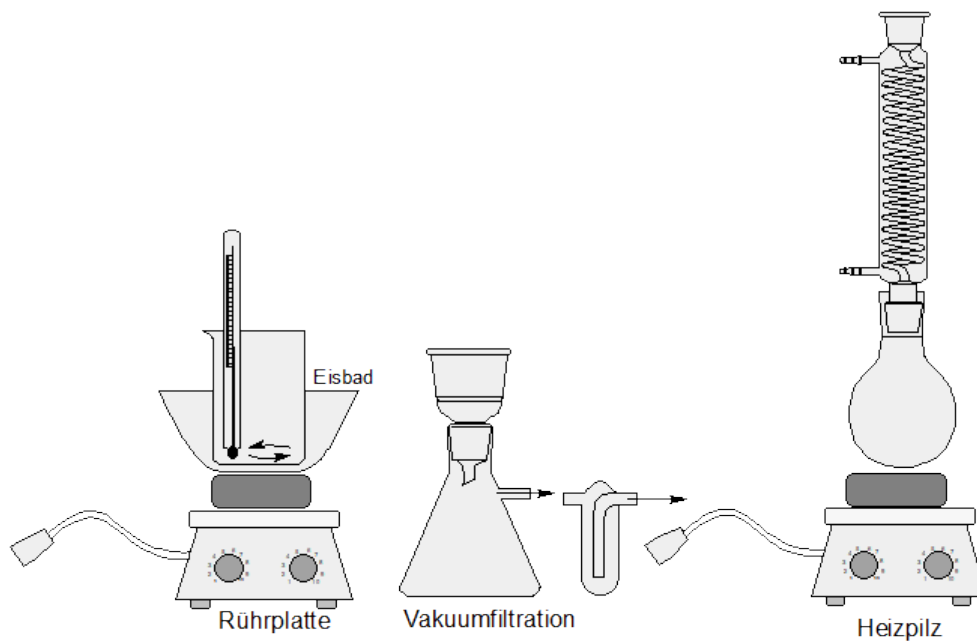


EINFÜHRUNG IN DIE LABORPRAKTIKA

Handout mit allgemeinen Hinweisen für chemie- und umwelttechnische Praktika



Diese Übersicht soll für zukünftige Praktika eine Unterstützung bieten, um Geräte oder Versuchsstände selbstständig aufbauen und bedienen zu können.

Inhaltsverzeichnis

1	Sicherheitsmaßnahmen	4
2	Laborgeräte und Werkzeuge	5
2.0.1	Schliffklemmen alias KECK-Clips	6
2.0.2	Muffen	7
2.0.3	(BUNSEN-) Stative	7
2.0.4	Korkringe	7
2.0.5	Material der Glasgeräte	8
2.1	Volumengefäße	9
2.1.1	Bechergläser	9
2.1.2	Rundkolben	9
2.1.3	Standkolben: Erlenmeyerkolben und Stehkolben .	10
2.1.4	Maßkolben bzw. Messkolben	11
2.2	Messzylinder	11
2.2.1	Bürette	12
2.3	Pipetten	13
2.3.1	Vollpipetten	13
2.3.2	Hubkolbenpipette bzw. Eppendorfpipetten	15
2.4	Trichter	15
2.4.1	Flüssigkeitstrichter	15
2.4.2	Feststofftrichter	15
2.4.3	Tropftrichter	15
2.4.4	Scheidetrichter	15
2.5	Schläuche	15
2.5.1	Vakuumschläuche	15
2.5.2	Wasserschläuche	15
2.5.3	Oliven	15
2.6	Filter	15
2.6.1	Filterpapier	15
2.6.2	Fritte	15
2.6.3	Filternutsche	15
2.7	Waschflaschen	15
2.8	Rührer	15
2.8.1	Magnetrührwerk	15
2.8.2	Rührertypen	15

