
Tipps und Hinweise zum Praktikum

In diesem Beitrag möchten wir Sie mit einigen Tipps und Hinweisen vertraut machen, um das Praktikum besser zu absolvieren.

Die Themen sind:

1. Die Glasgeräte
2. das Filtrieren
3. das Titrieren
4. das Wiegen
5. zum Schluss

Die Glasgeräte

In diesem Praktikum werden verschiedene Glasgeräte verwendet.

Es sind Bechergläser in unterschiedlichen Größen, Erlenmeyerkolben und als wichtigste Gruppe die Geräte zur Volumenbestimmung.

In die Gruppe der Volumenmessgeräte gehören die nachfolgend behandelten Glasgeräte
Messkolben,
Vollpipette,
Messpipette,
Bürette und
Messzylinder.

In den Arbeitsvorschriften finden sie unterschiedliche Volumenangaben. Die Verwendung von Messkolben und Vollpipette wird durch eine Volumenangabe mit 2-Nachkommastellen beschrieben, z.B. 10,00 mL.

Die Verwendung von Messpipette und Messzylinder ist bei der Angabe der Volumina ohne bzw. nur mit einer Nachkommastelle erforderlich.

Die Volumenangabe „bis 80 mL auffüllen“, bedeutet, dass mit der Spritzflasche bis zur 80-mL-Marke im Becherglas aufgefüllt wird.

In diesem Praktikum sind 2 Handlungen untersagt.

1. das Trocknen von Glasgeräten mit Pressluft (ausblasen),
2. das Trocknen von Volumenmessgeräten im Trockenschrank.

Trocknen mit Pressluft:

Pressluft wird durch einen Kompressor erzeugt. Durch den Kompressor gelangt Öl in die verdichtete Luft. Dieses Öl wird zum größten Teil mit Ölabscheidern abgetrennt, doch ist immer noch Öl in der Pressluft vorhanden. Volumenmessgeräte, die durch Öl verunreinigt sind, haben keine genauen Volumina mehr und sind deshalb für die „Quantitative Analyse“ ungeeignet.

Bei unsachgemäßer Handhabung der Pressluft schießen Glasgeräte über den Tisch. Vollpipetten können an der Verdickung platzen und das abgeplatzte Glasrohr fliegt unkontrolliert durch den Praktikumsaal. Das Glasrohr ist in der Lage menschliche Körper zu verletzen bzw. zu durchdringen.

Deshalb gilt:

**Das Ausblasen von Glasgeräten ist verboten!
Zuwendungen führen zum sofortigen
Ausschluss aus dem Praktikum!**

Trocknen von Volumenmessgeräten im Trockenschrank:

Durch die Temperatur von etwas über 100°C dehnen sich die Glasgeräte aus. Beim Abkühlen ist nicht sicher, dass sich die Ausdehnung vollständig zurück bildet und das angegebene Volumen der Messgeräte wieder erhalten wird.

Hinweis:

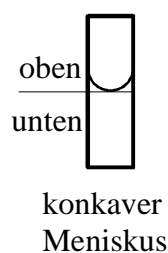
Die Steilbrustflaschen dürfen/müssen getrocknet werden!

In Steilbrustflaschen werden Maßlösungen, mit eingestelltem Titerfaktor, konzentrierte Säuren und Laugen abgefüllt.

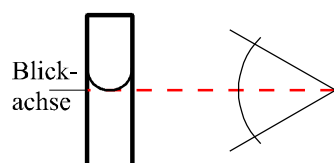
Um chemische Reaktionen bei dem Abfüllen von konzentrierten Lösungen auszuschließen, werden Steilbrustflaschen, die noch Flüssigkeit enthalten, in der Chemikalienausgabe **nicht** aufgefüllt!

