

---

# Materialien

---

Nr. 33

Handbuch der Laborpraxis

für

Ver- und Entsorgerinnen/

Ver- und Entsorger

1. und 2. Ausbildungsjahr

---

Essen 1996

---

Dieses Handbuch wurde von einer Arbeitsgemeinschaft unter Mitwirkung folgender Autoren/Autorin verfaßt:

Michael Aldick,	Essen
Hartmut Böing,	Dinslaken
Ulrich Eckhoff,	Schwelm
Wolfgang Köhler,	Niederaula
Achim Nicolaus,	Brüggen
Gerd Plum,	Kaarst
Wilfried Roche,	Mönchengladbach
Dr. Claus Henning Rolfs,	Düsseldorf
Ingrid Roski-Meier,	Köln
Alfred Stozek,	Essen

## IMPRESSUM

Herausgegeben vom  
Landesumweltamt Nordrhein-Westfalen  
Wallneyerstraße 6 • 45133 Essen • Telefon (0201)7995 - 0

Redaktion:  
Dipl.- Biol. Elmar Feldmann, Landesumweltamt NRW  
Dipl.- Ing. Martina Winkel, Landesumweltamt NRW  
ISSN: 0947 - 5206

### Hinweis:

Das Landesumweltamt NRW hat bei der Erstellung dieses Handbuches größtmögliche Sorgfalt walten lassen. Für die Richtigkeit und die Vollständigkeit der Angaben, insbesondere auch der Literaturhinweise, sind die Verfasser und die Verfasserin verantwortlich. Für die Beachtung privater Rechte Dritter übernimmt das Landesumweltamt NRW keine Gewähr.

Nachdruck - auch auszugsweise - ist nur mit Genehmigung des Herausgebers unter Quellenangabe und Überfassung von Belegexemplaren gestattet.  
Gedruckt auf 100 % Altpapier ohne Chlorbleiche

38008  
Landesumweltamt  
Nordrhein-Westfalen  
Bibliothek  
UM 35  
00006-33

## Vorwort

Die Ausbildung zum Ver- und Entsorger/zur Ver- und Entsorgerin wird seit 1984 erfolgreich durchgeführt. 1987 hatte das Landesumweltamt NRW (das vormalige Landesamt für Wasser und Abfall NRW) ein Handbuch für die betriebliche Ausbildung für Ver- und Entsorger/Ver- und Entsorgerinnen für den Bereich Werkstoffbearbeitung herausgegeben. Ein vergleichbares Buch für den Bereich der Laborausbildung fehlte bislang.

Das vorliegende Handbuch wurde von einer Arbeitsgemeinschaft verfaßt. Mit diesem Handbuch liegt nun ein Leitfaden zur Gestaltung der betrieblichen Ausbildung im Bereich Labor für das erste und zweite Ausbildungsjahr vor. Die einzelnen Kapitel enthalten in erster Linie speziell für den Ausbildungsberuf Ver- und Entsorger/Ver- und Entsorgerin ausgearbeitete Übungen und Versuche, mit denen die nach Ausbildungsrahmenplan zu erlangenden Fertigkeiten vermittelt werden können. Auf die Darstellung des theoretischen Hintergrundwissens wird im Handbuch verzichtet. Die in diesem Handbuch vorgestellten Übungen ermöglichen es, den Mindestumfang der in den ersten beiden Jahren der Ver- und Entsorgerausbildung zu erlangenden Fertigkeiten zu vermitteln. Prüfungen im Bereich „Durchführen analytischer Arbeiten“ werden sich an diesen Übungen orientieren.

Die Autorin und die Autoren sind mit der Ausbildung von Ver- und Entsorgern/Ver- und Entsorgerinnen betraut. Durch sie sind sowohl die drei Fachrichtungen Wasserversorgung, Abwasser und Abfall als auch die unterschiedlichen Institutionen der Ausbildung, Ausbildungsbetriebe, Berufsschule, überbetriebliche Ausbildungsstätte und Bildungsträger von Umschulungsmaßnahmen vertreten. Ich verbinde mit der Herausgabe dieses neuen, praxisorientierten Laborhandbuches die Erwartung, daß es sich für diesen Ausbildungsberuf als gute Wissensgrundlage sowie Übungs- und Versuchsanleitung erweist.

Essen, im September 1996



Dr. Harald Irmer  
Präsident des  
Landesumweltamtes NRW

## Inhaltsverzeichnis

1	Arbeitssicherheit und Unfallverhütung im Labor .....	9
1.1	Sicherheitsratschläge .....	9
1.2	Umgang mit Gefahrstoffen .....	11
1.3	Umgang mit Gasen .....	16
1.3.1	Giftige Gase .....	18
1.3.2	Arbeiten mit Gasen .....	19
1.4	Gefährliche Abfälle .....	20
1.5	Brandschutz und Verhalten im Brandfall .....	23
1.6	Erste Hilfe .....	24
1.7	Versuche zum Umgang mit Gefahrstoffen .....	25
1.7.1	Allgemeine Hinweise zu den Versuchen .....	25
1.7.2	Fragen zur Arbeitssicherheit .....	26
1.7.3	Herstellen einer Eisen- und Aluminiumsalzlösung .....	27
1.7.4	Herstellen von Laugen .....	28
1.7.5	Planung und Durchführung von Fällungsreaktionen .....	29
1.7.6	Planung und Durchführung einer Neutralisation .....	32
2	Laborgeräte .....	35
2.1	Materialien .....	35
2.1.1	Glas .....	35
2.1.2	Kunststoff .....	36
2.1.3	Porzellan .....	38
2.2	Allgemeine Hinweise zu Volumenmeßgeräten .....	39
2.3	Alphabetisches Verzeichnis der Laborgeräte .....	42
2.4	Reinigung von Laborgeräten .....	75
2.4.1	Reinigen von Glasgeräten .....	75
2.4.2	Reinigen von Kunststoffgeräten .....	76
2.4.3	Besondere Reinigungsprobleme .....	76
3	Versuche zur Messung physikalischer Größen .....	79
3.1	Bestimmung der Temperatur .....	79
3.1.1	Temperaturschichtung in Luft und Wasser .....	79
3.1.2	Aufheizkurve .....	80
3.1.3	Endo- und exotherme Lösevorgänge .....	81
3.2	Bestimmung der Masse .....	83
3.2.1	Flächenbestimmung durch Wägung .....	83
3.2.2	Einflüsse auf die Wägenauigkeit .....	85

3.3	Volumenmessung .....	87
3.4	Bestimmung der Dichte.....	89
3.4.1	Dichtebestimmung durch Volumen- und Massemessung.....	90
3.4.2	Dichtebestimmung durch Wägung eines Volumens .....	91
3.4.3	Dichtebestimmung mit dem Aräometer.....	92
3.4.4	Bestimmung des Massenanteils $w(\text{Salz})$ einer Salzlösung.....	94
3.5	Bestimmung des pH-Wertes .....	96
3.5.1	Versuche zur pH-Messung .....	96
3.5.2	Versuch zur Überprüfung einer pH-Elektrode.....	98
3.6	Bestimmung der Leitfähigkeit.....	100
3.7	Bestimmung der Löslichkeit verschiedener Salze in Abhängig- keit von der Temperatur.....	102
4	Herstellen von Lösungen .....	105
4.1	Herstellen von Lösungen mit bestimmtem Massenanteil.....	109
4.2	Mischen von Lösungen mit bekannten Massenanteilen an Natriumchlorid und anschließender Gehaltsbestimmung .....	110
4.3	Herstellung einer Schwefelsäure-Lösung .....	111
4.4	Herstellung einer Salzsäure mit bekannter Stoffmengen- konzentration .....	112
4.5	Herstellung einer Natronlauge-Maßlösung .....	113
5	Trennen von Mischungen .....	115
5.1	Trocknen.....	115
5.2	Dekantieren.....	117
5.3	Fällen .....	117
5.4	Filtrieren .....	118
5.4.1	Filtermittel .....	118
5.4.2	Filtrationsmethoden .....	119
5.5	Versuche zur Trennung von Mischungen .....	121
5.5.1	Bestimmung der Massenanteile eines Sand/Kochsalz-Gemisches .....	121
5.5.2	Filtration von Eisen(III)-hydroxid .....	123
5.5.3	Phosphatfällung und Absetzkurve .....	125
6	Gravimetrische Bestimmungen.....	127
6.1	Prinzip der Gravimetrie .....	127
6.2	Arbeitsschritte und Arbeitstechniken.....	128
6.3	Gravimetrische Bestimmungen.....	131
6.3.1	Musterprotokoll: Gravimetrische Bestimmung von Eisen.....	132
6.3.2	Gravimetrische Bestimmung von Eisen .....	134
6.3.3	Gravimetrische Bestimmung von Sulfat.....	138

7	Volumetrische Bestimmungen.....	141
7.1	Prinzip der Volumetrie.....	141
7.2	Notwendige Geräte und Chemikalien.....	143
7.2.1	Geräte.....	143
7.2.2	Maßlösung bzw. Titrationsmittel.....	143
7.2.3	Indikatoren.....	143
7.3	Durchführung von Maßanalysen.....	145
7.3.1	Vortitration.....	145
7.3.2	Haupttitrationen.....	145
7.4	Titrierübungen mit verschiedenen Indikatoren.....	146
7.5	Bestimmung des Gehaltes an Natronlauge.....	148
7.5.1	Musterprotokoll: Volumetrische Bestimmung von NaOH.....	149
7.6	Bestimmung des Gehaltes an Schwefelsäure.....	150
7.7	Bestimmung des Gehaltes an Essigsäure.....	151
8	Trennung und qualitative Nachweise von Ionen.....	153
8.1	Arbeitsweise in der qualitativen Analyse.....	154
8.2	Arbeitsmittel.....	155
8.3	Übungen zur qualitativen Analyse.....	157
8.3.1	Umgang mit Chemikalien.....	157
8.3.2	Dosierübung.....	157
8.4	Anionennachweise.....	158
8.4.1	Sulfidionen-Nachweis.....	159
8.4.2	Chloridionen-Nachweis.....	159
8.4.3	Sulfationen-Nachweis.....	160
8.4.4	Nitrationen-Nachweis.....	160
8.4.5	Carbonationen-Nachweis.....	161
8.4.6	Phosphationen-Nachweis.....	162
8.5	Nachweis von Kationen.....	163
8.5.1	Kupferionen-Nachweis.....	163
8.5.2	Eisenionen-Nachweis.....	163
8.5.3	Manganionen-Nachweis.....	164
8.5.4	Aluminiumionen-Nachweis.....	165
8.5.5	Nickelionen-Nachweis.....	165
8.5.6	Ammoniumionen-Nachweis.....	165
8.6	Sodaauszug.....	166
8.6.1	Herstellen des Sodaauszuges.....	166
8.6.2	Nachweise aus dem Sodaauszug.....	167
8.7	Versuche zur qualitativen Bestimmung unbekannter Salze.....	167

9	Mikrobiologische Arbeiten.....	169
9.1	Aufbau und Funktion eines Lichtmikroskopes .....	170
9.2	Mikroskopische Untersuchung von Mikroorganismen.....	172
9.2.1	Entnahme einer Probe für die Mikroskopie.....	172
9.2.2	Herstellung eines Präparates für die Mikroskopie.....	173
9.2.3	Betrachten der Präparate.....	175
9.3	Abschätzen der Objektgröße unter dem Mikroskop.....	176
10	Literatur.....	179
11	Bildnachweis.....	181

# 1 Arbeitssicherheit und Unfallverhütung im Labor

Die folgenden Hinweise zur Arbeitssicherheit und zum Unfallschutz finden Anwendung bei Arbeiten in Betriebslaborräumen, wo z. B. im Rahmen der analytischen Überwachung unter anderem auch mit gefährlichen Arbeitsstoffen umgegangen wird. Hierbei gilt zunächst als allgemeiner Sicherheitsratschlag:



## Sicherheitshinweis:

Sicher Arbeiten heißt: arbeiten ohne sich selbst und andere zu gefährden.

An Ihrem ersten Labortag lassen Sie sich die "Richtlinien für Laboratorien und die Laborordnung (siehe Muster Seite 10)" aushändigen. Lesen und besprechen Sie diese vor Beginn Ihrer Tätigkeiten mit Ihrer Ausbilderin oder Ihrem Ausbilder. Prägen Sie sich für Ihre Arbeit die zutreffenden Ratschläge ein, und handeln Sie danach. Besonders während Ihrer Einarbeitungszeit sollten Sie folgendes beherzigen:

- Führen Sie nur das aus, wozu Sie einen Auftrag erhalten haben,
- arbeiten Sie genau so, wie es Ihnen Ihre Vorgesetzten gesagt und gezeigt haben,
- fragen Sie Ihr Ausbildungspersonal, wenn etwas unklar ist,
- die Betriebsanweisungen für Ihren Arbeitsplatz müssen genau beachtet werden.

## 1.1 Sicherheitsratschläge

Immer wenn Laborarbeiten anstehen, sollten Sie sich selbst folgende Kontrollfragen stellen und überlegen, welche Sicherheitsvorkehrungen noch zu treffen sind:

- Welche Gebots- und Verbotsschilder sind für die Tätigkeit zu befolgen?
- Wo sind die Standorte für Feuerlöscher, Augendusche und Erste-Hilfe-Kasten?
- Wo befinden sich die Hauptabsperrvorrichtungen für Strom, Gas und Wasser?
- Mit welchen Gefahrstoffen wird umgegangen?
- Sind die Laborlüftung und die Abzüge in Betrieb oder müssen sie eingeschaltet werden?