2.8.3	Rührermotor	15
2.9	Rückflusskühler	15
2.9.1	Dimrothkühler	15
2.9.2	Liebigkühler	15
2.10	Heizelemente	15
2.10.1	Wärmebad	15
2.10.2	Brenner	15
2.10.3	Heizpilz oder Heiznetz	15
2.10.4	Heizplatte	15
2.11	Pyknometer	15
2.11.1	Apparaturen zum Trocknen	15
2.11.2	Exsikkator	15
2.11.3	Trockenschrank	15
2.11.4	Muffelofen	15
2.12	Pumpen	15
2.12.1	Vakuumpumpe (Wasserstrahlpumpe)	15
2.12.2	Hubkolbenpumpe	15
2.12.3	Kreiselpumpe	15
2.13	Zusätzlich:	15
2.13.1	Beschriftung von Proben	15
2.14	Füllkörper	15
2.14.1	Schliffe und Schliff fett	15
2.14.2	Ultraschallbad	15
2.14.3	Eismaschine	15
3	Typische Versuchsstände und Aufgaben	16
3.1	Typische Versuchsstände	16
3.1.1	Titration apparatur	16
3.2	Typische Verfahren und Aufgabenstellungen	16
3.2.1	Dichtebestimmung	16
3.2.2	Trocknung von Feststoffen	16
3.2.3	Destillation	16
3.2.4	Umkristallisieren	16
3.2.5	Extraktion	16
3.2.6	Absaugen alias Vakuumfiltrieren	16
3.2.7	Schmelzpunkt	16
3.2.8	Siedepunkt	16
3.2.9	Refraktometrie	16

3.2.10	Dünnschichtchromatographie	16
4	Fehlerquellen für die Versuchsauswertung	17
4.1	Fehlerklassen und Fehlertoleranzen	17
4.1.1	analoge Messung	17
4.1.2	digitale Messung	17
4.2	Massenbestimmung	17
4.3	Volumenmessung	17
4.4	Druckmessung	17
4.5	Temperaturmessung	17
4.6	Messung mittels Elektrode	17
4.6.1	pH-Wert	17
4.6.2	elektrische Leitfähigkeit	17
4.7	Volumenstrommessung	17
4.8	Geometrische Messungen	17
4.9	zufällige Fehler und Messfehler	17
4.10	Anzahl der Messreihen	17
4.11	Schwanken der Messwerte	17
4.12	Fehlerklassen und Fehlertoleranzen	17
5	Grundbegriffe im Labor	18
5.1	Absaugen	18
5.2	Absorbieren	18
5.3	Adsorbieren	18
5.4	An- und Abfahren einer Anlage	18
5.5	Einengen	18
5.6	Extrahieren	18
5.7	Klassieren	18
5.8	Neutralisieren	18
5.9	Sortieren	18
5.10	Überkotzen	18
5.11	Umkristallisieren	18
5.12	Waschen (eines Salzes)	18
5.13	Stationärer Zustand eines Systems	18
	Literaturverzeichnis	19
	Anhang	19

1 Sicherheitsmaßnahmen

- es ist sich stets über den durchzuführenden Versuchsaufbau, sowie die genutzten Stoffe/Chemikalien zu informieren und deren Gefahr abzuschätzen
- das Tragen von Schutzkleidung ist Pflicht (Kittel, Brille, evtl. Handschuhe)
- je nach Risiko sind die Versuche nur unter Beaufsichtigung oder unter einem Abzug durchzuführen
- Essen und Trinken ist im Labor verboten
- Hände sollten nach der Versuchsdurchführung gewaschen werden
- Um an höhere liegende Objekte zu gelangen, ist eine Leiter (zu zweit) oder ein Elefantenfuß zu nutzen
- Fluchtwege sind stets freizuhalten
- **Notfalltelefonnummer: 2666**

2 Laborgeräte und Werkzeuge

Im Umgang mit Laborgeräten ergeben sich mehrere Fehlerquellen, welche in der Auswertung von Versuchen relevant sein können. Zu dem sollte jeweils der Nutzen des jeweiligen Arbeitsmittels bekannt sein, um Messungenauigkeiten zu vermeiden.

Allgemeiner Apparatenaufbau

1. Vor dem Aufbau überzeugt man sich, dass die Geräte einwandfrei und sauber sind.
2. Es ist immer darauf zu achten, dass die Apparatur von unten nach oben und von links nach rechts aufgebaut wird.
3. Hierbei soll die offene Seite der Muffe nach links und die Flügelschraube der Klammer nach rechts zeigen.
4. Vor dem Aufbau der Apparatur ist zu überlegen auf welche Höhe die Hebebühne einzustellen ist, um gegebenenfalls die Probe ohne Abbau der Messapparaturen zu erreichen.
5. Die Brücke der Muffe soll die Klammer unterstützen.
6. Sinnvoller, lotrechter und winkliger Aufbau ist von besonderer Bedeutung.
7. Beim Klammern erst den feststehenden teil der Klammer an das gerät anlegen und dann erst den beweglichen Teil anziehen.
8. Bei Schliffapparaturen auf Spannungsfreiheit achten und dass die obere Hälfte der Schliffe mit Schliff fett gleichmäßig und durchsichtig gefettet ist.
9. Schliffverbindung nicht zusammenpressen und nie unnötige längere Zeit Alkalien, Phosphorsäure und Wasserdampf aussetzen.
10. Schlauchverbindung möglichst kurz halten und vor heißen Apparaturteilen, gegebenenfalls durch gebündeltes Hochbinden schützen.