Maßlösungen werden auch in nasse Steilbrustflaschen ausgegeben! Sie sind selber verantwortlich, dass die angeforderte Maßlösung auch den angegebenen Titerfaktor enthält. Lösungen, bei denen Sie den Titerfaktor selber bestimmen müssen, können selbstverständlich in nassen Steilbrustflaschen geholt werden.

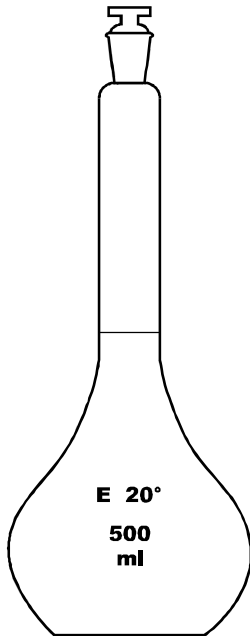
Das Ablesen des Inhalts von Volumenmessgeräten:



Wässrige Lösungen haben die Eigenschaft sich an den Glaswandungen herauf zu ziehen. Diese Eigenart ist bedingt durch die Oberflächenspannung des Wassers. Dabei bildet sich ein mehr oder weniger deutlicher Meniskus aus. Die Ausbildung des Meniskus ist Abhängig von der Reinheit der verwendeten Glasgeräte. In fettige Apparaturen wird kein Meniskus ausgebildet.



Um das Volumen richtig abzulesen wird das Volumengerät senkrecht gehalten, so dass sich die Eichmarke auf Augenhöhe befindet. Wenn der konkave Meniskus mit der Oberkante der Eichmarke abschließt, ist das Volumen korrekt eingestellt.

Messkolben:

Messkolben

Das wichtigste gläserne Arbeitsgerät ist der Messkolben. In ihm werden die Probenlösungen angefordert.

Weiter werden Messkolben für Eichreihen und auch Verdünnungsreihen benötigt.

Sehr interessant zu beobachten ist das Füllen der Messkolben.

Meistens steht der Messkolben auf dem Tisch, die Studierenden stehen in schräger gebückter Haltung vor dem Kolben und versucht den Flüssigkeitsstand auf die Eichmarke einzustellen.

Die zweite Beobachtung ist, dass die Studenten in der Hocke vor dem Tisch sitzen und den Kolben füllen.

Die letzte Beobachtung ist das Sitzen auf einem der Hocker und in vorgebeugter Haltung das Füllen des Kolbens.

Die beste Möglichkeit um den Messkolben zu füllen soll Ihnen aufgezeigt werden.

Sie nehmen den Messkolben in Ihre Hand und füllen den Kolben bis kurz unterhalb des Kolbenhalses mit Wasser auf. Nach dem die Spritzflasche wieder ihre ursprüngliche Form erhalten hat, heben Sie den Kolben an, bis die Eichmarke direkt vor Ihren Augen ist. Jetzt wird die Spritzflasche langsam zusammen gedrückt, bis der Flüssigkeitsspiegel die Eichmarke erreicht hat. Dabei läuft das Wasser langsam an der Innenseite des Kolbenhalses in den Kolben.

Vollpipette:

Die Vollpipette ist neben dem Messkolben das am meisten benutzte Arbeitsgerät.

Alle zu bestimmenden Lösungen werden durch pipettieren mit Vollpipetten hergestellt. Deshalb ist dieses Glasgerät mit Umsicht zu behandeln.

Vollpipetten sind auf Auslauf geeichte Messgeräte.

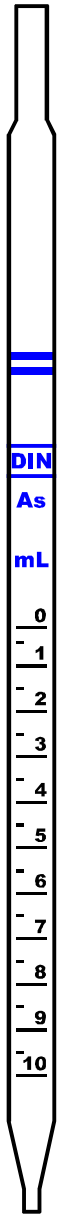
Ein viel beobachteter Fehler ist das Halten der Vollpipette an der Auswölbung (Bauch). Die Form an dieser Stelle verführt natürlich dazu, sie liegt gut in der Hand, da es nicht so dünn wie die Glasrohre darunter und darüber ist. Nur durch die Wärme der Hand dehnt sich der Glaskörper aus und das pipettierte Volumen stimmt nicht mehr.