### **Muster für eine Laborordnung:**

1. Es ist Pflicht, die Sicherheitseinrichtungen zu kennen und die Sicherheitsregeln einzuhalten.
2. Es müssen Standort und Funktionsweise der Sicherheitseinrichtungen (Stromausschalter, Feuerlöscher, Notdusche, Löschdecke und Augenwaschflasche) bekannt sein.
3. Jede Verletzung ist der Ausbildungsleitung zu melden, ggf. ist der Arzt aufzusuchen.
4. Es ist Pflicht, die zur Verfügung gestellte Schutzkleidung (Kittel, Schutzbrille etc.) zu tragen.
5. Arbeiten Sie nur dann im Labor, wenn eine zweite Person in erreichbarer Nähe ist.
6. Essen und Trinken sind im Labor untersagt.
7. Im Labor und Laborbereich ist Rauchen verboten.
8. Versuche sind nur unter Anleitung des Ausbildungspersonals gestattet.
9. Es dürfen keine Gegenstände (Geräte, Chemikalien usw.) aus dem Labor mitgenommen werden.
10. Jeder hat an seinem Platz für Ordnung und Sauberkeit zu sorgen.
11. Am Ende der täglichen Arbeitszeit sind der Laborarbeitsplatz sowie die benutzten Einrichtungen aufzuräumen und zu säubern.
12. Fachkundiges Personal darf die Laborräume nur unter Aufsicht betreten.
13. Verstöße gegen die Laborordnung gefährden die Arbeitssicherheit.

## 1.2 Umgang mit Gefahrstoffen

Die beste Vorsichtsmaßnahme beim Umgang mit Gefahrstoffen ist die gründliche Kenntnis der Stoffeigenschaften. Im Chemikaliengesetz hat der Gesetzgeber den Umgang mit Gefahrstoffen geregelt. Durch die darauf resultierende Gefahrstoffverordnung werden die Herstellerfirmen verpflichtet, ihre chemischen Produkte vorschriftsmäßig zu kennzeichnen. In der Praxis bedeutet das, daß die Etiketten von Chemikalienbehältern den aktuellen Vorgaben entsprechend bestimmte Angaben enthalten müssen, dazu zählen unter anderem die Gefahrensymbole und die dazugehörigen Gefahrenbezeichnungen.

Gefährlich im Sinne der Gefahrstoffverordnung und schädlich für die Gesundheit sind:

- giftige Stoffe
- explosionsgefährliche Stoffe
- ätzende Stoffe
- reizende Stoffe
- brandfördernde oder leicht entzündliche Stoffe

Darüber hinaus gibt es Stoffe, die auf sonstige, besondere Weise gefährliche Eigenschaften besitzen, wie z. B.:

- krebserzeugende
- fruchtschädigende
- erbgutverändernde
- sonstige chronisch schädigende
- umweltgefährdende Stoffe

Zur Kennzeichnung von Behältern mit Gefahrstoffen sind zur Zeit folgende Gefahrensymbole und Gefahrenbezeichnungen gültig:



Explosionsgefährlich



Brandfördernd



Hochentzündlich



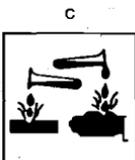
Leichtentzündlich



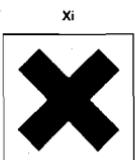
Sehr giftig



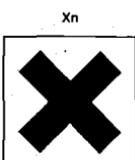
Giftig



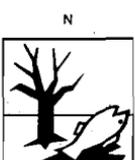
Ätzend



Reizend



Gesundheitsschädlich



Umweltgefährlich

Abb. 1: Gefahrensymbole und Gefahrenbezeichnungen

Gefahrstoffe können fest, flüssig oder gasförmig sein und wie Abbildung 2 zeigt, auf unterschiedliche Art und Weise in den menschlichen Körper gelangen:

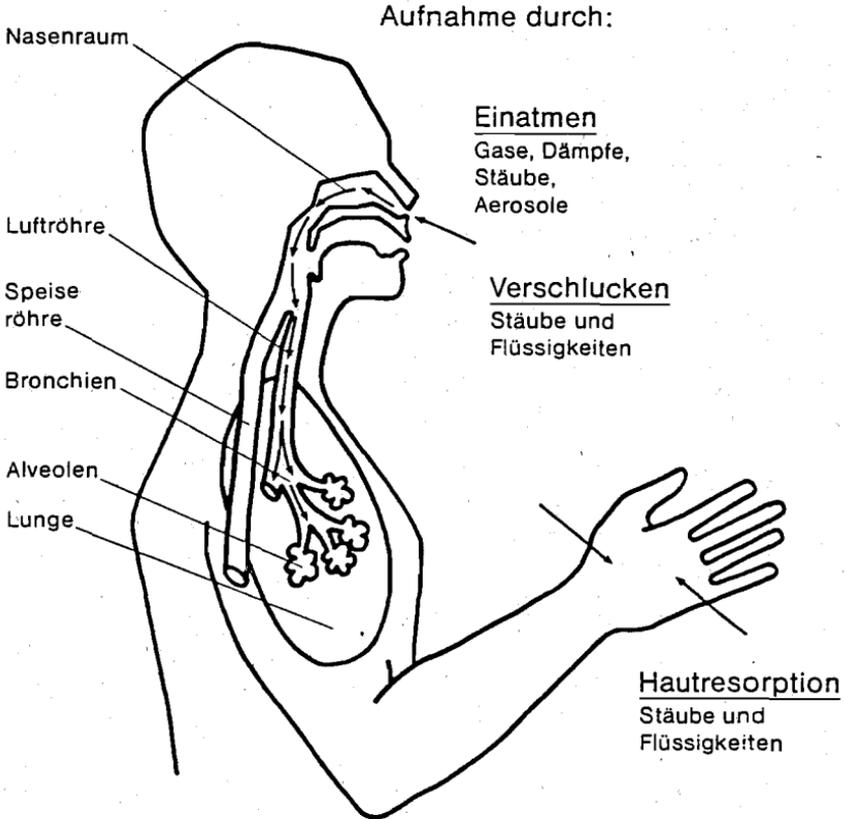


Abb. 2: Aufnahmewege von Gefahrstoffen in den menschlichen Körper

Beim Umgang mit Gefahrstoffen sind alle Sicherheitsmaßnahmen anzuwenden, die ein Einatmen, Verschlucken oder die Aufnahme durch die Haut (Hautresorption) vermindern oder verhindern. Beispielsweise kann durch das Tragen einer Staubmaske oder durch das Arbeiten im Abzug das Einatmen von Gefahrstoffen vermieden werden.

Damit Sie und andere nicht unnötig gefährdet werden, beachten Sie folgende Punkte:

- Informieren Sie sich, ob der Arbeitsstoff, mit dem Sie umgehen, gesundheitsgefährlich im Sinne der Gefahrstoffverordnung ist.
- Beachten Sie in jedem Fall beim Umgang mit Gefahrstoffen die Hinweise auf die R- und S - Sätze auf der jeweiligen Verpackung oder in den Sicherheitsdatenblättern.
- Besorgen Sie sich Ihre persönliche Schutzausrüstung; dabei sollen Schutzhandschuhe beständig gegen ätzende Stoffe und Lösemittel sein.
- Prüfen Sie, ob Ihre Schutzbrille, Gesichtsschutz noch geeignet ist (z. B. frei von Kratzern).
- Benutzen Sie für Flüssigkeiten immer Ansaughilfen (z. B. Peleusball), und prüfen Sie vorher deren Funktionsfähigkeit.
- Prüfen Sie regelmäßig die Funktionsfähigkeit der Laborabzüge und achten Sie darauf, daß Sie nur mit geschlossener Frontscheibe arbeiten.
- Verwenden Sie nur Laborgefäße.  
Lebensmittelbehälter, z.B. Saftflaschen gehören nicht ins Labor.
- Das Verdünnen konzentrierter Säuren mit Wasser und das Lösen fester Alkalihydroxide in Wasser ist wegen der dabei freiwerdenden Wärme vorsichtig durchzuführen.

- Konzentrierte Säuren sind langsam unter Rühren in Wasser einzugießen und nicht umgekehrt. Ein alter Merkspruch sagt:



**Sicherheitshinweis:**

- Erst das Wasser, dann die Säure, sonst geschieht das Ungeheure.

- Vor den Arbeitspausen reinigen Sie sich gründlich die Hände; gegebenenfalls verwenden Sie danach Desinfektionsmittel.

Wenn Sie weitere Einzelheiten wissen wollen, lassen Sie sich von Ihrem Ausbildungspersonal eine der folgenden Fachinformationsquellen geben:

"Merkblätter Gefährliche Arbeitsstoffe" (Kühn-Birett, ecomed verlagsgesellschaft) oder "Gefahrstoff Datenbank" (WEKA Verlag). Dort finden Sie bei den Gruppen- und Einzelmerkblättern umfassende Angaben für den Umgang mit Gefahrstoffen.

Zur Übung im Umgang mit Gefahrstoffen führen Sie die in Abschnitt 1.7 beschriebenen Versuche durch:

- Herstellen einer Eisen- und Aluminiumsalzlösung.
- Herstellen von Laugen.
- Fällung von Eisen- und Aluminiumionen als Hydroxid.
- Neutralisation einer Salzsäure mit Kalk.

### 1.3 Umgang mit Gasen

Der Umgang mit Gasen und das Handhaben von Gasen in Druckgasbehältern ist nur dann gegeben, wenn keine Druckgasleitungen installiert sind. Je nach Gasart sind zur Zeit für Gasleitungen folgende Kennzeichnungen (nach DIN 2403) vorgeschrieben.

Art des Gases	Kennfarbe	Zusatzfarbe	alternative Kennfarbe
brennbare Gase	Gelb		Gelb mit rot als Zusatzfarbe
nicht brennbare Gase incl. verflüssigter Gase	Gelb	Schwarz	Schwarz
Sauerstoff	Blau		
Luft	Grau		

Tab. 1: Beispiele für die Kennzeichnung nach Durchflußstoff

Brennbare Gase sind zum Beispiel: Methan, Ammoniak, Schwefelwasserstoff.  
Nicht brennbar, aber brandfördernd sind z. B.: Sauerstoff, Chlor.

Auch für die Druckgasflaschen ist entsprechend ihrem Inhalt nicht nur ein Etikett, sondern auch eine Farbkennzeichnung vorgeschrieben:

Art des Gases	Kennfarbe
Acetylen	Gelb
andere brennbare Gase	Rot
Sauerstoff	Blau
Stickstoff	Grün
andere nicht brennbare Gase	Grau

Tab. 2: Beispiele für die Kennzeichnung von Druckgasflaschen

Unabhängig vom Inhalt ist bei Druckgasflaschen wegen der von ihnen ausgehenden Gefahren folgendes zu beachten:

- Transport nur mit geschlossener Ventilkappe und Spezialkarre.
- Aufstellung der Flaschen nur mit Sicherheitskette.
- Direkte Wärmeeinwirkung, Sonneneinstrahlung vermeiden.
- Nur kurzfristige Nutzung im Labor.
- Entnahmeventile müssen der jeweiligen Gasart entsprechen: z. B.: Ventile mit Linksgewinde für brennbare Gase. Ventile mit Rechtsgewinde für nicht brennbare Gase.
- Sauerstoffarmaturen und Ventile müssen wegen der Explosionsgefahr absolut fettfrei sein.

Eine große Gefahr geht von Gasen aus, die mit Luft (Sauerstoff) explosive oder zündfähige Gemische bilden. Für jede Gasart gibt es eine definierte Explosionsgrenze und eine bestimmte Zündtemperatur. Beispielsweise ist für Methan die Zündtemperatur mit 595 °C gegeben, die Explosionsgrenzen sind mit Volumenanteilen zwischen 5 und 15 Prozent erreicht.

Diesbezüglich gefährdete Arbeitsbereiche sind durch entsprechende Warnhinweise, Gebots- und Verbotsschilder gekennzeichnet. Bevor Sie mit Druckgasen arbeiten, informiert Sie Ihr Ausbildungspersonal ausführlich über die jeweiligen Gegebenheiten.

Weitere Informationen finden Sie in folgenden Schriften:

- Richtlinien für Laboratorien (Hauptverband der gewerblichen Berufsgenossenschaften, Zentralstelle für Unfallverhütung und Arbeitsmedizin, Carl Heymanns Verlag)
- Merkblätter für den Umgang mit Gasen (M-Reihe der BG Chemie bzw. GUV)
- Sicherheit, Handbuch für das Labor (GIT - Verlag)

### 1.3.1 Giftige Gase

Besondere Vorschriften und weitere Sicherheitsmaßnahmen sind für den Umgang mit giftigen Gasen gegeben und zu beachten, unabhängig davon, ob diese aus Gasleitungen und Druckgasflaschen entnommen werden oder durch chemische Reaktionen freigesetzt werden.

Für viele giftige und/oder gesundheitsschädigende Gase existieren MAK - Werte, welche die höchstzulässige Konzentration am Arbeitsplatz bei achtstündiger Einwirkungszeit angeben. Diese Werte finden Sie in entsprechenden Tabellenwerken und Stoffdatenblättern, die ständig aktualisiert und ergänzt werden.

Werden im Labor chemische Reaktionen durchgeführt, bei denen giftige Gase entstehen, müssen diese im Abzug stattfinden.

