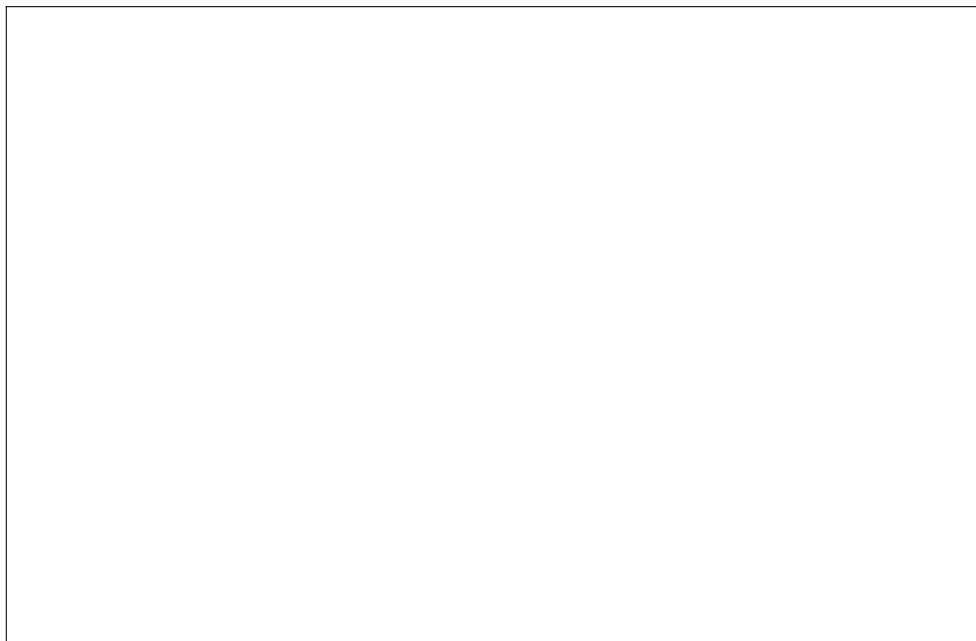


EINFÜHRUNG IN DIE LABORPRAKTIKA

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.

Merseburg den 22.12.2020

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
2.4	Trichter	14
2.5	Schläuche	16
2.5.1	Oliven	17
2.6	Filter	17
2.7	Waschflaschen	19
2.8	Rührer	20
2.9	Kühler	22
2.10	Heiz- und Kühlelemente	23
2.11	Apparaturen zum Trocknen und Brennen	25
2.12	Pumpen	27
2.13	Füllkörper	29
2.14	Zusätzlich:	29
3	Typische Versuchsstände und Aufgaben	30
3.1	Typische Versuchsstände	30
3.1.1	Titration apparatur	30
3.2	Typische Verfahren und Aufgabenstellungen	30
3.2.1	Dichtebestimmung	30
3.2.2	Trocknung von Feststoffen	30

3.2.3	Destillation	30
3.2.4	Umkristallisieren	30
3.2.5	Extraktion	30
3.2.6	Absaugen alias Vakuumfiltrieren	30
3.2.7	Schmelzpunkt	30
3.2.8	Siedepunkt	30
3.2.9	Refraktometrie	30
3.2.10	Dünnschichtchromatographie	30
3.3	Gaschromatografie	30
3.4	Wasser entzug von organischen Lösungen mit Na ₂ SO ₄ oder CaCl ₂	30
4	Fehlerquellen für die Versuchsauswertung	31
4.1	Fehlerklassen und Fehlertoleranzen	31
4.1.1	analoge Messung	31
4.1.2	digitale Messung	31
4.2	Massenbestimmung	31
4.3	Volumenmessung	31
4.4	Druckmessung	31
4.5	Temperaturmessung	31
4.6	Messung mittels Elektrode	31
4.6.1	pH-Wert	31
4.6.2	elektrische Leitfähigkeit	31
4.7	Volumenstrommessung	31
4.8	Geometrische Messungen	31
4.9	zufällige Fehler und Messfehler	31
4.10	Anzahl der Messreihen	31
4.11	Schwanken der Messwerte	31
4.12	Fehlerklassen und Fehlertoleranzen	31
5	Grundbegriffe im Labor	32
5.1	Absaugen	32
5.2	Absorbieren	32
5.3	Adsorbieren	32
5.4	An- und Abfahren einer Anlage	32
5.5	Einengen	32
5.6	Extrahieren	32
5.7	Klassieren	32

5.8	Neutralisieren	32
5.9	Sortieren	32
5.10	Überkotzen	32
5.11	Umkristallisieren	32
5.12	Waschen (eines Salzes)	32
5.13	Stationärer Zustand eines Systems	32
Literaturverzeichnis		33
Anhang		33

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 Apparaturaufbau

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.