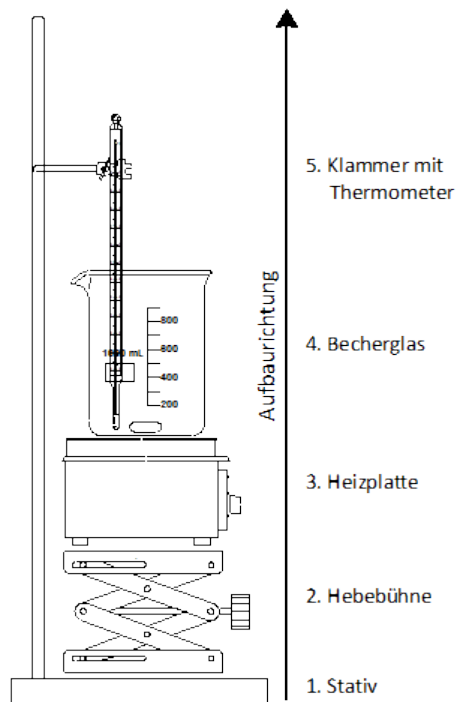


Abb. 1: Richtung für Apparaturaufbau

2.0.1 Schliffklemmen alias Keck-Clips

Schliffklemmen bzw. KECK-Clips sichern die Verbindung zwischen Glasgeräten mit Normschliff. Diese Art von Schliffsicherung findet sich vorrangig im anorganischen und organischen Chemiepraktikum für den Aufbau größerer Apparaturen. Die Ausführung der Schliffklemmen ist verschiedenen Formen und Materialien zu finden. Eine häufig vertretende Form aus Kunststoff sind die patentierten KECK-Clips.

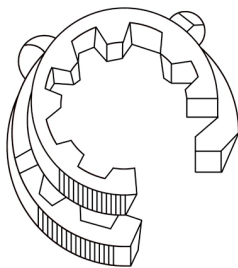


Abb. 2: Skizze von KECK-Clips



Abb. 3: Beispielhafte Nutzung von KECK-Clips

Tipp:

Um kleine oder leichte Apparaturteile, wie zum Beispiel Thermometer, zu montieren ist mit solchen Klemmen keine weitere Befestigung mehr nötig.

2.0.2 Muffen

Stativmuffen sind einer der häufigsten verwendeten Bauteile im apparativen Labor. Sie werden vorzugsweise für die Befestigung von zylindrischen Stativteilen, wie einer Stativklemme oder einem Stativring.

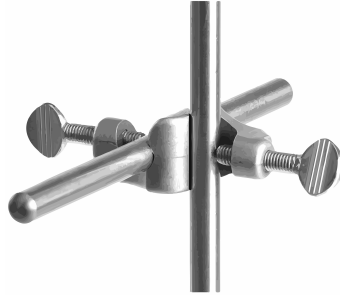


Abb. 4: Bild einer Stativmuffe

2.0.3 (Bunsen-) Stativ

BUNSEN-Stativ bzw. Laborstativ bestehen aus einer metallenen Grundplatte an welcher senkrecht eine Metallstange eingeschraubt ist. Sie dienen dazu verschiedene Versuchsaufbauten zu konstruieren indem an die die Stange mittels Muffen und Klemmen verschiedenste Hilfsmittel wie Gefäße, Büretten, Kochringe oder ähnliches in verschiedenen Höhen befestigt werden können.

2.0.4 Korkringe

Korkringe dienen zum Ablegen von Rundkolben, wenn diese nicht in ein Stativ eingespannt sind. Somit wird gesichert, dass Rundkolben aufgrund ihrer kugeligen Form nicht wegrollen.