In diesem Zusammenhang ist zu erwähnen, daß alle konzentrierten Säuren, von denen gesundheitschädigende oder giftige Gase ausgehen (zum Beispiel konz. Salzsäure oder konz. Salpetersäure), ebenfalls im Abzug aufzubewahren und zu handhaben sind.

Werden in einigen Arbeitsbereichen, z. B. bei der Chlorung der Trinkwasseraufbereitung, giftige Gase eingesetzt, müssen dort Atemschutzgeräte mit entsprechenden Filtern bereitgestellt werden.

Die Messung gefährlicher Gase im Betrieb, Labor oder Kanal kann mit entsprechenden Gasspürgeräten oder auch durch "EX-, OX-, TOX -Messung" durchgeführt werden.

(Prüfung auf EXplosivität, Sauerstoffgehalt (OXYgeniumgehalt), TOXische Gasgemische).

### 1.3.2 Arbeiten mit Gasen

Im Labor wird im allgemeinen nur Laborgas für die Gasbrenner eingesetzt, dies ist oft Erdgas (Methan), aber auch Propan und Butan sind üblich. Hierfür gelten die allgemeinen und speziellen Vorschriften für brennbare Gase.

Prüfen Sie zusammen mit Ihrem Ausbildungspersonal Gasleitungen oder -schläuche auf Dichtigkeit. Die dazu verwendete Seifenlösung schäumt auf, wenn poröse Stellen oder Undichtigkeiten vorhanden sind.



#### **Sicherheitshinweis:**

Vor dem Verlassen des Labors sind grundsätzlich alle Gasentnahmentile zu schließen.

Bevor Sie mit Druckgasen arbeiten, informiert Sie Ihr Ausbildungspersonal ausführlicher über die jeweiligen Gegebenheiten.

#### **Anmerkung:**

Auf spezielle Versuche zum Umgang mit Gasen wurde wegen der damit verbundenen Gefahren und der zu ergreifenden Sicherheitsmaßnahmen verzichtet.

## 1.4 Gefährliche Abfälle

Bei der Sammlung und Beseitigung von Laborabfällen sind folgende Vorschriften und Regeln zu beachten:

1. Glasbruch gehört nicht in Papierkörbe, sondern in einen speziell gekennzeichneten stabilen Behälter. Defekte Laborgläser, z. B. aus Duranglas sollten zur Wiederverwertung an den Hersteller zurückgegeben werden. Der Laborbedarfshändler gibt Ihnen Auskunft.
2. Andere Laborabfälle müssen so gesammelt und transportiert werden, daß die eigene Gefährdung und vor allem die anderer Personen ausgeschlossen ist.
3. Alle Sammelbehälter sind vorschriftsmäßig zu kennzeichnen.
4. Kleinmengen von reaktiven Chemikalien sollen in harmlose Folgeprodukte umgewandelt werden, so daß eine sichere Sammlung und Entsorgung möglich ist. Dazu einige Beispiele mit der zur Zeit empfohlenen Kennzeichnung:
  - Halogenhaltige organische Lösemittel: keine Behandlung notwendig, Sammelbehälter mit Kennzeichnung: **B**
  - Organische halogenfreie Lösemittel nie mit halogenhaltigen Lösemitteln mischen. Vor der Entsorgung, bzw. Weitergabe ist auf Peroxide zu prüfen (Schnelltest). Sammelbehälterkennzeichnung: **A**
  - Anorganische Säuren werden verdünnt, indem sie vorsichtig in kaltes Wasser (Eiswasser) eingerührt werden. Beachten Sie dabei die Schutzvorschriften, R- und S -Sätze! Diese Verdünnung wird mit Natronlauge neutralisiert und in Sammelbehälter mit Kennzeichnung: **D** gefüllt.
  - Anorganische Basen werden unter Beachtung der Schutzvorschriften mit Salzsäure neutralisiert (pH 6 - 8). Diese Lösung im Sammelbehälter mit Kennzeichnung **D** entsorgen.
  - Cyanidische und cyanidhaltige Abfälle aller Art sind wegen der Gefährlichkeit der manuellen Entgiftung auf jeden Fall an eine qualifizierte Entsorgungsstelle weiterzuleiten. Es ist sicherzustellen, daß die cyanidhaltigen Lösungen stets alkalisch sind.

5. Informieren Sie sich auf jeden Fall bei Ihren Vorgesetzten oder beim Hersteller, wie gefährliche Chemikalien zu entsorgen sind.

Bedenken Sie letztlich, daß Mülleimer, Papierkörbe und Bodenabläufe keine geeigneten Entsorgungsstellen sind.

Überlegen Sie gemeinsam mit Ihren Vorgesetzten, inwieweit die Menge der gefährlichen Chemikalien eingeschränkt werden kann. Oft ist eine Überdosierung von Chemikalien bei chemischen Behandlungsvorgängen unnötig und belastet die Umwelt. Beispielsweise führt eine nennenswerte Überdosierung von Aluminiumchlorid als Flockungs- bzw. Fällungsmittel zu einer unnötigen Aufsalzung und Schädigung der Gewässer durch Aluminiumionen.

### Kennzeichnung der Behälter für gefährliche Abfälle

- A** Halogenfreie organische Lösemittel und Lösungen, organischer Stoffe.
- B** Organische Lösemittel und Lösungen organischer Stoffe, die Halogene enthalten. Achtung! Keine Behälter aus Aluminium verwenden.
- C** Feste organische Laborchemikalienrückstände; sicher verpackt in Kunststoffbeuteln oder -flaschen oder in Originalgebinden des Herstellers.
- D** Salzlösungen; in diesem Gefäß soll ein pH-Wert von 6-8 vorliegen.
- E** Giftige anorganische Rückstände sowie Schwermetallsalze und ihre Lösungen in fest verschlossener bruchsicherer Verpackung mit deutlich sichtbarer und haltbarer Kennzeichnung.
- F** Giftige brennbare Verbindungen in dicht verschlossenen bruchsicheren Gebinden mit deutlicher Angabe der Inhaltsstoffe.
- G** Quecksilber und anorganische Quecksilbersalzurückstände.
- H** Regenerierbare Metallsalzurückstände; jedes Metall sollte separat gesammelt werden.
- I** Anorganische Feststoffe

Bestehen Unsicherheiten bezüglich der Zuordnung der Abfälle, fordern Sie weitere Informationen vom Chemikalienhersteller oder vom Entsorgungsunternehmen an. Auch die "Richtlinien für Laboratorien" (Hauptverband der gewerblichen Berufsgenossenschaften, Zentralstelle für Unfallverhütung und Arbeitsmedizin, Carl Heymanns Verlag) geben dazu Informationen.

## 1.5 Brandschutz und Verhalten im Brandfall

Der / die Vorgesetzte informiert Sie über die Brandschutz - und die Notfalleinrichtungen der Arbeitsstelle und des Arbeitsbereiches, beispielsweise über

- Standorte und Funktion der Notrufmelder, Notruftelefone
- Rauchverbotszonen
- Explosionsgefährdete Bereiche (Umgebung von Gasbehältern)
- Geerdete Lösemittelbehälter
- Fluchtwege, Sammelplätze des Personals.

Lesen Sie dazu auch das am Arbeitsplatz aushängende Merkblatt: " Verhalten im Brandfall ". Es beschreibt für den jeweiligen Arbeitsbereich das richtige Verhalten. Allgemeine Verhaltensregeln bei Brandfällen sind beispielsweise:

- Personenrettung geht vor Sachschutz
- Türen und Fenster schließen
- Gas- und Stromzuleitungen durch Notabschaltung sperren
- Raum verlassen
- Feuerwehr alarmieren.

Lassen Sie sich die spezifischen Maßnahmen von ihrem Vorgesetzten beschreiben bzw. zeigen. Sie können auf einfachste Art und Weise einen Beitrag zum Brandschutz leisten, wenn Sie die entsprechenden Ge- und Verbote einhalten, z B.:

- Rauchverbot
- Im "EX- Bereich" funkengeschütztes Werkzeug benutzen und keinerlei Zündmittel mitführen
- Leichtentzündliche und leicht brennbare Stoffe so lagern, daß keine Gefahr besteht, wenn Laborgasbrenner oder Schweißgeräte benutzt werden
- Kanäle und Schächte vor dem Betreten auf explosive, giftige Gasgemische prüfen und den Sauerstoffgehalt bestimmen

## 1.6 Erste Hilfe

Bei Verletzungen ist so vorzugehen, wie es das berufsgenossenschaftliche Merkblatt (ZH1/142) "Erste Hilfe" vorschreibt.

Überprüfen Sie vor Ort die Erste-Hilfe-Einrichtungen auf Vollständigkeit und Gebrauchsfähigkeit (wie z. B. Verbandskasten, Augenwaschflasche usw.): Kleinere Verletzungen, die keinen Arztbesuch erfordern, müssen in jedem Fall im Verbandsbuch festgehalten werden.

Jeder Arbeitsunfall, dazu zählt auch ein Wegeunfall, ist dem/der Vorgesetzten zu melden.

Bedenken Sie, daß bezüglich der Kostenübernahme durch die Versicherung(en) oder Berufsgenossenschaft und vor allem auch bei der "Anerkennung von eventuellen Spätfolgen" die richtige Vorgehensweise dokumentiert sein muß.

## 1.7 Versuche zum Umgang mit Gefahrstoffen

### 1.7.1 Allgemeine Hinweise zu den Versuchen

Säuren, Laugen, Salze und Salzlösungen sind meistens Gefahrstoffe, die in der Ver- und Entsorgungspraxis eingesetzt werden, z. B. bei Flockungs-, Fällungs- und Neutralisationsreaktionen.

Für die Versuche benötigen Sie als Arbeitsmittel:

Die R - und S - Sätze und die "Merkblätter Gefährliche Arbeitsstoffe (ecom ed verlagsgesellschaft)" oder die "Gefahrstoff Datenbank (WEKA-Verlag)".

#### Geräte:

Präzisionswaage mit 0,01 g Genauigkeit  
400-ml und 250-ml-Bechergläser (hohe Form)  
100-ml Becherglas  
100-ml Weithalslerlenmeyerkolben  
Fortuna- oder Meßpipette mit Ansaughilfe (Peleusball )  
Mörser mit Pistill  
Spatel  
Siedestäbe  
Glasührstab  
Magnetührer (ohne Heizmöglichkeit)  
Magnetührstab  
Filtergestell  
Analysentrichter  
Weißbandfilterpapier

#### Chemikalien:

Eisen(III)-chlorid  
Aluminiumchlorid oder -sulfat  
Natriumhydroxid  
Calciumhydroxid  
handelsübliche "konz. Ammoniaklösung"

### Versuche, Aufgaben:

Außer den praktischen Versuchen sind hier auch theoretische Aufgaben vorgesehen.

Dazu sind entsprechende Fragen bzw. Vorgaben gegeben, die Sie in den folgenden Abschnitten finden:

- 1.7.2 Theoretische Aufgabe: Fragen zur Arbeitssicherheit
- 1.7.3 Herstellen einer Eisensalz -und Aluminiumsalzlösung
- 1.7.4 Herstellen von Laugen
- 1.7.5 Planung und Durchführung von Fällungsreaktionen
- 1.7.6 Planung und Durchführung einer Neutralisation

#### **1.7.2 Fragen zur Arbeitssicherheit**

1. Welche R - und S - Sätze gelten für die eingesetzten Chemikalien ?
2. Welche Arbeitsschutzmaßnahmen sind bei der Ver- und Bearbeitung der Substanzen zu treffen?
3. Welche R - und S - Sätze gelten für die herzustellenden Lösungen?
4. Sind für die Lösungsbehälter (mit den hergestellten Lösungen) Gefahrensymbole erforderlich?
5. Welche Erste-Hilfe-Maßnahmen sind bei Hautkontakt erforderlich?

Die Antworten zu diesen Fragen protokollieren Sie bei dem jeweiligen Versuch (1.7.3 und 1.7.4) und besprechen diese dann mit dem Ausbildungspersonal.

### 1.7.3 Herstellen einer Eisen- und Aluminiumsalzlösung

Es sind 150 g einer Eisen(III)-chloridlösung  $w(\text{FeCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}) = 0,03$  und 150 g einer Aluminium(III)-chloridlösung  $w(\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}) = 0,03$  herzustellen. Bei den Berechnungen hilft Ihnen gegebenenfalls das Ausbildungspersonal.

Unter Beachtung der Arbeitssicherheitsmaßnahmen sind die Salze gegebenenfalls im Mörser zu zerkleinern.

Wiegen Sie in einem sauberen, trockenen 400-ml-Becherglas die berechnete Salzmenge ab. Dazu geben Sie die erforderliche Wassermenge und lösen durch Umschwenken bzw. Umrühren das jeweilige Salz. Füllen Sie die Lösung in ein geeignetes Vorratsgefäß (auch falls die Lösung etwas trüb wird). Beschriften Sie dies so, daß eine genaue Inhaltsangabe gegeben ist und auch die Gefährlichkeit gekennzeichnet ist.

#### Versuchsergebnis

Erstellen Sie ein Protokoll, das die Berechnungen und Antworten der Fragen aus 1.7.2 enthält. Lassen Sie sich die Richtigkeit der Versuchsdurchführung bestätigen.

#### 1.7.4 Herstellen von Laugen

Benötigt werden Lösungen von Calciumhydroxid, Ammoniak und Natronlauge.

Die Calciumhydroxidlösung stellen Sie wie folgt her:

Wiegen Sie ein leeres 400-ml-Becherglas, füllen Sie 150 g destilliertes Wasser ein und lösen unter ständigem Rühren soviel Calciumhydroxid, daß letztlich die Lösung gesättigt ist, d. h. bis ein Bodensatz entsteht.