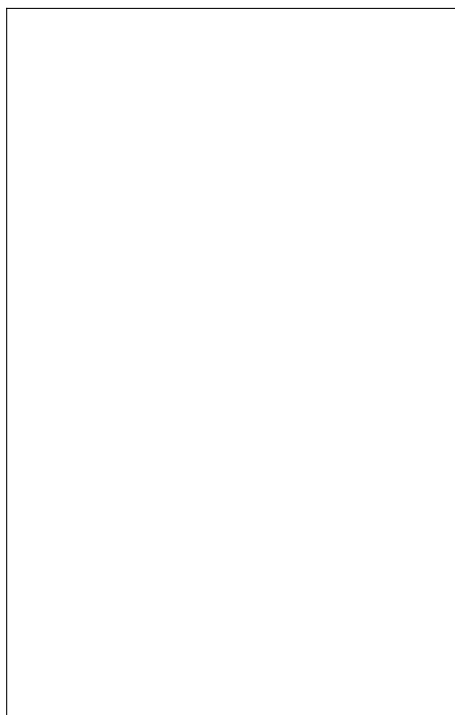


Abb. 1: Richtung für Apparaturaufbau

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.

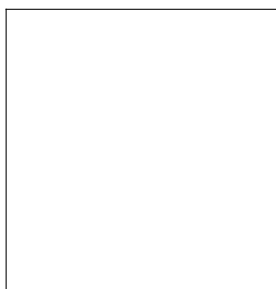


Abb. 2: Skizze von KECK-Clips



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.

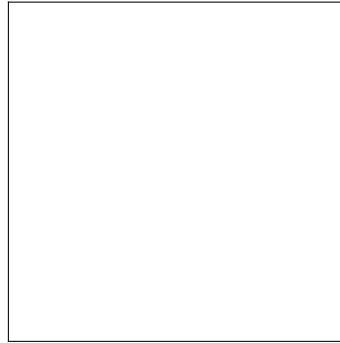


Abb. 4: Bild einer Stativmuffe

2.0.3 (Bunsen-) Stative

BUNSEN-Stative bzw. Laborstative 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 Borosilicatglas. 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.

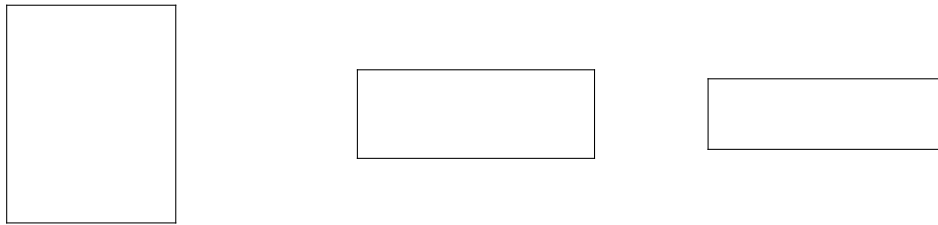


Abb. 6: Logos von Borosilikatglas-Herstellern

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 weggrollen 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 Urtiler oder Vergleichslösungen bestimmt wird. Urtiler wiederum die gut wägbare Reinsubstanzen mit welchen sich der Gehalt von Maßlösungen bestimmen lässt.

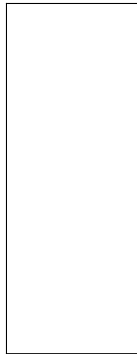


Abb. 10: Maß- bzw. Messkolben

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.

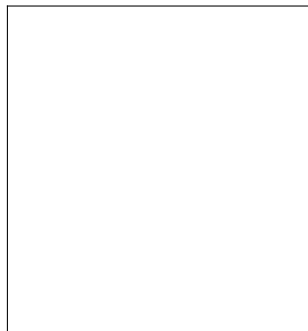


Abb. 11: Messzylinder

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 Titrationsen. 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

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.

Abb. 14: Vollpipette

Kolbenhubpipette bzw. Eppendorfpipetten

Kolbenhubpipetten, auch Mikroliter- oder Mikropipette genannt, sind mechanische Pipetten, welche Volumina in Dosierungen von 0,1 μ L bis 5 mL genauer als herkömmliche Glaspipetten dosieren können. Durch den bewegten Kolben beim Herunterdrücken wird in der aufgesteckten Pipettenspitze ein Unterdruck erzeugt, welcher die Flüssigkeit in die Spitze zieht. Die Menge an Volumen, die durch die Pipette angesaugt wird, ist meist über einen Drehmechanismus an der Pipette einstellbar. Eine verbreitete Bezeichnung für diese Pipetten ist EPPENDORF-Pipette, wobei EPPENDORF die Marke des Pipettenherstellers beschreibt und nicht die Ausführung der Pipette.