Wie wird mit der Vollpipette gearbeitet?

Die Vollpipette wird zum Reinigen mit destilliertem Wasser (VE-Wasser) gespült. An einem Handtuch wird das an der Außenwandung haftende Wasser vorsichtig abgewischt. Durch vorsichtiges Ausschlagen der Pipette wird das Restwasser in der Pipette entfernt.

Mit dem Peleusball wird die Probenlösung bis zur Hälfte des Pipettenkörpers angesaugt. Durch Hoch- und Herunterbewegung der Pipette werden der Glaskörper und das obere Glasrohr gespült. Die Lösung wird verworfen.

Die Messlösung wird nun angesaugt. Dabei sollte sie über die Eichmarke hinausgesaugt werden. Durch langsames Herablassen des Flüssigkeitsspiegels wird das genaue Volumen eingestellt. Die Vollpipette wird in das vorgesehene Gefäß, meistens der Erlenmeyerkolben, entleert. Dazu wird die Pipette senkrecht an die schräg gehaltene Gefäßwandung gehalten. Nach der auf der Pipette angegebenen Wartezeit ist das gewünschte Volumen abgelaufen.

Messpipette:

Die Messpipetten sind ebenfalls wie die Vollpipetten auf Auslauf geeichte Volumenmessgeräte. Da ihre Genauigkeit nicht so hoch ist wie bei den Vollpipetten, werden sie **nicht** zum Herstellen von Messlösungen verwendet.

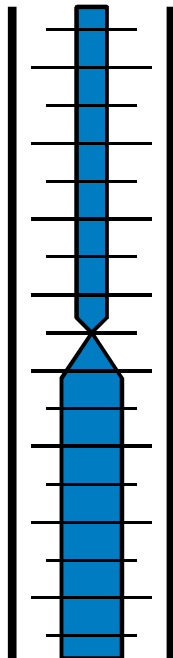
Messpipette

Bürette

Das Messgerät für die volumetrischen Bestimmungen ist die Bürette.

Büretten müssen fettfrei sein und einen unbeschädigten Bürettenhahn besitzen.

Die Bürette wird bei gefärbten Reagenzlösungen an dem unteren Meniskus abgelesen.