Eine verdünnte Ammoniaklösung erhalten Sie aus einer handelsüblichen konzentrierten Ammoniaklösung. Diese ist so zu verdünnen, daß die halbe Konzentration erhalten wird. Benötigt werden 150 g verdünnte Ammoniaklösung.



##### **Sicherheitshinweis:**

Aus Gründen der Arbeitssicherheit und des Gesundheitsschutzes ist es notwendig, im Abzug zu arbeiten. Ätzende, flüssige Chemikalien werden nicht abgewogen, sondern abgemessen.

Berechnen Sie, wieviel "konz. Ammoniaklösung" (Angabe in ml) erforderlich sind, und messen Sie diese Menge in einem Meßzylinder ab. Die erforderliche Dichteangabe findet sich auf dem Etikett der Vorratsflasche.

Das dest. Wasser wiegen Sie in einem 400-ml-Becherglas ab und geben langsam unter Umschwenken oder Rühren die "konz. Ammoniaklösung" hinzu.

Die Natronlauge soll mit  $w(\text{NaOH}) = 0,15$  hergestellt werden.

In einem 100-ml-Becherglas wiegen Sie 22,5 g Natriumhydroxid ab und geben dies in kleinen Portionen in ein 400-ml-Becherglas, in dem 128,5 g dest. Wasser vorgelegt sind.



##### **Sicherheitshinweis:**

Kühlen Sie das Lösegefäß in kaltem Wasser oder stellen es in ein Eis- / Wassergemisch. Bei schneller Wasserzugabe können durch freiwerdende Wärme atemwegsreizende Dämpfe entstehen. Im Extremfall verspritzt heiße Natronlauge.

Alle Lösungen sind in geeignete Behältnisse umzufüllen, vorschriftsmäßig zu beschriften und aufzubewahren.

Versuchsergebnis, Protokoll: Wie bei dem vorherigen Versuch 1.7.3.

## 1.7.5 Planung und Durchführung von Fällungsreaktionen

Aus vielfältigen Gründen kann es erforderlich sein, bestimmte Ionen oder eine Vielzahl von Ionen aus Lösungen abzutrennen. Bekannterweise werden in der Abwasserreinigung Phosphationen gefällt, Eisen- bzw. Manganionen werden bei der Trinkwasseraufbereitung aus dem aufzubereitenden Rohwasser abgetrennt. Auch in der Abfallbehandlung, speziell in der Entsorgung von Schwermetallsalzlösungen, ist die Fällung üblich, weil dadurch auch die Abfallmenge reduziert werden kann. Beispielsweise können gelöste Aluminium-, Blei- oder Cadmiumsalze durch Verwendung eines entsprechenden Fällungsmittels in schwerlösliche Hydroxide umgewandelt und dann abgetrennt werden.

Planung der Fällungsversuche:

In den vorherigen Versuchen 1.7.3 und 1.7.4 wurden Eisen- und Aluminiumsalzlösungen hergestellt, ebenso verschiedene Laugen. Planen Sie die Durchführung folgender Fällungsreaktionen so, daß ein sicheres Arbeiten gewährleistet ist:

1. Fällung von Eisen(III)-Ionen mit Natriumhydroxid.
2. Fällung von Aluminiumionen mit Ammoniaklösung.

Berücksichtigen Sie bei der Planung folgende Fragen und Hinweise.

1. Welche der folgenden Gerätekombinationen würden Sie für die Fällungsversuche nutzen ?
  - a) Glasrührstab und 2 Bechergläser
  - b) Glasrührstab und 2 Meßzylinder
  - c) Glasrührstab, Becherglas und Meßpipette
  - d) Glasrührstab, Becherglas und Meßzylinder
  - e) Magnetrührer, Becherglas und Meßpipette
2. Welche dieser Gerätezusammenstellungen eignet sich am besten, wenn eine unbekannte Laugenmenge langsam zugegeben werden soll?
3. Welche R - und S -Sätze gelten für die eingesetzten Chemikalien?
4. Wie werden die Reaktionsprodukte entsorgt?

Legen Sie die schriftliche Versuchsplanung Ihrer Ausbilderin oder Ihrem Ausbilder vor und besprechen die Vorgehensweise:

Bei der Versuchsplanung für die Fällungsversuche ist zu berücksichtigen:

Eisen- und Aluminiumchloridlösungen sind sauer reagierende Lösungen und wirken ätzend.

Laugen reagieren basisch und wirken ebenfalls ätzend. Aus Ammoniaklösungen entweicht  $\text{NH}_3$ , das die Atemwege bzw. die Schleimhäute reizt und schädigt sowie die Raumluft belastet.

Dementsprechend sind Sicherheitsmaßnahmen zu treffen.



#### **Sicherheitshinweis:**

Schutzbrille und ggf. säurefeste Handschuhe benutzen.

Es muß im Abzug gearbeitet werden.

Ein gefahrloses Vermischen der Reagenzien ist nur dann gewährleistet, wenn mindestens eine der Chemikalien langsam und in kleinen Portionen zugegeben wird.

Durch ständiges Umrühren des Gemisches während der Zugabe des Fällungsmittels wird ein örtliches Überhitzen vermieden; die Lösung kann nicht verspritzen.

Aus diesen Überlegungen resultiert für alle Versuche die Verwendung von Becherglas, Glasrührstab (Magnetrührer), Meßpipette und Peleusball, Schutzbrille und ggf. säurefeste Handschuhe.

Durchführung:

Fällung von Eisen(III)-Ionen als Eisen(III)-hydroxid

Füllen Sie soviel Eisen(III)-chloridlösung in das saubere 250-ml-Becherglas, daß gerade der 50 ml Skalenstrich erreicht wird. Mit der Meßpipette entnehmen Sie 10 ml der Natronlauge ( $w = 0,15$ ) und geben diese tropfenweise, unter ständigem Rühren zu der Eisensalzlösung. Beobachten Sie dabei die Eintropfstelle. Bildet sich eine bräunliche Trübung? Falls sich keine Trübung bildet, geben Sie weiter portionsweise Fällungsmittel dazu, bis eine Trübung ersichtlich wird. Dann unterbrechen Sie die Zugabe und lassen die Probe etwas stehen. Nach einiger Zeit setzt sich Eisen(III)-hydroxid als Niederschlag ab. Betrachten Sie nun die überstehende Lösung. Zeigt diese noch eine gelbe oder gelbliche Farbe? Wenn ja, geben Sie wie beschrieben weiteres Fällungsmittel hinzu und lassen den Niederschlag erneut absetzen.

Ist die überstehende Lösung farblos, kann der Versuch beendet werden.

Fällung von Aluminium(III)-Ionen als Aluminiumhydroxid



**Sicherheitshinweis:**

Der Versuch ist im Abzug durchzuführen.

Geben Sie etwa 50 ml der Aluminiumsalzlösung in das Becherglas. Mit der Meßpipette entnehmen Sie 10 ml der vorher hergestellten verdünnten Ammoniaklösung und geben diese unter ständigem Rühren **l a n g s a m** (jeweils als 1 ml Portionen) in das Becherglas zu der Aluminiumsalzlösung. Beobachten Sie wie bei dem vorherigen Versuch die Eintropfstelle. Bildet sich ein farbloser (weißer) Niederschlag oder ist eine Trübung zu beobachten, lassen Sie die Mischung etwas stehen und geben dann einen Tropfen des Fällungsmittels hinzu. Bildet sich ein Niederschlag, wiederholen Sie dies solange, bis ein weiteres Ausfällen nicht mehr zu beobachten ist.

Versuchsergebnis, Protokoll

Lassen Sie bei beiden Versuchen die vollständige Fällung vom Ausbildungspersonal kontrollieren.

### 1.7.6 Planung und Durchführung einer Neutralisation

Salzsäure soll mit Calciumcarbonat neutralisiert werden.



Erstellen Sie eine Versuchsbeschreibung für die gefahrlose Durchführung unter Berücksichtigung folgender Vorgaben und Hinweise.

- Eine bestimmte Menge an konz. Salzsäure (entsprechend 10 g HCl) soll durch Reaktion mit Calciumcarbonat neutralisiert werden. Berechnen Sie die äquivalente Menge an Calciumcarbonat. Die erforderlichen Angaben der Molmassen sowie die Dichte und Gehaltsangabe der konz. Salzsäure entnehmen Sie den Etiketten der Vorratsgefäße.
- Welche R - und S - Sätze sind zu beachten?
- Welche Geräte würden Sie benutzen?
- Wie sind die Reaktionsprodukte, Reste zu entsorgen?
- Besprechen Sie Ihre Versuchsbeschreibung mit dem Ausbildungspersonal, und vergleichen Sie sie auch mit der umseitigen (folgenden) Versuchsbeschreibung.
- Weiterhin ist zu beachten:
  - Säuren wirken korrosiv und werden nicht gewogen.
  - Anhand der gegebenen Dichte werden Säurevolumina berechnet und mit geeignetem Gerät abgemessen oder entnommen.
  - Aus konz. Salzsäure entweichen immer Chlorwasserstoffdämpfe, welche nicht nur die Atemwege sondern auch die Schleimhäute reizen und schädigen.



#### Sicherheitshinweis:

Der Versuch ist im Abzug durchzuführen.

Durchführung:

Wiegen Sie die berechnete Menge an Calciumcarbonat in dem 100-ml-Weithals-erlenmeyerkolben auf der Präzisionswaage ab. Fügen Sie das Magnetrührstäbchen dazu und ergänzen soviel dest. Wasser, daß die 50 ml Markierung erreicht wird. Durch das Aufschlännen des Kalkes ( $\text{CaCO}_3$ ) wird eine heftige Reaktion mit der Säure vermieden.

Stellen Sie den Erlenmeyerkolben auf den Magnetrührer und regulieren die Rührgeschwindigkeit so, daß ein langsames gleichmäßiges Rühren erfolgt. Ohne Rühren erfolgt durch die Reaktion eine örtliche Überhitzung; ein Siedeverzug und verspritzende Säure wären die Folge. Mittels Meßpipette und Peleusball entnehmen Sie aus dem Vorratsgefäß 12 ml konz. Salzsäure (errechnet sich als gerundeter Wert bei  $w(\text{HCl}) = 0,37$  und  $\rho = 1,18 \text{ g/cm}^3$ ) und geben diese langsam und in kleinen Portionen in den Erlenmeyerkolben.

Beobachten und protokollieren Sie den Reaktionsablauf.

Nachdem Sie die Säure vollständig zugegeben haben, sollte von dem Calciumcarbonat nichts mehr zu sehen sein, weil es durch die Reaktion in lösliches Calciumchlorid umgewandelt wurde.

Sollte doch noch Calciumcarbonat sichtbar sein, überprüfen Sie die Berechnungen.

Versuchsergebnis, Protokoll

Ergänzen Sie Ihre Versuchsplanung durch die Beobachtungen und beantworten Sie noch folgenden Fragen:

Wie verläuft die Reaktion, wenn die Säure vorgelegt und der Kalk zugegeben wird?

Diskutieren Sie dies auch mit Ihrer Ausbilderin, Ihrem Ausbilder.

## 2 Laborgeräte

### 2.1 Materialien

Die im nächsten Abschnitt besprochenen Laborgeräte bestehen in überwiegender Zahl aus Glas oder aus Kunststoff; häufig hat man die Wahl zwischen beiden Materialien. Außerdem wird noch Porzellan verwendet.

#### 2.1.1 Glas

Anwendungen im chemisch-technischen Bereich stellen besondere Anforderungen an das Gefäßmaterial Glas, wie z. B.

- hohe Beständigkeit gegenüber allen Chemikalien,
- hohe Temperaturbeständigkeit,
- hohe Temperaturwechselbeständigkeit bei einigen Glasarten,
- glatte und harte Oberfläche, die eine gute Reinigung ermöglicht.

Laborgeräte werden aus verschiedenen Glassorten hergestellt:

Glassorte	Verwendung / Eigenschaften
Jena <sup>er</sup> Normalglas(R)	Thermometerglas
AR-Glas GW-Glas	Natron-Kalk-Silikatglas-Röhren Geräteglas
Duran(R)	Borosilikatglas; Universalglas für chemisch-technische Apparate und Laborgeräte
Supremax(R)	alkalifrei; für hohe Anwendungstemperaturen in der Thermometrie, Apparatebau und Elektrotechnik
SBW-Glas	Universalglas für Laborgeräte und Apparate

Tab. 3: Glassorten für Laborgeräte

Die Durchsichtigkeit des Materials erlaubt eine Betrachtung des Inhalts auch in geschlossenen Gefäßen. Der große Nachteil des Glases ist seine Zerbrechlichkeit. Damit verbunden ist ein erhöhtes Sicherheitsrisiko bei nicht sachgemäßer Handhabung. So dürfen Glasgeräte nur in einwandfreiem Zustand benutzt werden. Das bedeutet:



**Sicherheitshinweis:**

Geräte mit abgesplitterten Rändern oder Sprüngen dürfen nicht weiter verwendet werden (→ Unfallverhütung)! Defekte Glasgeräte dürfen unter keinen Umständen in Papierkörbe oder Abfallbehälter geworfen werden (Gefahr von Schnittverletzungen beim Zusammendrücken oder Ausleeren), sondern sind in eigens dafür vorgesehenen Behältern zu sammeln und separat zu entsorgen.