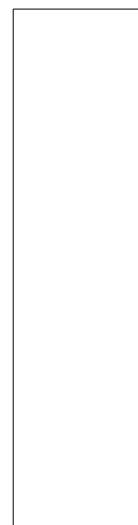


Abb. 15: Kolbenhubpipette

Benutzung:

Volumenaufnahme:

1. Pipettierknopf bis zum ersten Anschlagdrücken
2. Pipettenspitze in die Flüssigkeit tauchen
3. Pipettierknopf langsam hochziehen (ohne Luft!)
→ es dürfen keine Luftblasen in der Pipettenspitze sein

Volumenabgabe:

1. Pipettenspitze an die Innenwand des Gefäßes halten
2. Pipettierknopf langsam bis zum zweiten Anschlag drücken

Die Pipettenspitze kann über den großen, forderen Abwurfknopf entfernt werden.



Abb. 16: Schematische Umgangsweise mit einer Kolbenhubpipette

2.4 Trichter

Flüssigkeitstrichter

Flüssigkeitstrichter sind Geräte, ein mit großer Öffnung und kleiner Mündung mit welchem sich Flüssigkeiten in Gefäße mit kleiner Mündung, wie Flaschen, Erlenmeyer- und Rundkolben gießen lassen. Sie bestehen meist aus Glas, Kunststoff und in selteneren Fällen auch aus Metall.



Abb. 17: Flüssigkeitstrichter

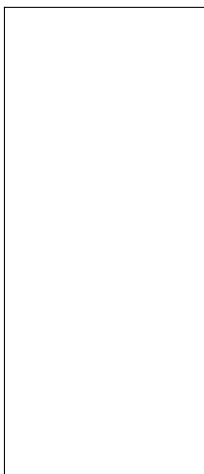
Feststoff- bzw. Pulvertrichter

Pulvertrichter werden, wie der Name vermuten lässt, für das Abfüllen von Pulvern, Granulaten oder feinkristallinen Stoffen genutzt. Sie unterscheiden sich gegenüber den Flüssigkeitstrichter in der Tatsache, dass das Verhältnis zwischen dem Durchmesser der Öffnung und der Mündung des Trichter größer ausfällt. Gerade für zittrige Hände kann ein Feststofftrichter helfen das Schüttgut in den entsprechenden Behälter ohne größere Verluste zu überführen.



Abb. 18: Pulvertrichter

Tropftrichter



Tropftrichter sind Glasgeräte, welche hauptsächlich im chemischen Labor für die tropfenweise Zugdosierung von Chemikalien in eine Reaktionsmischung dienen. Sie besitzen meist einen Normschliff und es gibt sie in Ausführungen mit und ohne Druckausgleich. Mit Druckausgleich am Tropftrichter wird ein Verdampfen der zuzutropfenden Lösung vermieden. Auch hier ist darauf zu achten, dass zum Dosieren der Hahn des Tropftrichters zuvor mit Schliff Fett zu behandeln ist. Die angebrachte Skalierung am Tropftrichter ist als Richtwert zu verstehen. Genaue Volumina sollten mittels Messzylinder oder Pipetten abgemessen werden.

Abb. 19: Tropftrichter
mit und ohne
Druckausgleich

Scheidetrichter bzw. Schütteltrichter

Scheidetrichter sind Glasbehälter, welche zur Trennung von nicht mischbaren Flüssigkeiten dienen. Bei geschlossenem Hahn wird über den Normschliff an der Oberseite das zu trennende Flüssigkeitsgemisch eingefüllt. Der Normschliff wird mit einem Stopfen verschlossen und die Phase mit größeren Dichten sammelt sich am Ende des Scheidetrichters. Diese Phase kann nun über den Hahn des Trichters abgegossen werden. Die konische Form des Scheidetrichters erleichtert dabei die Arbeit einer exakten Abtrennung.

Scheidetrichter werden deshalb gerne auch für Flüssig-Flüssig-Extraktionen genutzt, aus welchen sich der Begriff des „Ausschüttelns“ ergibt (siehe 3.2.5).

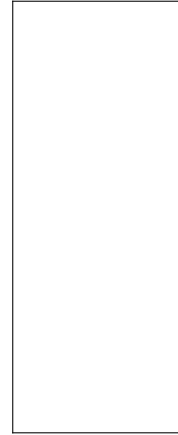


Abb. 20: Scheidetrichter

2.5 Schläuche

Wasserschläuche

Wasserschläuche im chemischen Labor bestehen meist aus Silikon, Polyethylen (PE) oder Polyvinylchlorid (PVC). Sie zeichnen sich dadurch aus, dass sie durchsichtig sind, hitzebeständig bis mindestens 100 °C sowie universal, chemisch beständig sind. Sie besitzen meist Wandstärken von 1-2 mm und werden im chemischen Labor vorzugsweise für den Anschluss von Thermostaten, sowie jegliche Art von Wasserkühlern genutzt.



