalltopf	1
Scheidetrichter 100, 250, 500, 1000 ml	je 1
Glastrichter (sortiert)	3-4
Pulvertrichter für NS 14.5 und NS 29	je 1
Messpipette 10 ml	1
Messzylinder 10, 100, 250 ml	je 1
Bechergläser, Erlenmeyerkolben (sortiert, 10-600 ml)	10
Kristallisierschalen (95 und 140 mm)	je 1
Porzellanschalen (55 und 80 mm)	je 1
Absaugflaschen 100, 250 und 500 ml mit GuKo-Ringen	je 1
Büchnertrichter 55 und 110 mm	je 1
Hirschtrichter	1
Glasfilterfritte G2, hohe Form (Allihn'sches Rohr)	1
Filtrievorstoß NS 14,5 und NS 29 oder Witt'scher Topf	1
Uhrgläser (sortiert 25-120 mm)	5
Exsikkator (Glas, vakuumfest)	1
Hahnaufsätze NS 14.5 und NS 29	je 1
Übergangsstücke NS 14.5K auf NS 29H und NS 29K auf NS 14.5H	je 1
Korkringe für Rundkolben, sortiert	4-6
Spritzflaschen, beschriftet (für Wasser und Spülaceeton)	je 1
Schlauchanschlüsse für GL oder RD-Glasgewinde	ca. 8
Schliffklemmen für NS 14.5 und NS 29, sortiert (z.B. Keck-Klemmen)	ca. 8
Spatel, Mikrospatel, Pinzette	
Stativmaterial (Klammern, Kreuzdoppelmuffen)	

Empfohlene Saalausstattung

Weniger oft benötigte Geräte können zentral im Labor zur Verfügung gestellt werden oder im Rahmen einer Saalausleihe ausgegeben werden. Die folgenden Angaben beziehen sich auf einen Praktikumsaal mit ca. 20 Arbeitsplätzen:

Gerät	Anzahl
Mikrodestille NS 14.5	1-2
Rund-/Spitzkolben (5 und 10 ml)	8
Spitzkolben (25 und 50 ml)	je 4
Vigreuxkolonne NS 14.5 mit Vakuummantel, 20 cm	1-2
Wasserdampfgenerator	1
Wasserabscheider für spezifisch leichtere Lösungsmittel	2-3
Flüssig-flüssig-Extraktor für spezifisch leichte Lösungsmittel	1-2
Rückflusskühler mit Metallwendel	2-3
Sublimille für 5–10 g Substanzmenge	1
Soxhlet-Aufsatz, 100 ml mit Extraktionshülsen	1
Elektronische Kontaktthermometer für Magnetrührer	3-5
Messgeräte für Grobvakuum mit korrosionsbeständigem Sensor	4-5

Folgende Geräte sollten im Praktikumsaal fest installiert bzw. vorhanden sein:

Gerät	Anzahl
Schmelzpunktbestimmungsapparatur	1-2
Refraktometer	1
Drehschieberpumpe, zweistufig, komplett mit Kühlfalle (gekühlt mit flüssigem Stickstoff oder Aceton/Trockeneis) und Pirani-Vakuummessgerät.	1
Rotationsverdampfer mit Vakuumcontroller	2

Zur Kristallisation wird je ein Kühl- und Gefrierschrank benötigt, für die Hefereduktion (Versuch 4.3.1.6) ist eine Zentrifuge zur Abtrennung der Zellmasse erforderlich, für die enzymatische Hydrolyse von *meso*-4-Cyclohexen-*cis*-1,2-dicarbonsäuredimethylester (Versuch 4.2.2.9) wird eine Bürette und pH-Meter benötigt.

Die Versorgung mit Grobvakuum kann – falls vorhanden – über eine zentrale Vakuumversorgung erfolgen oder über ein dezentrales Vakuumnetzwerk erfolgen.

Bewährt hat sich eine Versorgung von 5 bis 6 Arbeitsplätzen mit einer Membranvakuumpumpe. Die Vakuumleitung besteht aus 10/1 mm PTFE-Rohren mit Verschraubungen. Die Entnahmestellen können Kugel- oder Spindelventile sein, sollten aber unbedingt mit Rückschlagventilen gegen plötzliche Druckanstiege auf der Entnahmeseite durch Fehlbedienung abgesichert sein. Wartungsfreundlich ist eine vor-Wand Montage der Vakuumleitung. Zum Schutz der Vakuumleitung und -pumpe sollte immer eine Woulfsche Flasche zwischen Apparatur und Entnahmeventil geschaltet werden.

Als Vakuumpumpen eignen sich chemiefest ausgeführte zweistufige Membranpumpen (Saugleistung ca. 2 m³/h, Enddruck ca. 10 mbar) mit saugseitigem Vorabscheider und Emissionskondensator. Der Emissionskondensator sollte aus wirtschaftlichen Gründen ebenso wie die Rotationsverdampfer an einem Kühlwasserkreislauf angeschlossen werden oder mit einem Umlaufkühlsystem betrieben werden.

Sowohl Vakuummembranpumpen als auch die Bauteile für die dezentrale Vakuumversorgung sind seit einigen Jahren von verschiedenen Herstellern im Handel erhältlich.

Wasserstrahlpumpen sind wegen ihres hohen Wasserverbrauchs und der unvermeidbaren Kontamination des Abwassers mit Lösungsmitteln nicht mehr zeitgemäß und sollten generell nicht mehr eingesetzt werden.

Analytik

Zur Charakterisierung und Reinheitskontrolle der erhaltenen Produkte sollten die Studenten IR-, UV- und NMR-Spektren sowie GC's ihrer Produkte erhalten können. Je nach Gelegenheit können die Messungen von den Studenten selbst oder als Service durchgeführt werden. Für die stereoselektiven Versuche sollte ein Polarimeter vorhanden sein.