**2.1.2 Kunststoff**

Kunststoffe sind in ihrer thermischen und chemischen Belastbarkeit begrenzt. Wichtig ist es daher, für eine bestimmte Anwendung einen Kunststoff auszuwählen, der den geforderten Ansprüchen gerecht wird.

Einige Kunststoffe haben eine nahezu unbegrenzte Chemikalienbeständigkeit z.B. gegen aggressive Säuren, andere haben eine hohe Temperaturbeständigkeit.

Name	Kürzel	Temperaturbereich ( °C )
Polyethylen	PE	- 40 bis + 100
Polypropylen	PP	- 10 bis + 140
Polytetrafluorethylen	PTFE	- 200 bis + 260
Polyvinylchlorid	PVC	je nach Weichmacher
Polystyrol	PS	- 40 bis + 70

Tab. 4: für Laborgeräte häufig benutzte Kunststoffe

Chemikalie	Beständigkeit				
	PE	PP	PTFE	PVC	PS
Benzin	+	+	+++	-	-
Aceton	+	+	+++	-	-
Ethanol	+++	+++	+++	+++	+++
Chloroform	-	-	+++	kA.	-
Trichlorethylen	-	+	+++	-	-

Tab. 5: Beständigkeit gegenüber organischen Substanzen

Chemikalie	Beständigkeit				
	PE	PP	PTFE	PVC	PS
Ammoniak	+++	+++	+++	+++	kA.
Kalilauge	+++	+++	+++	+++	+
Natronlauge	+++	+++	+++	+++	++

Tab. 6: Beständigkeit gegenüber Laugen

Chemikalie	Beständigkeit				
	PE	PP	PTFE	PVC	PS
Eisessig	+++	++	+++	+++	+
Flußsäure, 35%	+++	+++	+++	kA.	++
Schwefelsäure	++	++	+++	kA.	+
Salzsäure	+++	+++	+++	kA.	++
Salpetersäure	+	+	+++	+++	++

Tab. 7: Beständigkeit gegenüber Säuren

#### Zeichenerklärung

kA. = keine Angabe

- = nicht beständig

+ = bedingt beständig

++ = praktisch beständig

+++ = beständig

Gegenüber Glasgefäßen haben Kunststoffbehälter folgende Vorteile:

- preiswert
- leicht
- relativ unzerbrechlich
- können zur Konservierung der Probe eingefroren werden.

Allerdings haben sie auch Nachteile:

- Ihre Oberfläche ist gegenüber der des Glases weich und rauht schnell auf,
- viele Probeninhaltsstoffe können anhaften und / oder in das Material eindringen,
- die Wiederverwendbarkeit ist beschränkt.

Aber auch aus Gründen des Umweltschutzes ist der Einsatz von sogenannten Einweg-Geräten gut zu überlegen, da viele Kunststoffe biologisch nicht abbaubar sind (sie verrotten nicht); vielmehr müssen sie der Müllverbrennung zugeführt werden.

Kunststoffe finden noch ein großes Anwendungsgebiet bei der Herstellung von Schläuchen. Besonders erwähnt sei hier der PVC-Schlauch (farblos, klar), der elastische Silikon-Schlauch (für peristaltische Pumpen) und der Vitonschlauch (hohe chemische Resistenz).

### **2.1.3 Porzellan**

Die Rohmaterialien für die Herstellung von Porzellan sind Kaolin (Tonsubstanz), Quarz (Magerungsmittel) und Feldspat (Flußmittel). Durch eine Mischung von ca. 50 % Kaolin, ca. 25 % Quarz und ca. 25 % Feldspat erhält man beim Brennen (1400°C bis 1500°C) Hartporzellan, wie es im Labor größtenteils verwendet wird.

Man unterscheidet zwischen glasierten und unglasierten Porzellangeräten. Glasierte Oberflächen haben ähnliche Eigenschaften wie Glas.

## 2.2 Allgemeine Hinweise zu Volumenmeßgeräten

Für die Volumenmessung im Labor werden verschiedene Geräte benutzt. Grundsätzlich unterscheidet man dabei zwei Arten der Justierung:

- "In", d.h. "Einlauf": das Meßgefäß enthält genau das angegebene Volumen.
- "Ex", d.h. "Ablauf" oder "Auslauf": Das Meßgefäß gibt das angegebene Volumen ab. Der im Gerät verbleibende Rest gehört nicht zum Meßvolumen.

Bevor im alphabetischen Teil die einzelnen Meßgeräte genauer erklärt werden, sind einige grundlegende Begriffe zu erläutern.

### Meniskus:

Benetzt die Flüssigkeit die Oberfläche des Gefäßes, so kriecht sie an ihr hoch, und es bildet sich eine nach innen gewölbte Flüssigkeitsoberfläche.

Benetzt die Flüssigkeit die Gefäßwand nicht, wölbt sich die Flüssigkeitsoberfläche nach außen. Diese Wölbung heißt Meniskus. Bei durchsichtigen, benetzenden Flüssigkeiten wird der untere Meniskus abgelesen, bei allen anderen der obere.

### Parallaxenfehler:

Der beim Ablesen von Meßgeräten am häufigsten auftretende Fehler ist der Parallaxenfehler. Um Parallaxenfehler zu vermeiden, muß sich das Auge auf der Höhe des Flüssigkeitsstandes oder des Zeigers (seitliche Abweichung beachten!) befinden.

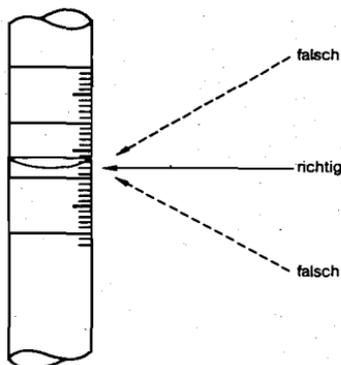


Abb. 3: Parallaxenfehler

**Schellbachstreifen:**

Man versteht darunter einen vertikal verlaufenden, schmalen blauen Streifen, in der Mitte eines weißen Milchglasstreifens auf der Rückseite des Gefäßes. Die Lichtbrechung an der Flüssigkeitsoberfläche verursacht eine Einschnürung des blauen Streifens zwischen oberem und unterem Meniskus. Zwischen den beiden Spitzen wird abgelesen.

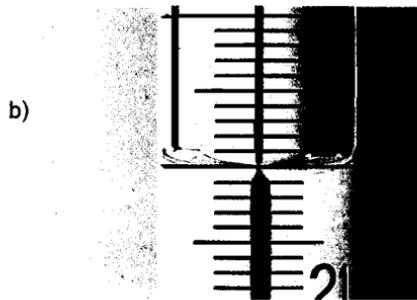
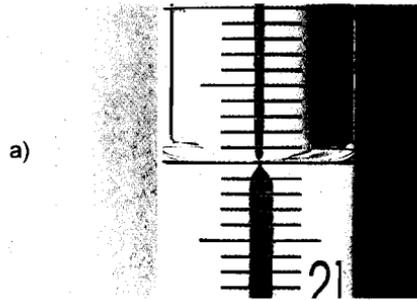


Abb. 4: Schellbachstreifen

a) Bürette mit Hauptpunkte-Ringteilung

b) Bürette mit Strichteilung

Gerätekennezeichnungen:

Alle Volumenmeßgeräte sind in einem bestimmten Bereich mit ihren Qualitätsmerkmalen beschriftet.

20 Farbcode	Volumenangabe mit Farbcode bei Pipetten
20 ml	Volumenangabe
$\pm 0,03$ ml	Fehlergrenze
A	Geräte der Genauigkeitsklasse A, eichfähig, zu erkennen sind Geräte dieser Klasse auch an der Hauptpunkte-Ringteilung 
B	Geräte der Genauigkeitsklasse B, doppelte Fehler-toleranzen im Vergleich zu Klasse A, nicht eichfähig, diese Klasse hat nur Strichteilung 
S	schnell ablaufend
Ex + 15s	justiert auf Ablauf mit 15 Sekunden Wartezeit
In	justiert auf Einlauf
20 °C	justiert für eine Bezugstemperatur von 20 °C
100:1 ml	maximal ablesbares Volumen und die Unterteilung

Tab. 8: Kennzeichnung von Volumenmeßgeräten

## 2.3 Alphabetisches Verzeichnis der Laborgeräte

### Abtropfgestell

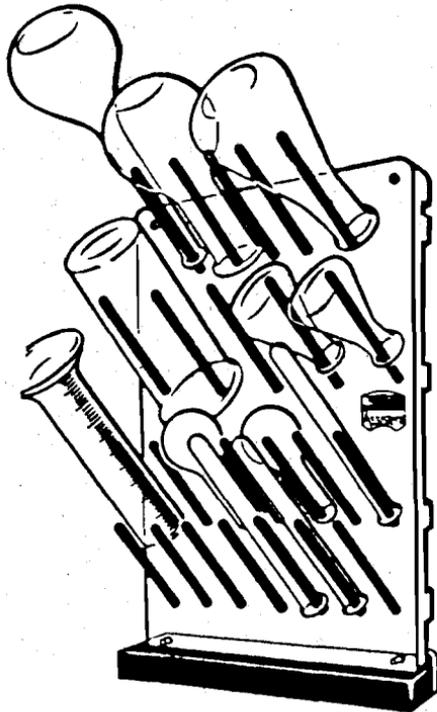


Abb. 5: Abtropfgestell

**Material:** Holz, Kunststoff, kunststoffbeschichtetes Metall

**Einsatzbereich:** Trocknen von Laborgeräten

**Handhabung:** Reinigen von Laborgeräten

**Analysentrichter** siehe Trichter

## Aräometer



Abb. 6: Aräometer

Material: Glaskorpus

Einsatzbereich: Dichtebestimmung von Flüssigkeiten

Spezielle Aräometer dienen der direkten Bestimmung von Konzentrationen bestimmter Stoffe (z.B. Akku-Säureprüfer)

## Becherglas

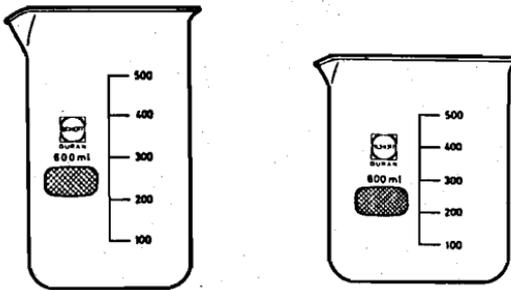


Abb. 7: Bechergläser, hohe und niedrige Form mit Skalierung

Material: Glas und Kunststoff

Einsatzbereich: Reaktions- und Mischgefäß zum Erhitzen, Kühlen, Aufbewahren usw.; Graduierungen auf Bechergläsern dienen lediglich zum Abschätzen eines Volumens, zum Messen sind sie nicht geeignet!

## Bürette

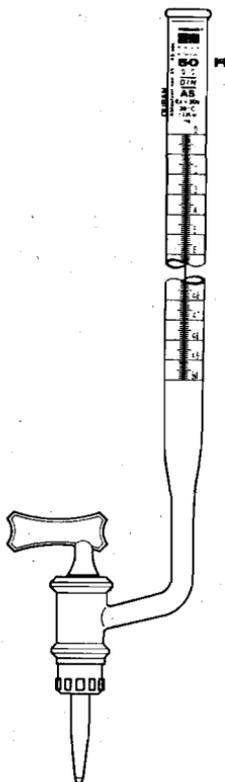


Abb. 8: Bürette

Material:           Korpus: Weißglas, Braunglas  
                      Küken: Glas, Teflon (entweder Schliffküken oder mit Spindeltrieb)  
Einsatzbereich:   Titrationen

Glasschliffhähne müssen vor dem Gebrauch sorgfältig mit Schliffett (Silikonfett) gefettet werden. Das Fett wird vorsichtig in einer dünnen Schicht auf das Küken aufgetragen, ohne den Kanal zu verschließen. Nach dem Einsetzen in die Hülse und einigen Drehungen muß der Schliff klar sein, eventuell muß noch etwas Fett aufgetragen werden.

Bleiben Flüssigkeitstropfen dauernd an der Bürettenwandung haften, so ist in der Regel Fett in die Bürette gelangt und sie muß gereinigt werden (s. "Reinigen von Laborgeräten").

Wird mit einer Maßlösung häufig titriert, so empfiehlt sich die Verwendung eines Titrierapparates nach Pellet, der den Nullpunkt automatisch einstellt.