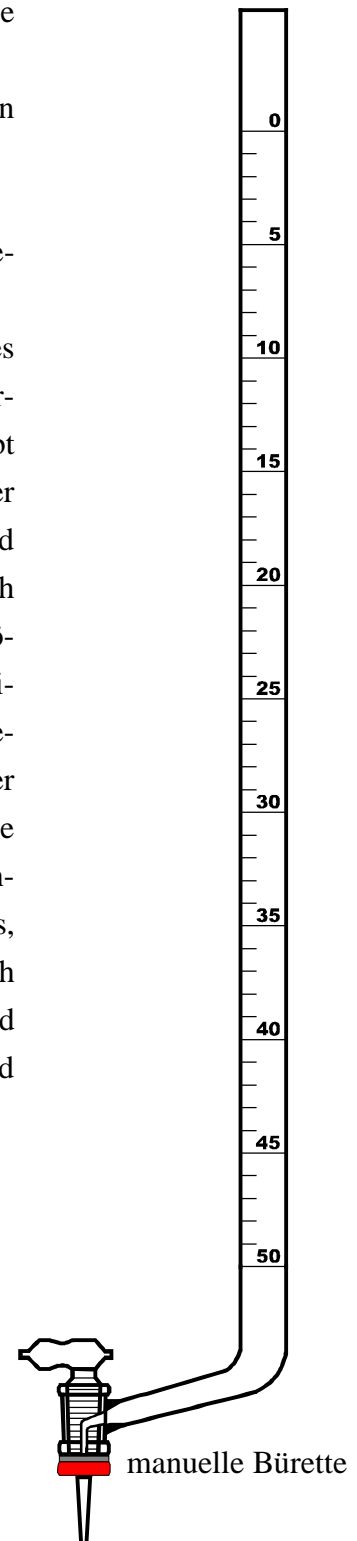


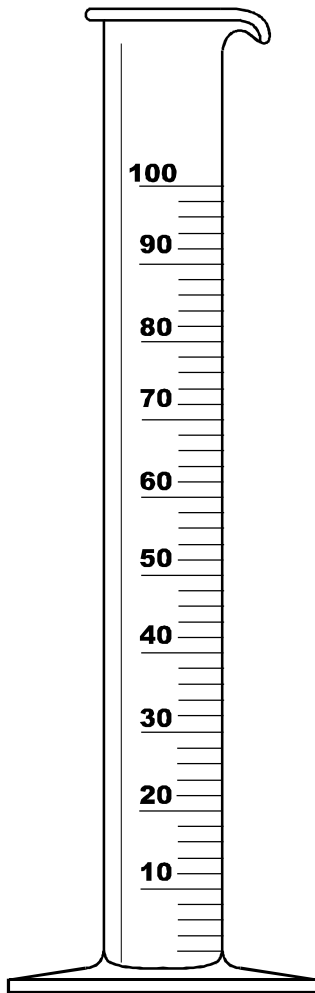
Schellbach-Streifen

auch der Verbrauch abgelesen.

Für klare Reagenzlösungen gibt es eine spezielle Lösung. Der Hintergrund der Bürette ist weiß eingefärbt und darauf befindet sich ein blauer Farbstreifen. Dieser Streifen wird Schellbach-Streifen genannt. Durch die optischen Eigenschaften von Lösungen erscheint der Schellbach-Streifen in der Flüssigkeit breiter. Im Bereich des Meniskus verjüngt sich der Schellbach-Streifen. Der obere wie auch der untere Teil des Schellbach-Streifen bilden jeweils eine Spitze aus, die auf einander stehen. Es bildet sich eine Taille aus. An dieser Stelle wird die Bürette auf „Null“ eingestellt und

Bei fettigen Büretten bildet sich keine Taille.



Messzylinder:

Messzylinder

Das letzte im Praktikum verwendete Volumenmessgerät ist der Messzylinder.

Messzylinder erlauben es beliebige Volumina abzumessen. Durch den relativ großen Ablesedurchmesser kann ein Messzylinder nicht als geeichtes Volumenmessgerät bezeichnet werden. Bei den meisten Messzylindern muss mit einem Messfehler von 1% gerechnet werden.

Das Filtrieren

Bei verschiedenen Versuchen müssen Feststoffe abfiltriert werden.

Der Erfolg des Filtrierens hängt von dem verwendeten Filter und von dem Einlegen des Filters in den Analysentrichter ab.

In der „Quantitativen Analyse“ werden Rundfilter (Analysefilter) verwendet. In der „Qualitativen Analyse“ sind es vorwiegend Faltenfilter.