Abb. 21: Wasserschlauch

Vakuumschläuche



Abb. 22: Vakuumschlauch

Vakuumschläuche werden im chemischen Labor für jegliche Anwendungen genutzt in denen ein Vakuum gezogen wird. Das betrifft in den meisten Fällen die Vakuumfiltration mittels Saugflasche und Filternutsche bzw. Fritte. Sie bestehen häufig aus Naturkautschuk (NR: natural rubber) und besitzen in der Regel eine Wandstärke von 4 mm. Naturkautschuk findet in diesen Schläuchen Anwendung, da dieser gegenüber synthetisch hergestellten Kautschuk höhere Verschleißfestigkeit, Alters und Witterungsbeständigkeit besitzt, jedoch wird dieser im Gegensatz zu Kunststoffen wie Silikon mit der Zeit brüchig.

Tipp:

Wenn Schläuche an den Enden sehr abgenutzt oder brüchig aussehen, müssen diese nicht entsorgt, sondern lediglich das Ende mit einer (Universal)-Schere abgeschnitten werden.

2.5.1 Oliven

Schlaucholiven sind Übergangsstücke für Schläuche. Sie können aus Glas, Metall oder Kunststoff sein und sind meist als Anschlussstück für den Schlauch an eine Apparatur wiederzufinden oder als Übergangsstück um zwei Schläuche gleichen oder unterschiedlichen Durchmessers miteinander zu verbinden.



Abb. 23: Olive

2.6 Filter

Filterpapier

Filterpapier besteht meist aus verschiedenen Faserschichten wie Baumwolle, Cellulose oder Glas. Diese Schichten halten je nach Güteklasse die Feststoffteilchen bis zu einem bestimmten Partikeldurchmesser an der Oberfläche und im Innern des Filters zurück. Als Filterpapiere kommen im Regelfall Papierfilter (Rund- oder Faltenfilter) zum Einsatz. Diese sind für die Filtration von verdünnten Säuren, Laugen oder anderen Lösungsmitteln in den meisten Fällen ausreichend. Es gibt jedoch auch weitere Filterpapiere wie Normalpapiere, Hartfilter oder aschefreie Filter, welche speziellere Anwendungen ausgelegt sind.

Güteklassen für qualitatives Filterpapier aus Cellulose (Rundfilter):

- **GK1 [11 µm]:**
Mittleres Partikelrückhaltevermögen (Retention) und Fließgeschwindigkeit für Routinelaborarbeiten
- **GK2 [8 µm]:**
Mehr Rückhaltevermögen als GK1, aber mit geringerer Fließgeschwindigkeit
- **GK3 [6 µm]:**
Dickes Papier mit hoher Belastbarkeit, welches sich besonders für den BÜCHNER-Trichter eignet
- **GK4 [20 – 25 µm]:**
Hohe Durchflussgeschwindigkeit für größere Partikel und gelartige Niederschläge
- **GK5 [2,5 µm]:**
wirkungsvollstes, quantitatives Papier für kleinste Partikel
- **GK6 [3 µm]:** doppelt so schnell wie GK5, aber geringfügig schlechterer Partikelrückhalt

Fritte

Eine Fritte ist ein Filter aus Glas oder Keramik, welcher zum Filtern von feinen Partikeln genutzt wird. Das entsprechende Glas bzw. die Keramik ist dabei so porös, dass sie ähnlich einem sehr feinen Sieb wirken. Typische Fritten lassen sich mit ISO P500, P100, P40 und P1,6 bezeichnen.

Filternutsche alias Büchner-Trichter

Die Filternutsche, auch BÜCHNER-Trichter genannt, ist ein mechanischer Filter zur Trennung von Suspensionen. Sie wird zusammen mit einer Saugflasche zur Saugfiltration genutzt. Hierbei ist es nötig ein entsprechendes Filterpapier zurecht zuschneiden und in den Trichter einzulegen. Nach der Filtration kann dann das Filterpapier zusammen mit dem Filterkuchen wieder entnommen werden.

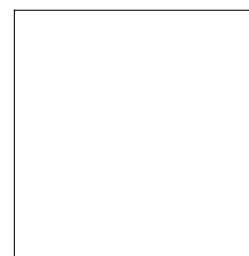


Abb. 24: Nutsche

Tipp:

Um zu prüfen, ob an der aufgebauten Saugfiltration der benötigte Unterdruck anliegt, kann ein Stück bedeckendes Papier über den Trichter gelegt werden. Liegt ein ausreichender Unterdruck an, verformt sich das Papier.