Abb. 5: Korkringe für Rundkolben

2.0.5 Material der Glasgeräte

Glasgeräte im chemischen Labor bestehen meistens aus Borosilikatglas. Es zeichnet sich durch eine hohe Temperatur- und Chemikalienbeständigkeit aus und hält somit in den Bereichen der Chemie, der Verfahrenstechnik und dem Haushalt Einzug. Typischer Markennamen für Borosilikatgläser sind beispielsweise JENAER GLAS, DURAN, PYREX oder SIMAX, um nur ein paar zu nennen. Auch im großtechnischen Bereich findet das Glas seine Anwendung, wie zum Beispiel in Schauglasarmaturen, Durchflussgläsern oder Behälterschaugläsern.



Abb. 6: Logos von Borosilikatglas-Herstellern

2.1 Volumengefäße

2.1.1 Bechergläser

Bechergläser sind zylindrische Becher, welche an der Oberseite einen gebogenen Rand, sowie eine Ausgussmöglichkeit haben. Sie werden für vielfältige Aufgaben, wie dem Erhitzen oder Zusammengießen von Flüssigkeiten. Es gibt sie in verschiedensten Ausführungen und Größen, welche meistens mit einem groben Maßstab versehen sind.

Hinweis:

Messbecher sollten nicht genutzt werden um genaue Volumina zu messen. Besser eignen sich hierfür Messzylinder oder Maßkolben für das entsprechende Volumina.

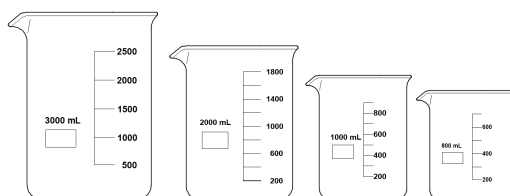


Abb. 7: Bechergläser

2.1.2 Rundkolben

Rundkolben werden ähnlich wie Bechergläser in den verschiedensten Größen und Ausführungen hergestellt. Viele der Kolben besitzen einen sogenannten Normschliff am Kolbenhals um beliebig und einfach gasdichte Apparaturen zusammenzustecken (mehr unter Normschliffe). Des Weiteren können Rundkolben auch als Mehrhalskolben ausgeführt sein, um an den zusätzlichen Öffnungen zum Beispiel Kühler, Rührer, Messgeräte und/oder Zuläufe gleichzeitig anzubringen. Zusätzlich können Rundkolben, im Gegensatz zu Standkolben auch unter Vakuum genutzt werden, da die runde Form eine Implosion verhindert. Diese runde Form ermöglicht ebenfalls ein gleichmäßiges Erwärmen des Kolbeninhaltes.



Abb. 8: Rund- und Mehrhalskolben

2.1.3 Standkolben: Erlenmeyerkolben und Stehkolben

Erlenmeyerkolben und Stehkolben unterscheiden sich im zum Becherglas vor allem im nach oben hin enger werdenden Hals. Dieser kann ebenfalls, wie bei den Rundkolben, je nach Anwendung mit einem Normschliff versehen sein. Gerade Erlenmeyerkolben werden aufgrund der Unterschiedlichen Ausführung des Kolbenhalses weiter in Enghals- und Weithalskolben klassifiziert. Der verjüngende Hals dieser Kolben minimiert maßgeblich die Gefahr, dass bei Zugabe von Substanzen, beim Schwenken, Rühren oder Sieden Flüssigkeiten unkontrolliert aus dem Kolben entweichen. Der Erlenmeyerkolben besticht dabei durch die Möglichkeit, die enthaltene Flüssigkeit gut zu Schwenken zu können, während der Stehkolben einen Rundkolben darstellt, welcher nicht wegrollen kann und eine druckstabilere Bauweise glänzt.