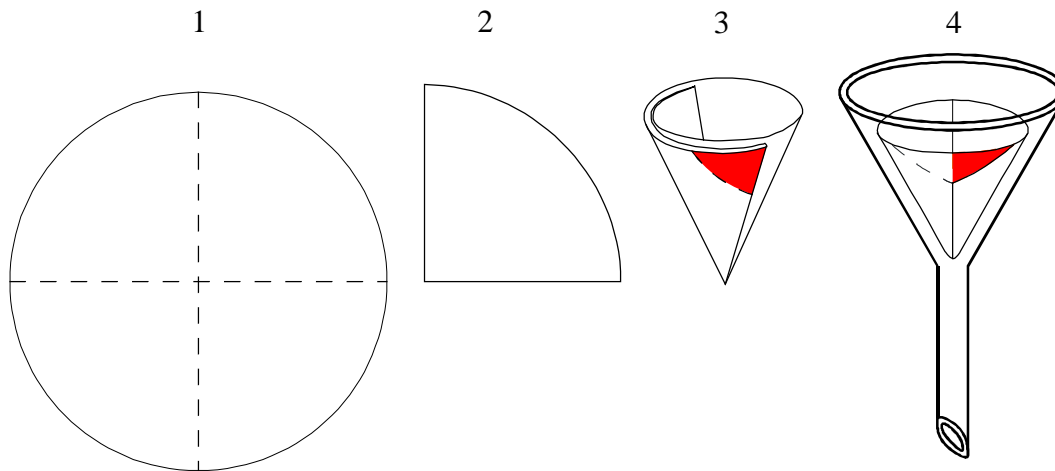
Für die unterschiedlichen Niederschläge werden verschiedene Filtermaterialien verwendet. Verwendung finden je nach Konsistenz unterschiedliche **quantitative** Filter:

- feinkristalliner Niederschlag - feinporige Filter (Weißband)
- mittelkristalliner Niederschlag - mittlere Porengröße (Blauband)
- grobkristalliner Niederschlag - grobporige Filter (Schwarzband)
- Hydrolsenniederschlag - grobporige Filter (Schwarzband).

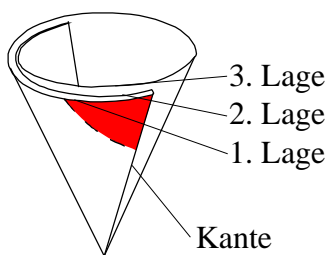
Unabhängig von der Wahl des Filters kann es durch das falsche Einlegen des Filters in den Trichter zu gravierenden Zeitverzögerungen kommen.

Wie wird der Filter eingelegt?

Wird der Rundfilter aus der Verpackung genommen, werden Sie feststellen, dass der Filter an Rand leicht gebogen ist. Diese Form des Filters entsteht bei dem Schneiden des Filterpapiers durch Schneidpressen. Bevor die Filter geschnitten werden, sind sie so gestapelt worden, dass die optimale Oberfläche für den Filtriervorgang oben liegt. Deshalb sind Ränder von der optimalen Oberfläche aus betrachtet nach unten gebogen.



Wenn Sie den Filter in der richtigen Position haben, wird der Filter durch falten halbiert (1). Nach dem der Filter geviertelt (2) wurde, wird der Filter durch zusammen drücken der Außenseiten geöffnet (3). Auf einer Seite haben Sie eine einlagige Schicht des Filterpapiers, und auf der anderen eine dreilagige. Achten Sie darauf, dass die dreilagige Schicht zu Ihnen zeigt, da es von Vorteil für den folgenden Schritt ist.



Es bildet sich eine Kante über die Länge des Filterpapiers. Wird der Filter nun in den Analysentrichter gelegt, liegt der Filter nicht überall an der Trichterwandung an. An der, durch das Falten entstandenen, Kante wird Luft angesaugt. Dadurch wird der Filtriervorgang verlängert.

In dem die 1. Lage des Filterpapiers in Richtung der Kante eingerissen und auf die einlagige Schicht geklappt wird, wird die Möglichkeit zum Luftansaugen unterbunden. Die Schichtdicke des Filters wird von 3 Lagen, über 2 Lagen auf 1 Lage verringert. Nach dem Einlegen des Filters in den Trichter liegt der Filter überall an der Trichterwandung an (4).

Bevor gefiltert werden kann, wird das Filter angefeuchtet und nochmals an die Trichterwandung angepasst.

Das Titrieren

Eine der häufigsten Bestimmungsmethoden ist die Titration. Aus dem Inhalt eines Messkolbens lassen sich 4 Messlösungen ansetzen.

Ein Fehler der sehr oft beobachtet wird, ist das für die Bestimmung von mehreren Proben, jede Probe neu eingestellt wird. Dadurch sind die Bedingungen für die Titrationsen aber nicht mehr gleich. Dieses führt zu differierenden Ergebnissen.