Watte oder Glaswolle

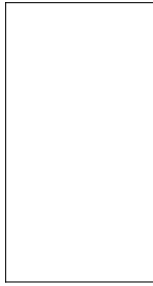


Abb. 25: Watte

Sollen lediglich geringe Mengen an Feststoff oder Niederschlägen von einer Lösung grob getrennt werden, so ist es möglich statt Filterpapier auch Watte in einem Trichter zu nutzen. Gerade im organisch-chemischen Labor kommt es dazu, dass geringe Feststoffabfälle vom zu entsorgenden Lösemittel getrennt werden, um die allgemeine Entsorgung zu vereinfachen. Glaswolle ist handelsüblicher Watte dann vorzuziehen, sobald zusätzliche thermische oder chemische Beständigkeit gefragt ist.

2.7 Waschflaschen

Waschflaschen sind Laborgeräte, welche zum Einsatz kommen sobald ein Gasstrom in die Apparatur hinein oder aus der Apparatur heraus benötigt wird. Sie werden zwischen Pumpe und der eigentlichen Apparatur geschaltet.

Wie der Name schon vermuten lässt werden in diesen Flaschen Gase gewaschen. Dies erfolgt in der Regel mit einem Lösungsmittel innerhalb der Waschflasche durch die das Gas mittels Tauchrohr geführt wird.

Aber auch bei der Vakuumfiltration werden Waschflaschen eingesetzt. Hierbei wird die jeweilige Waschflasche so zwischen Pumpe und Filtration geschaltet, dass im äußersten Fall kein Filtrat in die Pumpe gelangt, sondern vorerst in der Waschflasche aufgefangen wird.

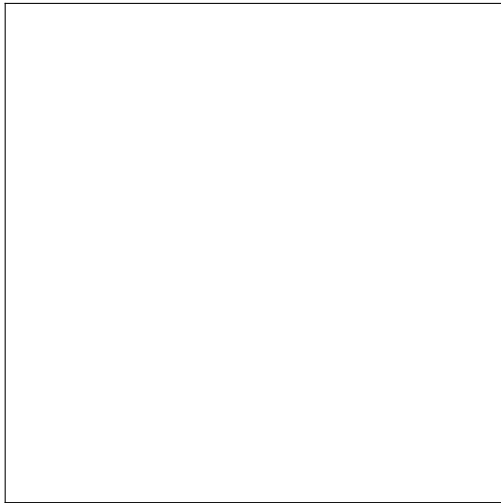


Abb. 26: Waschflasche (Gas einleiten)

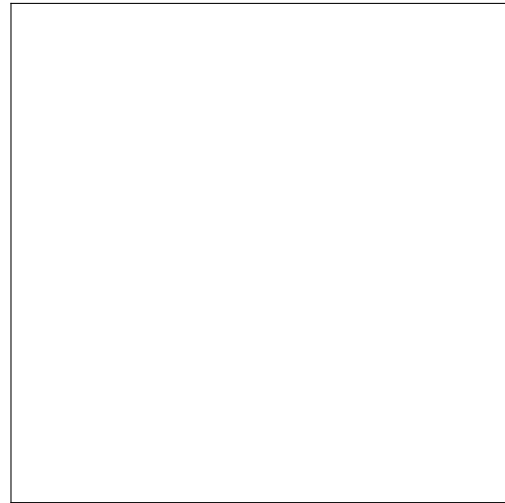


Abb. 27: Waschflasche (Gas absaugen)

2.8 Rührer

Magnetrührwerk

Magnetrührer sind elektrische Geräte, welche oft in Kombination mit Heizplatten versehen sind. Sie werden im chemischen Labor zum Rühren von wässrigen Lösungen und Suspensionen verwendet indem ein sich ein sogenannter *Rührfisch* als Dauermagnet in einem sich rotierenden Magnetfeld dreht. Die Rührgeschwindigkeit lässt sich über die Rotationsgeschwindigkeit des Magnetfeldes regeln.

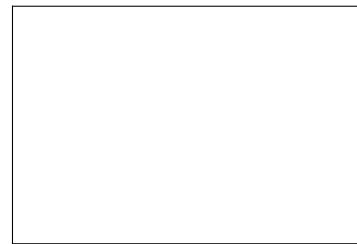


Abb. 28: Magnetrührwerk

Der *Rührfisch* ist meist mit Kunststoff oder Glas umschlossen, um ihn chemisch inert zu machen und die Reibung zu vermindern. Zusätzlich gibt es sie je nach Anwendung in verschiedenen Größen und Formen.