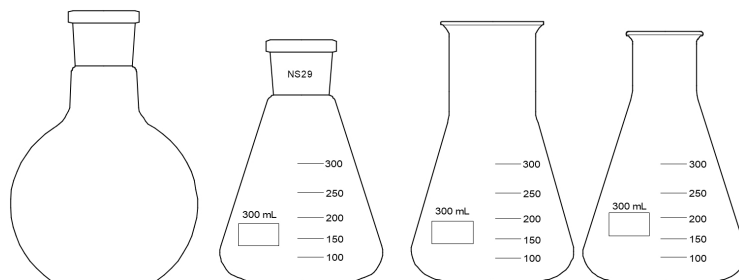


Abb. 9: Standkolben

Tab. 1: Vergleich von Becherglas, Rund- und Standkolben

Kolben: Eigenschaft:	Becherglas	Rundkolben	Rundkolben	Erlenmeyer
Magnetrührer	ja	ja	ja	ja
hitzebeständig	ja	ja	ja	ja
Mischung von Flüssigkeiten	ja	ja	ja	ja
selbststehend	ja	nein	ja	ja
Normschliff	nein	ja	ja	ja
gleichmäßiges Erwärmen	nein	ja	nein	nein
vakuumfest	nein	ja	nein	nein

2.1.4 Maßkolben bzw. Messkolben

Maßkolben dienen hauptsächlich zum Ansetzen und Aufbewahren von Maßlösungen mit exakten Konzentrationen. Sie sind auf Einguss geeicht und zählen somit nicht unter die Kategorie Volumenmessgerät! Unter Maßlösungen versteht man Lösungen mit einer genau bestimmten Menge einer Substanz, welche über einen Urtiter oder Vergleichslösungen bestimmt wird. Urtiter wiederum die gut wägbare Reinsubstanzen mit welchen sich der Gehalt von Maßlösungen bestimmen lässt.

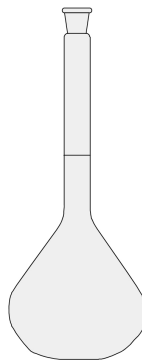


Abb. 10: Maß- bzw. Messkolben

2.2 Messzylinder

Ein Messzylinder ist ein senkrechter, hoher Glas- oder Plastikzylinder mit einem Standfuß. Über eine aufgebrachte Skala können ihm Volumina abgemessen werden. Er ist genauer als ein Becherglas, aber ungenauer als eine Voll- oder Kolbenhubpipette (EPPENDORF-Pipette). Je nach dem wie wichtig das genaue Abmaß des Volumens sein muss, sollte auf die aufgedruckte Fehlerklasse bzw. Fehlertoleranz geachtet werden.

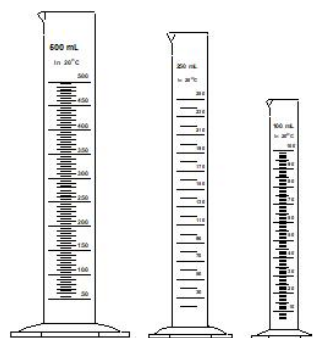


Abb. 11: Messzylinder

2.2.1 Bürette

Eine Bürette ist eine kalibrierte, skalierte Glasröhre mit einem Hahn am unteren Ende und dient zur quantitativen Abmessung von geringen Flüssigkeitsvolumina für Titrations. Eine besondere Form der Bürette ist die automatische Bürette bei der über einen Blasebalg aus einem Vorratsbehälter der Messzylinderteil der Bürette wieder aufgefüllt wird (siehe Abb. 12).

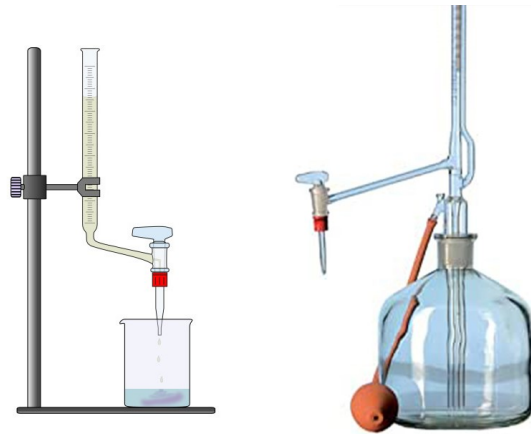


Abb. 12: normale und automatische Bürette

Wichtig:

Das Luftloch der automatischen Bürette sollte nicht zugehalten werden, da sich sonst ein zerstörerischer Druck im Vorratsbehälter aufbauen kann!

Hinweis:

Vor Einsatz der Bürette sollte geprüft werden ob der Hahn nur schwergängig nutzbar ist. Ist dies der Fall sollte der Hahn mit mit Schliff fett gefettet werden.