Die Vorbereitungen für die titrimetrischen Bestimmungen sollen möglichst nach folgendem Muster erfolgen. Dieses Muster gilt nur für Messlösungen, die durch pipettieren von Probenlösungen hergestellt werden.

1. In die Erlenmeyerkolben werden jeweils 20,00 mL Probenlösung pipettiert. Danach werden 100 mL destilliertes Wasser zugegeben.
2. Zu jeder Lösung werden nun die gleichen Mengen an Indikator und vorgeschriebenen Reagenzien gegeben. Nun kann titriert werden.
3. Die erste Titration wird zur Bestimmung der Größenordnung benutzt. Dazu wird der Erlenkolben benutzt, in dem die erste Probenlösung pipettiert wurde. Das Messergebnis wird in der Regel bei der Berechnung nicht berücksichtigt.
4. Die weiteren Titrationsen gehen schneller, da die Maßlösung bis ca. 5 mL vor dem ermittelten Äquivalenzpunkt schnell zugegeben wird. Danach langsam bis zum Äquivalenzpunkt titrieren.

Eine andere Vorgehensweise ist bei Messlösungen notwendig, die einen eingestellten pH-Wert benötigen.

Der erste Schritt ist derselbe wie vorstehend beschrieben.

2. Zu der ersten Lösung wird langsam und unter ständiger Kontrolle Natronlauge gegeben, bis die Lösung neutralisiert ist. Der Verbrauch an Natronlauge wird kontrolliert und notiert. Dann kommen die vorgegebenen Reagenzien und Indikatoren hinzu. Nun kann titriert werden.
3. Die erste Titration wird zur Bestimmung der Größenordnung benutzt. Dazu wird der Erlenkolben benutzt, in dem die erste Probenlösung pipettiert wurde. Das Messergebnis wird in der Regel bei der Berechnung nicht berücksichtigt.
4. Die weiteren Erlenmeyerkolben werden mit der notierten Menge an Natronlauge versetzt.

5. Die Maßlösung bis ca. 5 mL vor dem ermittelten Äquivalenzpunkt zugeben.
6. Dann kommen ebenfalls die vorgegebenen Reagenzien und Indikatoren hinzu.
7. Mit der Maßlösung langsam bis zum Äquivalenzpunkt titrieren..

Das Wiegen

Das Einwiegen von Feststoffen hat sich gegenüber den letzten Jahren vereinfacht. Bisher wurden die Substitutionswaagen verwendet. Heute werden digitale Analysenwaagen benutzt. Die Waagen haben einen Ablesebereich von 4 Stellen nach dem Komma. Es lassen sich Differenzen von 0,1 mg ablesen.

Der Vorteil dieser Waagen besteht darin, dass durch ein Tastendruck das Leergewicht des Wägegefäßes auf „Null“ gesetzt werden kann. Somit lässt sich die eingewogene Masse des Wägegutes gut ablesen.

Und trotzdem werden hier gravierende Fehler gemacht!

Nach dem Einschalten der Waage wird des Wägeschiffchen auf den Wägeteller gelegt und die Tür an der Waage geschlossen. Die Waage wird durch betätigen der Tara-Taste auf „Null“ gestellt. Dann wird das Wägegut in das Wägeschiffchen gebracht. Nach Schließen der Tür an der Waage wird das Gewicht abgelesen und notiert.

Die Waage nicht ausschalten oder auf „Null“ stellen.

Der Inhalt des Wägeschiffchens wird in den Erlenmeyerkolben geschüttet, gegebenenfalls noch vorsichtig an das Wägeschiffchen klopfen. Das Wägeschiffchen auf die Waage zurücklegen. Die Tür der Waage schließen und das Gewicht kontrollieren. Ist das Gewicht des Wägeschiffchens „Null“ wurde das gesamte Wägegut in den Erlenmeyerkolben überführt. Wird ein Wert angezeigt, ist dieser von der eingewogenen Masse abzuziehen. Erst jetzt ist die richtige Masse des Wägegutes ermittelt.