Laborrührer

Laborrührer sind ebenfalls elektrische Geräte im Labor, welche jedoch vermehrt im verfahrenstechnischen Labor als im chemischen Labor genutzt werden. Sie erfüllen dort im Labormaßstab die Grundoperationen des LöSENS, Homogenisierens, Suspendierens oder Begasens. Aber auch für hochviskose Stoffe im chemischen Labor eignet sich ein solcher Rührer.

Der Rührantrieb selbst ist mit einer Einspannvorrichtung, ähnlich einer Bohrmaschine, versehen. In dieser kann eine Rührwelle mit Rührblatt eingesetzt werden.



Abb. 29: Laborrührer

Rührertypen

Je nach Anwendung gibt es verschiedene Rührertypen um unterschiedliche zu erfüllen.

Im chemischen Labor kommen am häufigsten als zylindrische oder ovale Dauermagneten in Form von Rührfischen vor. Dabei werden zylindrische Rührfische hauptsächlich für flache Gefäße, wie Bechergläser oder Erlenmeyerkolben genutzt, während ovale Rührfische vorwiegend für Rundkolben genutzt werden. Es dennoch weitere Rührfischtypen, welche für spezielle Anwendungen ausgelegt sind, wie beispielsweise ein Kreuzrührfisch.

Im Verfahrenstechnischen Labor finden sich im Vergleich noch einmal deutlich mehr Rührertypen, da diese auch verfahrenstechnische Aufgaben, wie das Suspendieren oder Homogenisieren zu erfüllen haben. Diese werden im Gegensatz zu Rührfischen mit Laborrührer, statt mit Magnetrührern in Rotation versetzt. Typische Rührertypen mit ihrer Förderrichtung und deren Anwendungszwecke finden sich in der folgenden Übersicht:

Tab. 2: Übersicht Rührertypen

Rührertypen	Propeller	Scheibenrührer	Schrägblattrührer	Ankerrührer	Wendelrührer
Bilder					
Förderrichtung	axial	radial	axial/radial	radial	axial
Rühraufgaben					
Homogenisieren	+	(+)	+		+
Suspendieren	+		+		
Begasen		+			
Emulgieren		+			
Wärmeübergang	+	+	+	+	+

2.9 Kühler

Dimrothkühler

Der DIMROTH-Kühler ist ein Rückflusskühler, welcher aus einem Rohr mit einer inneren Kühlspirale besteht. Vorteil des Dimrothkühler besteht darin, dass dieser eine große Kühlfläche besitzt.



Abb. 30: DIMROTH-Kühler

Liebigkühler

Der LIEBIG-Kühler ist ein Kühler bestehend aus einem Glasrohr mit Wassermantel. Er wird hauptsächlich als Kühler für Destillationsprodukte genutzt und kann auch unter Hochvakuum eingesetzt werden. Aufgrund der simplen Bauweise ist dieser Kühler zwar preiswert, leicht zu reinigen und robust, weist jedoch auch nur eine kleine Kühlfläche auf.



Abb. 31: LIEBIG-Kühler

2.10 Heiz- und Kühlelemente

Um Proben oder Lösungen in Rundkolben, Reagenzgläsern oder Bechergläsern zu erwärmen oder abzukühlen eignen sich verschiedene Mittel zur Umsetzung.

Heizbad und Eisbad

Gerade wenn es darum geht Stoffe bzw. Proben schonend zu erwärmen, ist es ratsam ein Wasser oder Ölbad zu nutzen. Oft wird das Heizbad vorgewärmt und dann auf einer Heizplatte mit Magnetrührer warmgehalten. Ein typisches Öl für ein solches Heizbad ist Silikonöl.

Tipp:

Wenn man nicht solange warten möchte bis das Wasser über eine Heizplatte anfängt zu kochen, sollte man einen handelsüblichen Wasserkocher nutzen. Diese finden sich mehrfach im Labor.

Ebenso wie das Aufheizen von Proben ist im chemischen Labor auf das Abkühlen von Proben notwendig. Hierfür wird in den meisten Fällen Eis oder auch einfach nur Leitungswasser genutzt.

Tipp:

Möchte man, dass gerade ein Eisbad effizienter kühlt sollte dem Eisbad ein paar Milliliter Wasser zugegeben werden, um die Kontaktfläche zum jeweiligen Volumengefäß zu vergrößern. Sind zusätzlich Temperaturen des Eises von 0 °C nötig, dann sollte dem Eis etwas Natriumchlorid zugegeben werden, um eine *Kältemischung* herzustellen.