2.3 Pipetten

Peleusball

Der Peleusball ist eine gummierte Pipettierhilfe mit welcher das Abmessen von Flüssigkeitsvolumina in Glaspipetten ermöglicht wird. Hierfür wird der Auslass A geöffnet (zusammendrücken) und der Ball selbst zusammengedrückt, um einen Unterdruck zu erzeugen. Drückt man nun auf das Saugventil S wird die Flüssigkeit in die Glaspipette gesaugt und über drücken des Ventils E kann diese Flüssigkeit kontrolliert abgegeben werden.

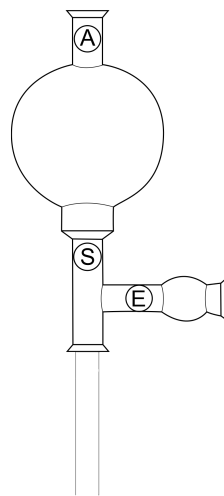


Abb. 13: Peleusball

2.3.1 Vollpipetten

Vollpipetten sind kalibrierte Glasröhrchen mit einer Glasblase, um genaue Dosierungen Flüssigkeitsvolumina abzumessen. Sie sind auf Ausguss geeicht und besitzen ebenfalls, wie die Messzylinder eine aufgedruckte Fehlertoleranz oder Fehlerklasse. Typische Volumina für Vollpipetten sind 5 mL, 10 mL, 20 mL, 50 mL und 100 mL. Daher sind Vollpipetten hervorragend für für Volumenabmessungen in den genannten Bereichen geeignet. Für geringere Volumina im Mikroliterbereich sollten Hubkolbenpipetten genutzt werden.

2.3.2 Hubkolbenpipette bzw. Eppendorfpipetten

2.4 Trichter

2.4.1 Flüssigkeitstrichter

2.4.2 Feststofftrichter

2.4.3 Tropftrichter

2.4.4 Scheidetrichter

2.5 Schläuche

2.5.1 Vakuumschläuche

2.5.2 Wasserschläuche

2.5.3 Oliven

2.6 Filter

2.6.1 Filterpapier

2.6.2 Fritte

2.6.3 Filternutsche

2.7 Waschflaschen

2.8 Rührer

2.8.1 Magnetrührwerk

2.8.2 Rührertypen

2.8.3 Rührermotor

2.9 Rückflusskühler

2.9.1 Dimrothkühler

2.9.2 Liebigkühler

2.10 Heizelemente

2.10.1 Wärmebad

2.10.2 Brenner

2.10.3 Heizpilz oder Heiznetz

2.10.4 Heizplatte

2.11 Pyknometer

2.11.1 Apparaturen zum Trocknen

2.11.2 Exsikkator

2.11.3 Trockenschrank

3 Typische Versuchsstände und Aufgaben

3.1 Typische Versuchsstände

Rückflussapparatur

Becherglas-Rührapparatur

Mehrhalbskolbenapparatur

3.1.1 Titrationsapparatur

3.2 Typische Verfahren und Aufgabenstellungen

3.2.1 Dichtebestimmung

3.2.2 Trocknung von Feststoffen

3.2.3 Destillation

3.2.4 Umkristallisieren

3.2.5 Extraktion

3.2.6 Absaugen alias Vakuumfiltrieren

3.2.7 Schmelzpunkt

3.2.8 Siedepunkt

3.2.9 Refraktometrie

3.2.10 Dünnschichtchromatographie

4 Fehlerquellen für die Versuchsauswertung

4.1 Fehlerklassen und Fehlertoleranzen

4.1.1 analoge Messung

4.1.2 digitale Messung

4.2 Massenbestimmung

4.3 Volumenmessung

4.4 Druckmessung

4.5 Temperaturmessung

4.6 Messung mittels Elektrode

4.6.1 pH-Wert

4.6.2 elektrische Leitfähigkeit

4.7 Volumenstrommessung

4.8 Geometrische Messungen

4.9 zufällige Fehler und Messfehler

4.10 Anzahl der Messreihen

4.11 Schwanken der Messwerte

4.12 Fehlerklassen und Fehlertoleranzen

5 Grundbegriffe im Labor

5.1 Absaugen

5.2 Absorbieren

5.3 Adsorbieren

5.4 An- und Abfahren einer Anlage

5.5 Einengen

5.6 Extrahieren

5.7 Klassieren

5.8 Neutralisieren

5.9 Sortieren

5.10 Überkotzen

5.11 Umkristallisieren

5.12 Waschen (eines Salzes)

5.13 Stationärer Zustand eines Systems

Anhang