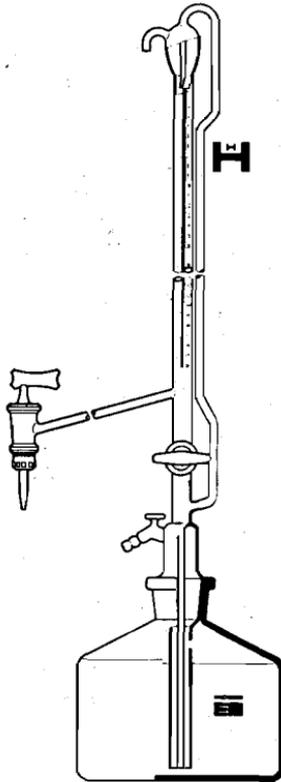


Abb.9: Titrierapparat nach Pellet

Hinweis: Volumenmeßgeräte, Schellbachstreifen (Volumenmeßgeräte)

**Bunsenbrenner** siehe Gasbrenner

## Ceranschutzplatten



Abb. 10: Ceranschutzplatte

Material: Ceran<sup>R</sup>-Glas

Einsatzbereich: Arbeiten mit Laborgasbrennern (Temperaturverteilung)



**Sicherheitshinweis:**

Darf nur mit Stativvierfuß verwendet werden

## Erlenmeyerkolben

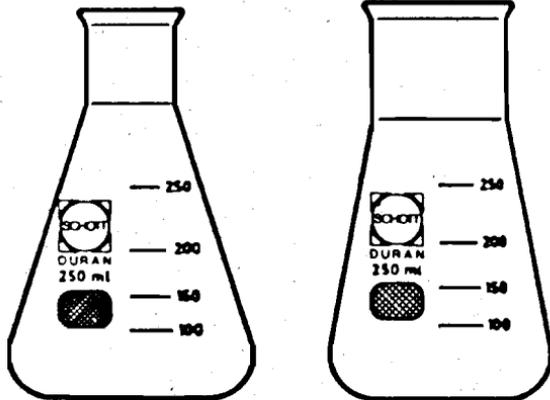


Abb. 11: Eng- und Weithals-erlenmeyerkolben mit Skalierung

Material: Glas und Kunststoff

Einsatzbereich: Titrationsen

**Achtung: Die Skalierung dient nur zum Abschätzen von Volumina!  
Sie kann nicht zum Abmessen benutzt werden!**

## Exsikkator

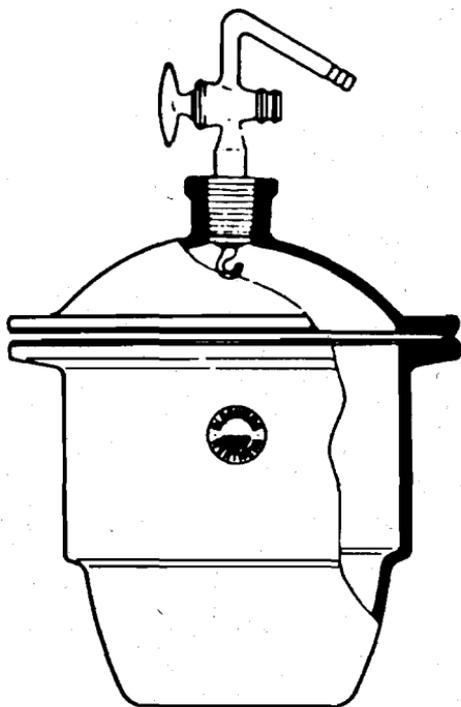


Abb. 12: Exsikkator mit Belüftung im Deckel

Material: Glas, außen evtl. kunststoffbeschichtet

Einsatzbereich: Trocknen und Trockenhalten von Substanzen und Geräten

### Hinweis:

Der Planschliff des Exsikkators ist mit einem speziellen Fett (Exsikkatorfett) einzufetten, um das Eindringen von Luftfeuchtigkeit zu verhindern.

Eingefettete Exsikkatordeckel neigen zum Festsitzen.

Bei Verwendung von Exsikkator - Dichtringen aus Gummi kann auf das Fettes verzichtet werden und die Deckel lassen sich leicht entfernen.

## Filter

### a) Papierfilter

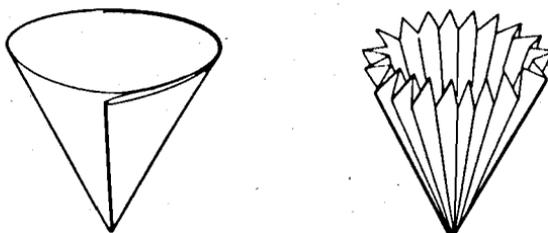


Abb. 13: Kegelfilter (aus rundem Filterpapier gefertigt) und Faltenfilter

Material: Papier

Einsatzbereich: Trennen von fest/flüssig Gemischen in der präparativen und analytischen Chemie

Die Packungen der aschefreien Filterpapiere sind mit farbigen Bändern versehen, die eine Angabe über die Eigenschaften darstellen. Die Filter werden nach der Farbe dieses Bandes benannt:

Name	Eigenschaften	Filtrationszeit ( s )
Schwarzband	schnell	50
Weißband	mittelschnell	140
Blauband	langsam	1500
Gelbband	mittelschnell	160
Rotband	mittel bis langsam	450
Grünband	langsam, dünn	800

### b) Glasfaserfilter

Material: Borosilikatglas ohne Bindemittel und mit organischen Bindemittel

Einsatzbereich: siehe oben

## Filtergestell

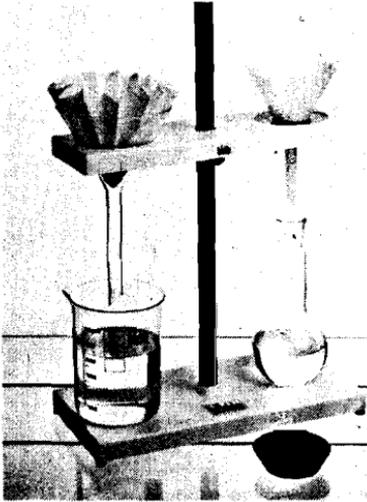


Abb. 14: Filtergestell

Material: Holz, Kunststoff  
Einsatzbereich: Filtrationen

## Filtertiegel

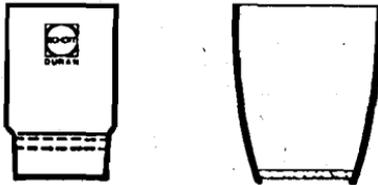


Abb. 15: Glas- und Porzellanfiltertiegel

Material: Glas, Porzellan  
Einsatzbereich: Filtrationen

Die Filtertiegel werden je nach Porengröße klassifiziert.  
Für quantitativ-analytische Zwecke werden fast ausschließlich  
die Porositäten 3 oder 4 gewählt.

## Gärröhrchen



Abb. 16: Reagenzglas mit Gärröhrchen

Material: Glas

Einsatzbereich: qualitative Analyse

## Gasbrenner

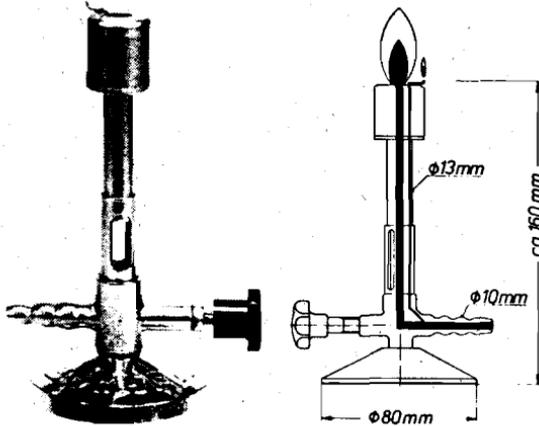


Abb. 17: Gasbrenner

Material: Metall

Einsatzbereich: Erwärmen nicht brennbarer Substanzen. Je nach Bauart wird der Brenner mit Erd-, Stadt- oder Propangas betrieben. Daneben werden auch Allgasbrenner angeboten.

## Glasflaschen



Abb. 18: Weit- und Enghalsglasflasche mit Schliffstopfen, Schraubglasflasche

**Material:** Flasche: Weiß- oder Braunglas (durchgefärbt oder aufgetragen); evtl. mit Kunststoff beschichtet  
Verschluß: Glas- oder Kunststoffschliff; Schraubdeckel aus Metall oder Kunststoff, Schraubdeckeldichtungen aus Kunststoff oder beschichtetem Papier

**Einsatzbereich:** Aufbewahren von Wasserproben, Bodenproben und Abfallproben, Chemikalien.



### Sicherheitshinweis:

Proben niemals in Glasflaschen einfrieren

## Guko-Ringe



Abb. 19: Guko-Ringe

**Material:** Naturkautschuk

**Einsatzbereich:** Anpassung von Nutschen und Filtertiegel an Saugflaschen

## Gummistopfen

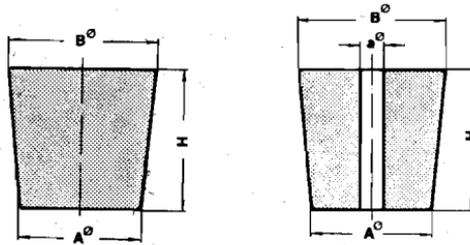


Abb. 20: Gummistopfen, Gummistopfen mit einer Bohrung,  
Bemaßungslinien für A, B, H und a

**Material:** Naturkautschuk, Perbunan, Neoprene, Silicon  
**Einsatzbereich:** Verschließen unterschiedlichster Geräte, Verbinden von Glas-  
teilen mit großen Unterschieden im Durchmesser

Die Größe der Gummistopfen wird angegeben durch den kleinsten Durch-  
messer A, den größten Durchmesser B und die Höhe H. Die Bohrung hat den  
Durchmesser a.

## Gummiwischer



Abb. 21: Gummiwischer: Stabform, Spatenform; Reagenzglasreiniger

**Material:** Naturkautschuk  
**Einsatzbereich:** Gravimetrie; Gummiwischer werden in der Regel auf  
Glasstäbe aufgesteckt, seltener auf Kunststoffstäbe.  
**Hinweis:** Reinigen von Laborgeräten

## Kolbenhubpipette

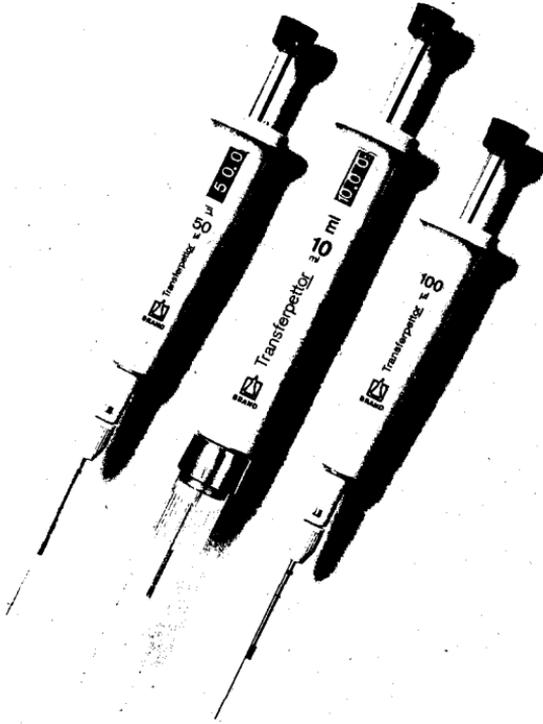


Abb. 22: Kolbenhubpipette mit variablem und fixem Volumen

Einsatzbereich: exaktes Abmessen kleiner Volumina ( $\mu\text{l}$  und ml)

Achtung: Die mitgelieferte Bedienungs- und Pflegeanleitung sorgfältig lesen!  
Produktänderungen oder Fabrikatwechsel können z.B. bislang unbekannte Kalibrierungen erfordern!

Das Pipettiergut kommt nur mit der Kunststoffspitze in Berührung.

Hinweis: Volumenmeßgeräte

## Löffel und Spatel

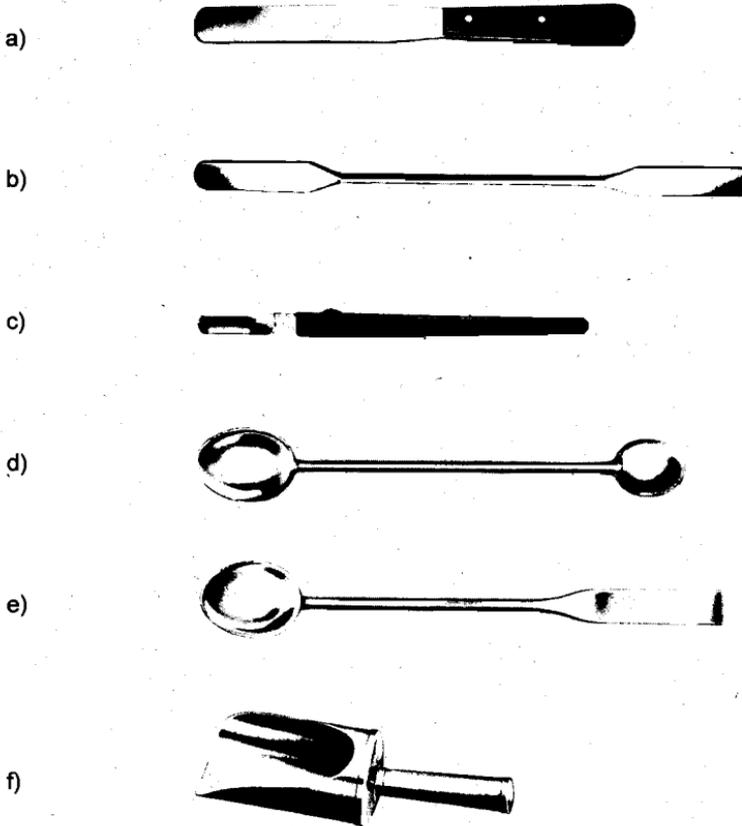


Abb. 23: a) Spatel mit Holzgriff  
b) Doppelspatel  
c) Dosierspatel für Pulver  
d) Chemikalienlöffel mit zwei Löffelgrößen  
e) Chemikalienlöffel mit spatelförmigem Ende  
f) Chemikalischaufel

Material: unterschiedliche Metalle, teilweise auch teflonisiert  
Einsatzbereich: Portionieren von Feststoffen