Heizpilz oder Heiznetz

Heizpilze sind halbkugelförmige Heizmäntel mit eingehäkelten Heizleitern. Der Name HeizPILZ leitet sich dabei von der Marke PILZ ab. Sie werden im Regelfall zur Erwärmung des Inhaltes von Rundkolben genutzt und besitzen meist eine Stufenweise Einstellmöglichkeit der Heizleistung. Heizpilze sind für Rundkolbenvolumina von 50 mL bis 20 L verfügbar.

Wichtig:

Man sollte tunlichst vermeiden Flüssigkeiten oder Proben auf dem Heizpilz zu verschütten, um Kurzschlüsse oder Brände zu vermeiden !

Heizplatte

Heizplatte sind im chemischen Labor in Kombination mit Magnetrührern vorzufinden. Sie dienen zum direkten Erwärmen von Lösungen, Proben und Heizbad-Medien.

Gerade wenn leicht entzündliche Lösungen erhitzt werden sollen, ist jedoch von der Nutzung einer Heizplatte abzuraten ! Es sollten lieber alternative Heizelemente wie ein Heizpilz oder noch besser ein Heizbad genutzt werden.

Brenner

Der typische Laborgasbrenner auch BUNSEN-Brenner genannt, ist ein nach dem VENTURI-Prinzip selbst-Luft-ansaugender Gasbrenner, welcher im chemischen Labor zum Erhitzen von Proben oder Flüssigkeiten genutzt wird. Er sollte vorrangig dann genutzt werden, wenn keine leicht entzündlichen oder thermisch empfindlichen Stoffe genutzt werden und eine hohe Wärmebereitstellung erforderlich ist. Er in Kombination mit einem Dreifuß genutzt. Für qualitative Analysen, wie zum Beispiel der Flammfärbung oder der Boraxperle findet er ebenfalls noch Verwendung.

In Abbildung 32 ist nochmals aufgeführt, welche Flammen am Brenner je nach Gaszufuhr und vorliegen welche Temperaturzonen in der rauschenden Flamme vorhanden sind.

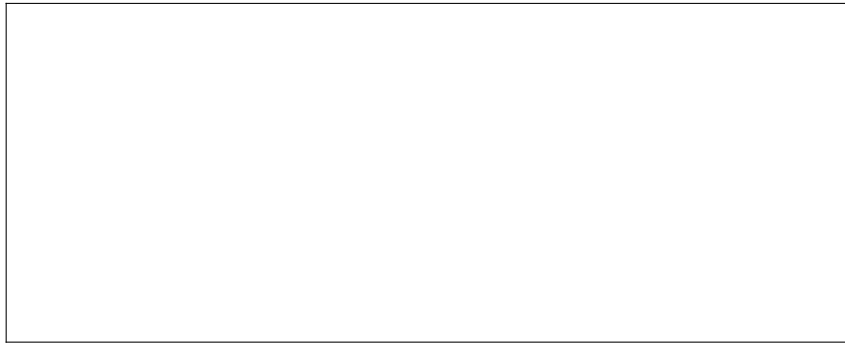


Abb. 32: Übersicht BUNSEN-Brenner

2.11 Apparaturen zum Trocknen und Brennen

Exsikkator

Der Exsikkator ist ein Laborgerät, welches zur Trocknung chemischer Feststoffe verwendet wird. Der Behälter besteht meist aus einem dickwandigen Glas und kann mit einem Deckel luftdicht verschlossen werden. Falls notwendig kann dafür zusätzlich Schliff Fett genutzt werden.

Exsikkatoren unterteilen sich zumeist in zwei Teile. In einen unteren Teil kleineren Durchmessers, um das jeweilige Trockenmittel wie zum Beispiel Calciumchlorid oder häufiger noch gefärbtes Silicagel (auch Kieselgel genannt) hineinzugeben und einen durch eine Siebplatte getrennten oberen Teil größeren Durchmessers in dem die Probe innerhalb eines Becherglases, einer Kristallisierschale oder einer Uhrglasschale hinein gestellt wird.

Prinzipiell entzieht im Exsikkator das Trockenmittel dem zu trocknenden Gut die Feuchtigkeit. Mittels Feuchtigkeitsindikator kann dann auf festgestellt werden wie stark das genutzte Trockenmittel bereits mit Wasser beladen ist.

Um Proben schneller zu trocknen, gibt es zum Teil auch Exsikkatoren, welche über einen Absperrhahn mit einer Vakuumpumpe verbunden werden können. Solche Exsikkatoren werden als *Vakuumexsikkatoren* bezeichnet. Durch das Vakuum wird die Siedetemperatur des Wassers herabgesetzt und verdampft somit schneller.