Das Wägeschiffchen wird nicht gereinigt und auch nicht auf wieder auf Tara gestellt. Es wird die nächste Masse des Wägegutes eingefüllt und wie oben behandelt.

Nach dem Wiegen wird die Waage wieder auf „Null“ gestellt und dann ausgeschaltet.

Zum Schluss

Am Ende der Tipps und Hinweise sollen noch einige Angaben folgen, die im Praktikum von großem Nutzen sind.

Konzentration der ausgegebenen Säuren und Laugen:

Name	Gehalt %	Mol
Salzsäure, konz.	37%	12
Salpetersäure, konz.	65 %	14
Schwefelsäure, konz.	96 %	18
Ammoniak, konz	25 %	13

Molgewichte einiger chemischer Substanzen

Natriumhydroxid	39,997 [g·mol ⁻¹] ~ 40 [g·mol ⁻¹]
Oxalsäure, wasserfrei	90,036 [g·mol ⁻¹]
Natriumcarbonat	105,99 [g·mol ⁻¹]
Kaliumdichromat	294,19 [g·mol ⁻¹]

Mischungsrechnen

Sehr häufig sind in der Chemie Lösungen zu erstellen, die aus konzentrierten Lösungen oder Salzen zu erstellen sind.

In den Vorlesungen und Übungen werden die genauen Berechnungsgrundlagen vorgestellt.

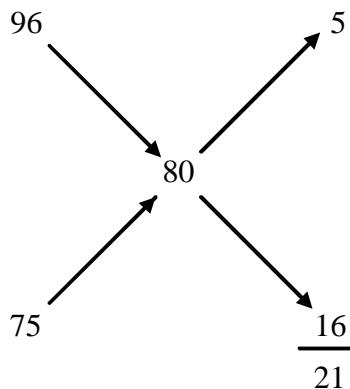
Neben diesen Berechnungen gibt es die etwas einfachere **Kreuzregel**.

Zur Berechnung der Mengenverhältnisse, in denen man zwei Lösungen desselben Stoffes von gegebenen Konzentration (a) oder eine Lösung mit reinem Lösungsmittel (b)

mischen muss, um eine Lösung der gewünschten Konzentration zu erhalten, kann man folgendes einfache Schema benutzen.

Beispiel a:

Aus einer Lösung von 96% und von 75% Gehalt soll eine Lösung von 80% Gehalt hergestellt werden.

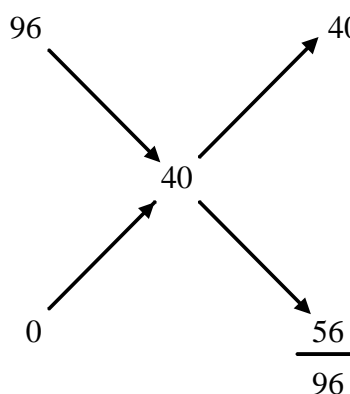


Ergebnis:

5 Teile 96%ige Lösung sind mit 16 Teilen 75%iger Lösung zu mischen.

Beispiel b:

Eine Lösung von 96% Gehalt soll mit reinem Lösungsmittel (0% Gehalt) so gemischt werden um eine Lösung mit 40% Gehalt zu erhalten.



Ergebnis:

40 Teile 96%ige Lösung sind mit 56 Teilen Lösungsmittel zu mischen.

Der Begriff „Teile“ bedeutet hierbei **Gewichtsteile**, wenn der Gehalt der Lösung in **Gewichtsprozent** oder in mol/kg angegeben ist. Dagegen bedeuten sie **Raumteile**, wenn die Zusammensetzung auf das Volumen bezogen ist (Normalität, Molarität, Vol.%) und beim Mischen kein Volumeneffekt eintritt.