## Magnetrührfänger



Abb. 24: Magnetrührstab-Entferner

**Material:** PTFE-Stab mit Magneteiseneinsatz

**Einsatzbereich:** Entfernen von Magnetrührstäben aus aggressiven Medien oder noch zu verwendenden Flüssigkeiten

## Magnetrührstäbchen

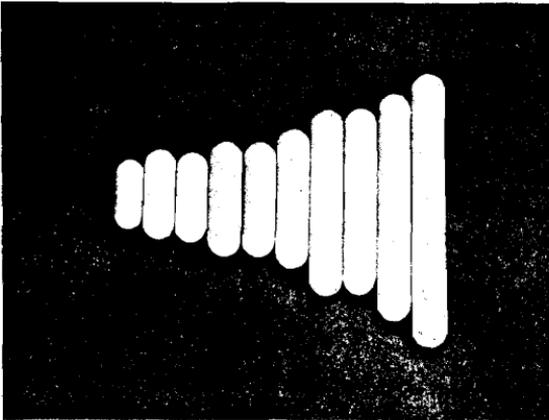


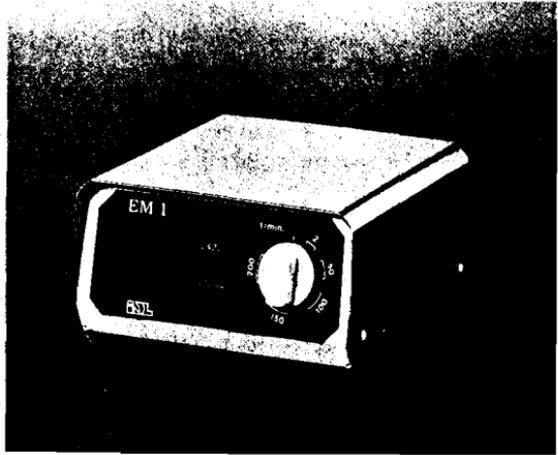
Abb. 25: Magnetrührstäbchen-Set

**Material:** Magneteisen mit Teflon ummantelt

**Einsatzbereich:** Rühren und Mischen

## Magnetrührwerk

a)



b)



Abb. 26: Magnetrührwerk: a) ohne Heizung, b) mit Heizung

Einsatzbereich: Rühren und Mischen, mit und ohne Erwärmen des Rührgutes. Außerdem werden Rührwerke ohne Heizung, ganz gekapselt und mit unterschiedlichen Oberflächen hergestellt.

## Meßkolben

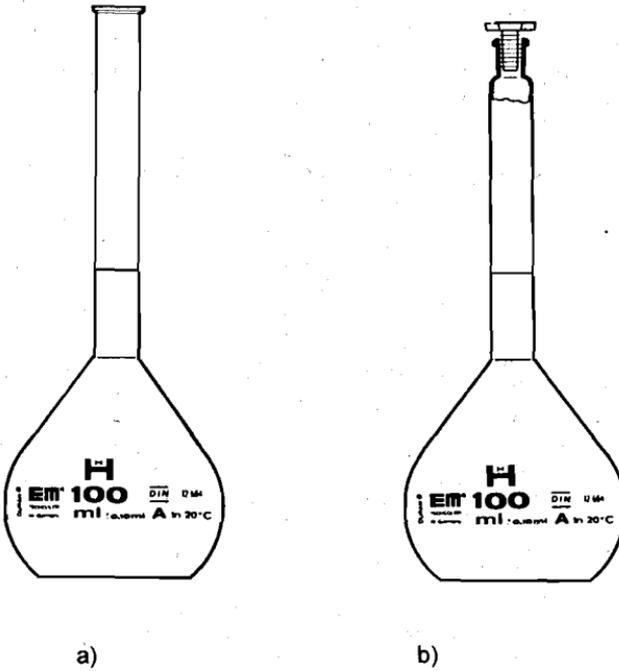


Abb. 27: Meßkolben a) ohne Stopfen mit Bördelrand  
b) mit Normschliff (NS) und Stopfen

Material: Glas oder Kunststoff

Einsatzbereich: Ansetzen von Verdünnungen, Lösungen und Meßlösungen in der Photometrie, Maßanalytik

**Achtung: Meßkolben niemals erhitzen (Volumenänderungen) !**

Meßkolben aus Kunststoff sind in der Genauigkeitsklasse B.

**Meßpipetten** siehe Pipetten

## Meßzylinder

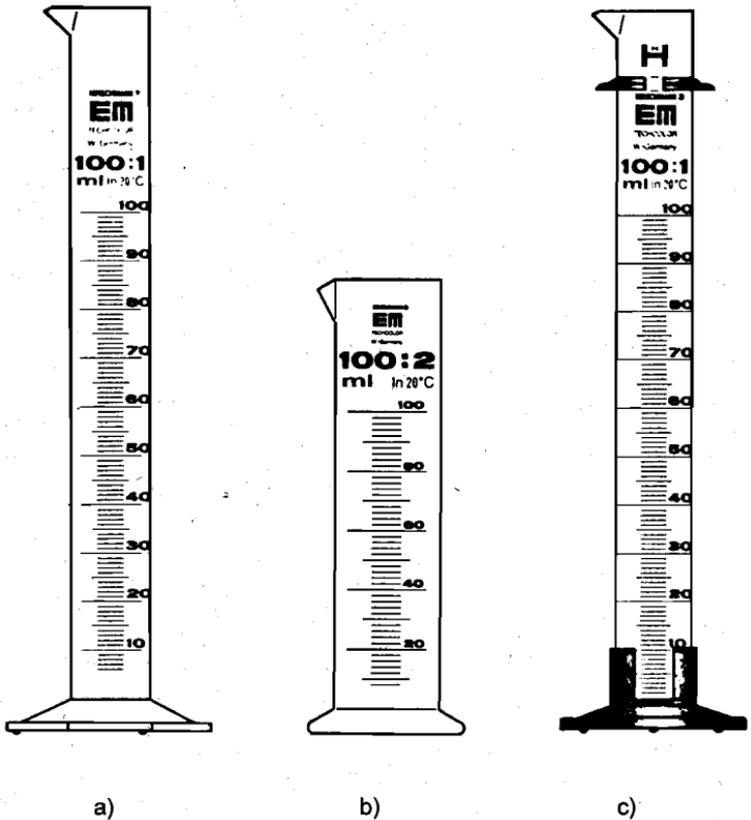


Abb. 28: Meßzylinder

- a) ganz aus Glas, hohe Form
- b) ganz aus Glas, niedere Form
- c) Glaszylinder mit PE-Sechskantfuß und - Schutzkragen

Material: Glas oder Kunststoff

Einsatzbereich: Abmessen von Flüssigkeiten mit geringer Genauigkeit

## Mörser

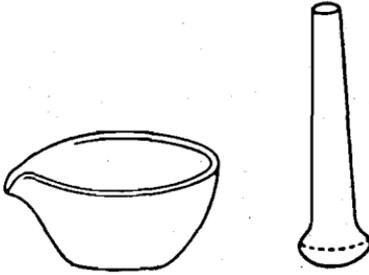


Abb. 29: Mörser (Reibschale) mit Pistill aus Porzellan

Material: Hartporzellan oder Achat

Einsatzbereich: Zerkleinern von kristallinen Feststoffen, Zerkleinern und Homogenisieren von kristallinen Gemischen

## Nutsche

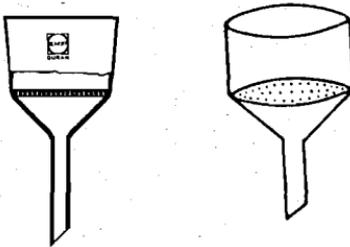


Abb. 30: Nutsche aus Glas, Nutsche aus Porzellan

Material: Glas, Porzellan, Kunststoff

Einsatzbereich: Vakuumfiltration



### Sicherheitshinweis:

Sicherheitsvorschriften für das Arbeiten mit Vakuum beachten! Woulffsche Flasche zwischen Vakuumflasche und Saugflasche verwenden. Vor Abschalten der Vakuumpumpe das System über die Woulffsche Flasche belüften.

## Peleusbälle

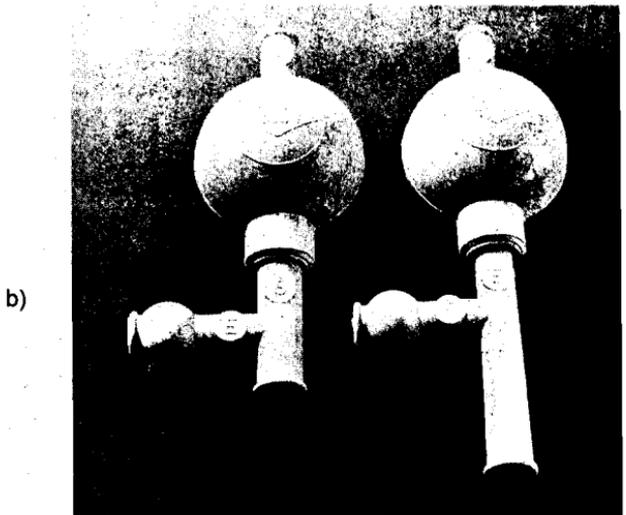
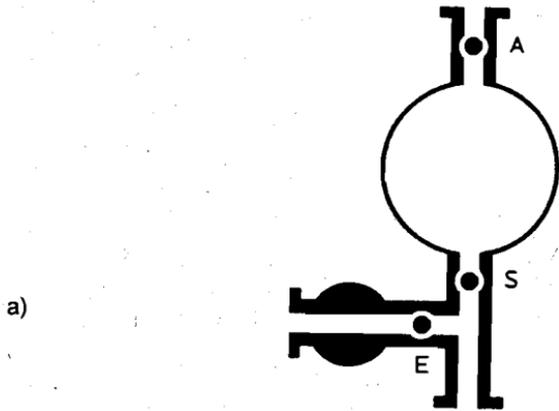


Abb. 31: Peleusball: a) Schema, b) Standard- und Universalmodell

Material: Naturkautschuk

Einsatzbereich: Pipettierhilfe

Das Standardmodell kann nur für Pipetten bis 25 ml benutzt werden, während der konische Teil des Universalmodells auch bei größeren Volumina verwendet werden kann.

## Pipetten

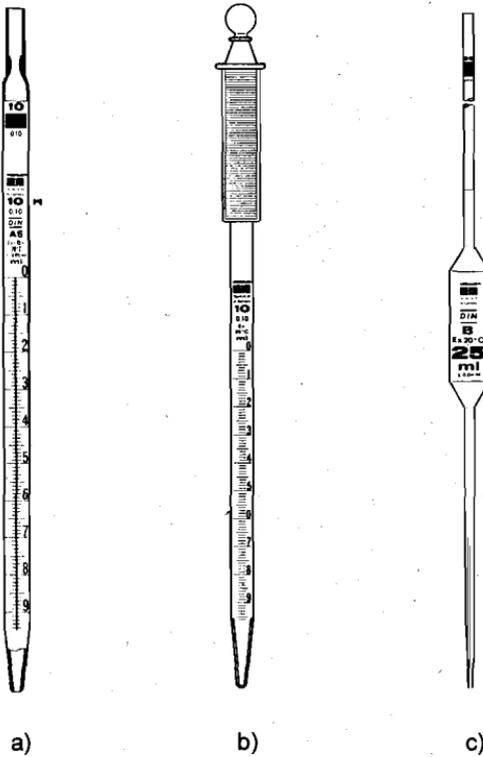


Abb. 32: a) Meßpipette mit Schellbachstreifen und Ringteilung  
b) Saugkolben-Meßpipette  
c) Vollpipette

Material: Glas oder Kunststoff

Einsatzbereiche: Abmessen und Dosieren kleiner Volumina (ml - Bereich)

Achtung: Meßpipetten können sowohl auf **IN** als auch auf **Ex** justiert sein!  
Auch bei Ausblas-Meßpipetten Auslaufzeit beachten !

Hinweis: Volumenmeßgeräte

**Pistille**            siehe Mörser

### Reagenzgläser



Abb. 33: Reagenzglas mit Bördelrand

**Material:**            Glas

**Einsatzbereich:**    qualitative Analyse

**Hinweis:**            Reagenzglasklammer, -ständer

### Reagenzglasklammer

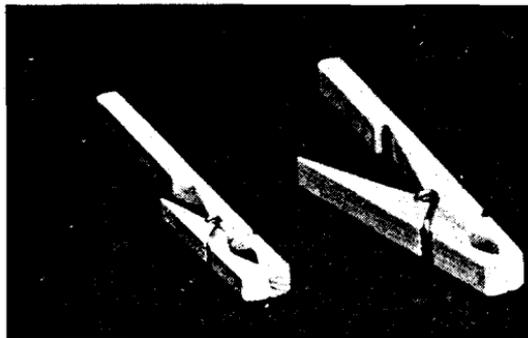


Abb. 34: Reagenzglasklammern

**Material:**            Holz

**Einsatzbereich:**    qualitative Analyse

## Reagenzglasständer

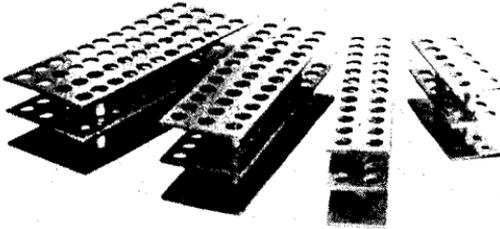


Abb. 35: Reagenzglasständer

Material: Holz, Kunststoff  
Einsatzbereich: qualitative Analyse

Reibschalen siehe Mörser

## Rührstab

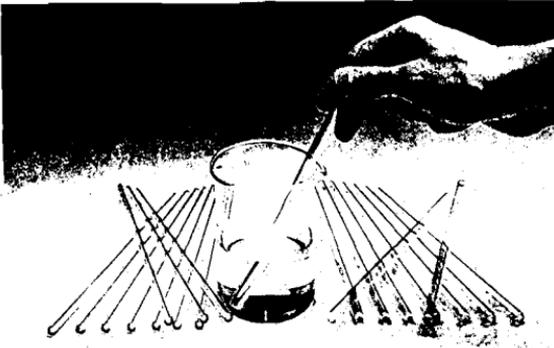


Abb. 36: Rührstäbe aus Glas

Material: Polypropylen, Teflon, Glas  
Einsatzbereich: Rühren und Mischen von Flüssigkeiten

## Saugflasche

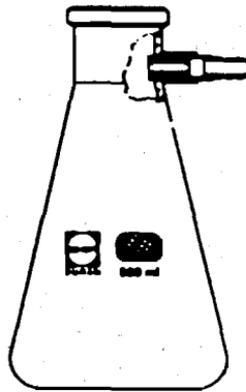


Abb. 37: Saugflasche aus Glas mit Kunststoffolive

Material: DURANR- oder Borosilikatglas, Kunststoff  
Einsatzbereich: Vakuumfiltration

## Schläuche

Material: Naturkautschuk, PVC, Silikon  
Einsatzbereich: dickwandiger Vakuumschlauch für Vakuumfiltration,  
dünnwandiger Naturkautschukschlauch für z.B. Kühlwasser,  
klarer Polyvinylchlorid-Schlauch um den Flüssigkeitstransport  
beobachten zu können,  
Silikonschlauch z.B. bei peristaltischen Pumpen.