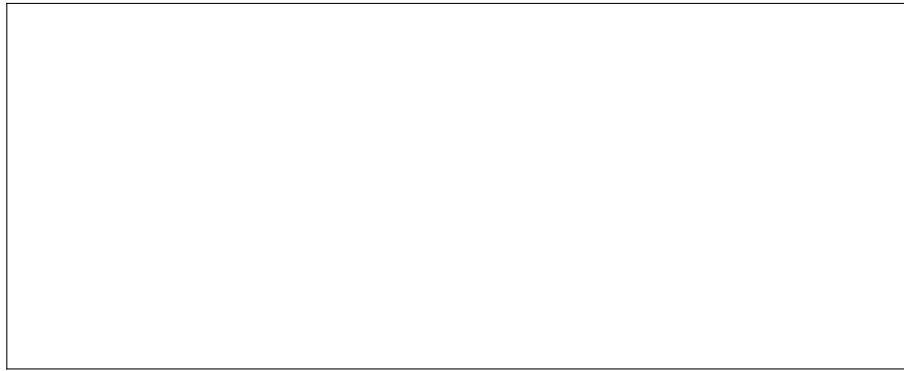


Abb. 33: Exsikkator

Trockenschrank

Mit Trockenschränken können gleichzeitig mehrere Proben unter konstanten Temperatur und Feuchtigkeitsbedingungen getrocknet werden. Meistens wird dabei die Luft im Trockenschrank selbst entfeuchtet. Temperaturen sind in der Regel von der Raumtemperatur ausgehend bis 250 °C möglich. Ausgehend von der Funktionsweise sind die meisten Trockenschränke ähnlich einem herkömmlichen Elektro-Backofen aufgebaut.

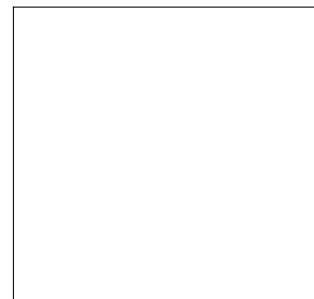


Abb. 34: Trockenschrank

Muffelofen

Der Muffelofen ist ein Ofen in dem die Kammer mit dem zu brennenden/schmelzenden Gut durch einen hitzefesten Einsatz (die Muffel) getrennt ist. Als Einsatz werden meist feuerfeste Steine, wie Schamott (45 % Al_2O_3), eingesetzt.

Im Labor werden Sie für verschiedene gravimetrische Verfahren in der Analytik genutzt oder in der Umwelttechnik und den Inertstoff- und den Kohlenstoffgehalt von Böden zu bestimmen. Aber auch für weitere Anwendungen des Schmelzens, Glühens und Veraschens können diese Öfen genutzt werden.



Abb. 35: Muffelofen

2.12 Pumpen

Pumpen werden gerade in der Verfahrenstechnik, aber auch chemischen Labor für verschiedenste Tätigkeiten benötigt. In erster Linie fällt einem dabei natürlich der Transport von Flüssigkeiten oder vielleicht auch Gasen ein. Pumpen werden aber auch genutzt um Druck in Behältern aufzubauen oder ein Vakuum zu erzeugen. Typische Anwendungen dafür sind die Filtration, das Trocknen oder auch das Destillieren.

Je nach Zweck und Ausführung eignen sich verschiedene Pumpentypen für verschiedene Anwendungen.

Tab. 3: Übersicht von Pumpen

Pumpe	selbstansaugend?	Förderleistung	Max. Druck	Vakuum	Vorteil	Nachteil	Anwendung	Bem.
Hubkolbenpumpe	Ja	verschiedene						
Kreiselpumpe/ Zentrifugalpumpe	Nein (und Ja)	Leistungsbereiche						
Flüssigkeitsringpumpe	Ja	möglich						
Schlauchpumpe								
Drehschieberpumpe								
Membranpumpe								
Wasserstrahlpumpe								

Hubkolbenpumpe

Kreiselpumpe

Wasserstrahlpumpe

Drehschieberpumpe

= Gleich Ölpumpe

Schlauchpumpe

Peristaltische Pumpe

Membranpumpe

Die Membranpumpe ist eine Sonderform

2.13 Füllkörper

- zylindrische Ringe
- RASCHIG-Ringe
- PALL-Ringe
- Sattelkörper

2.14 Zusätzlich:

Pyknometer

Beschriftung von Proben

Schliffe und Schliff fett

Ultraschallbad

Eismaschine

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

Auschütteln erklären Tipp mit gesättigter NaCl Lösung bei Organik

3.2.6 Absaugen alias Vakuumfiltrieren

3.2.7 Schmelzpunkt

3.2.8 Siedepunkt

3.2.9 Refraktometrie

3.2.10 Dünnschichtchromatographie

3.3 Gaschromatografie

3.4 Wasser entzug von organischen Lösungen mit Na₂SO₄ oder CaCl₂

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