**Spatel** siehe Löffel und Spatel

## Spritzflasche

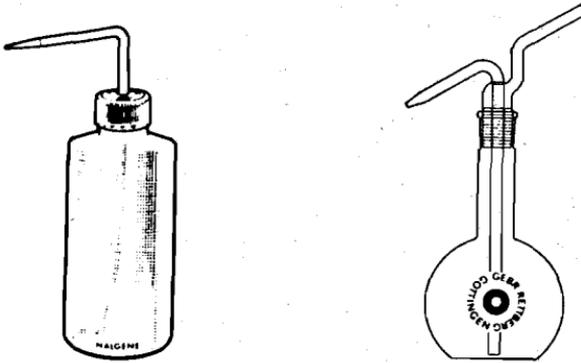


Abb. 38: PE- u. Glasspritzflasche

Material: Kunststoff (PE), Glas

Einsatzbereich: Dosierung von kleineren Portionen destillierten Wassers (voll-entsalztes Wasser) zu Reinigungszwecken oder zum Auf-  
füllen von Meßkolben oder -zylindern

## Stativ-Drei-/Vierfuß

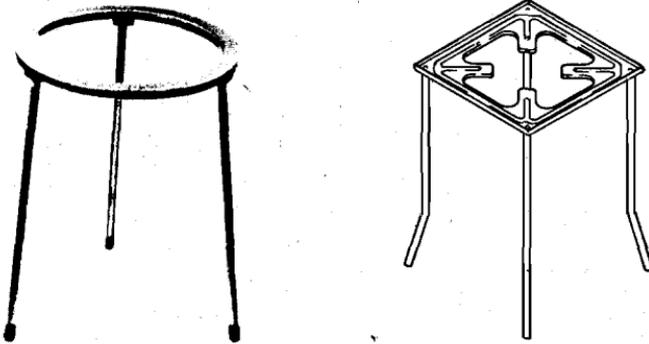


Abb. 39: Stativ-Dreifuß, Stativ-Vierfuß

Material: Dreifuß: Stahl; Vierfuß: Chromnickelstahl

Einsatzbereich: Arbeiten mit Laborgasbrennern

## Stativ mit Zubehör

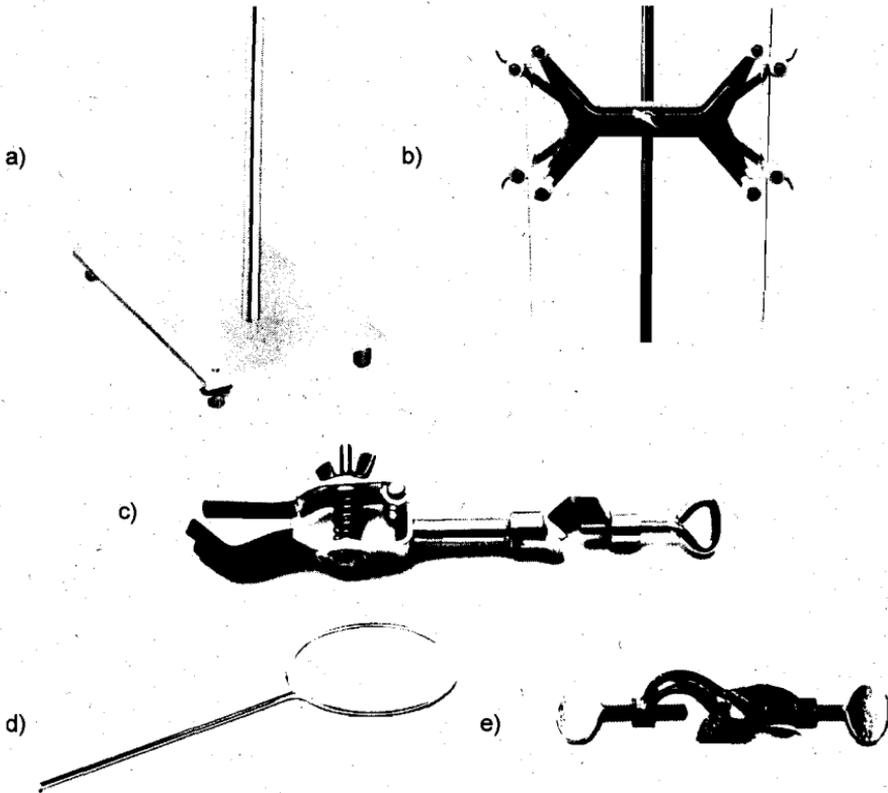


Abb. 40: a) Stativ mit Bodenplatte      b) Bürettenhalter      c) Stativklemme  
d) Stativring      e) Stativmuffe

**Material:** Metall (Aluminium oder Stahl)

**Einsatzbereich:** Aufbau von Apparaturen, z.B. bei Titrationen in Verbindung mit Bürettenhalter

**Stativklemmen** siehe Stativ mit Zubehör Abb.: 40

**Stativmuffe** siehe Stativ mit Zubehör Abb.: 40

**Stativring** siehe Stativ mit Zubehör Abb.: 40

Teklubrenner siehe Gasbrenner

## Thermometer

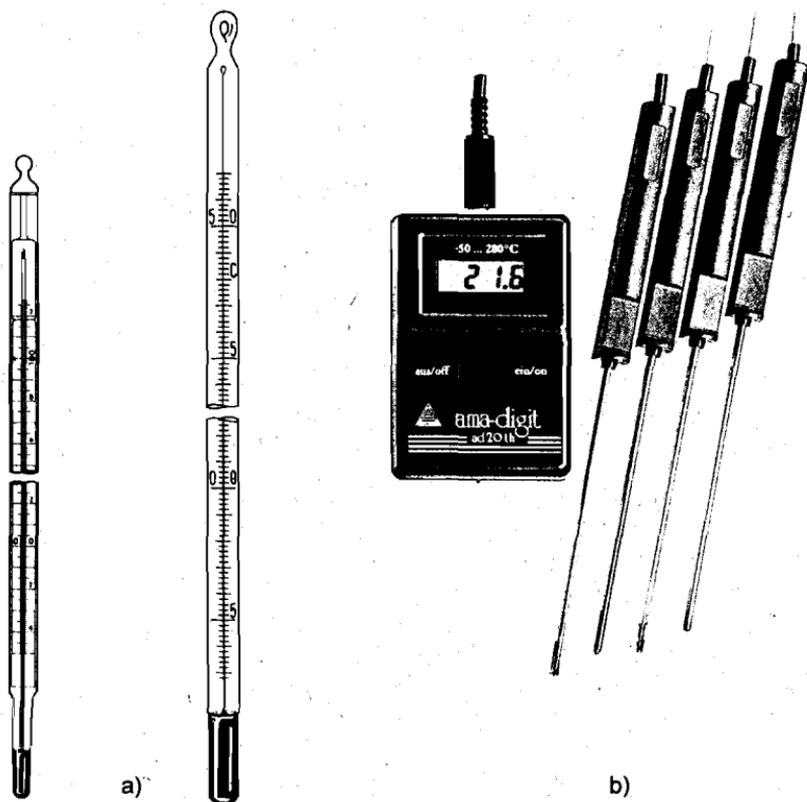


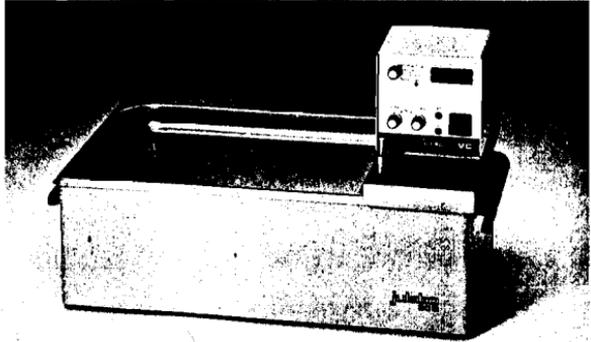
Abb. 41: a) Flüssigkeitsthermometer (Füllung: z.B. Quecksilber oder Alkohol)  
b) Digitalthermometer

Einsatzbereich: Messen von Temperaturen in Flüssigkeiten und Gasen

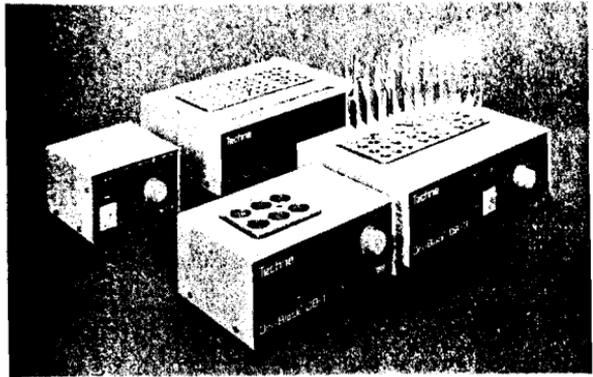
 **Sicherheitshinweis:**

Siehe Sicherheitsvorschriften beim Umgang mit Quecksilber! Wenn möglich, auf die Verwendung verzichten.

## Thermostat



a)



b)

Abb. 42: a) Wasserbad, b) Metallblock

Einsatzbereich: a) Temperieren von Lösungen (max. bis zum Siedepunkt des Wassers, Auflösen von Salzen bei geringen Temperaturen  
b) Temperieren von Reaktionsgefäßen und Küvetten bei hohen Temperaturen

## Tiegel

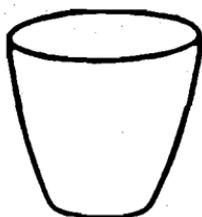


Abb. 43: Porzellantiegel

Material: Porzellan, Nickel, Eisen, Platin

Einsatzbereich: Veraschen von Niederschlägen in Filterpapieren,  
Aufschlüsse

## Tiegelzange

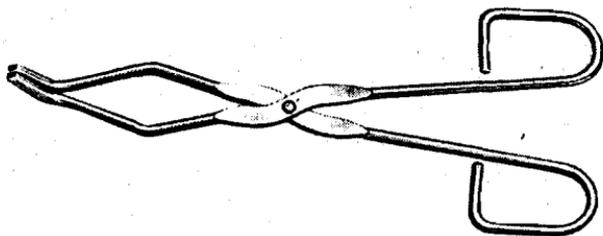


Abb. 44: Tiegelzange

Material: Metall

Einsatzbereich: Handhabung heißer Geräte und trockenen Wägegutes

## Tondreieck

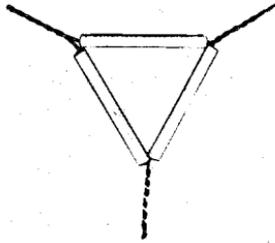


Abb. 45: Tondreieck

Material: Metall und Keramik

Einsatzbereich: Erhitzen und Glühen von Porzellantiegeln

## Trichter

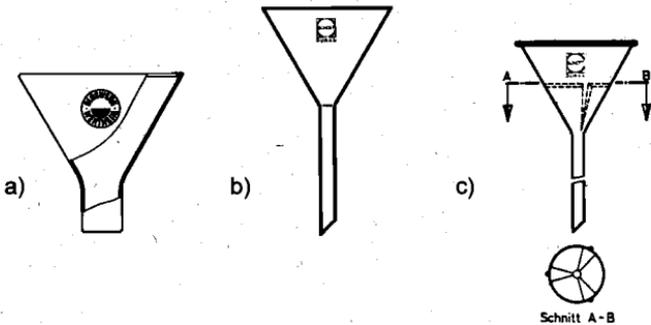


Abb. 46: a) Pulver-, b) Flüssigkeitstrichter, c) Analysetrichter

Material: Glas, Kunststoff, Metall

Einsatzbereich: a) Befüllen von Behältnissen mit pulverförmigen Stoffen  
b) Befüllen von Behältnissen mit Flüssigkeiten und Filtrationen mit Faltenfiltern  
c) Abfiltrieren von Niederschlägen im quantitativ analytischen Bereich mit Rundfiltern

## Trockenschrank

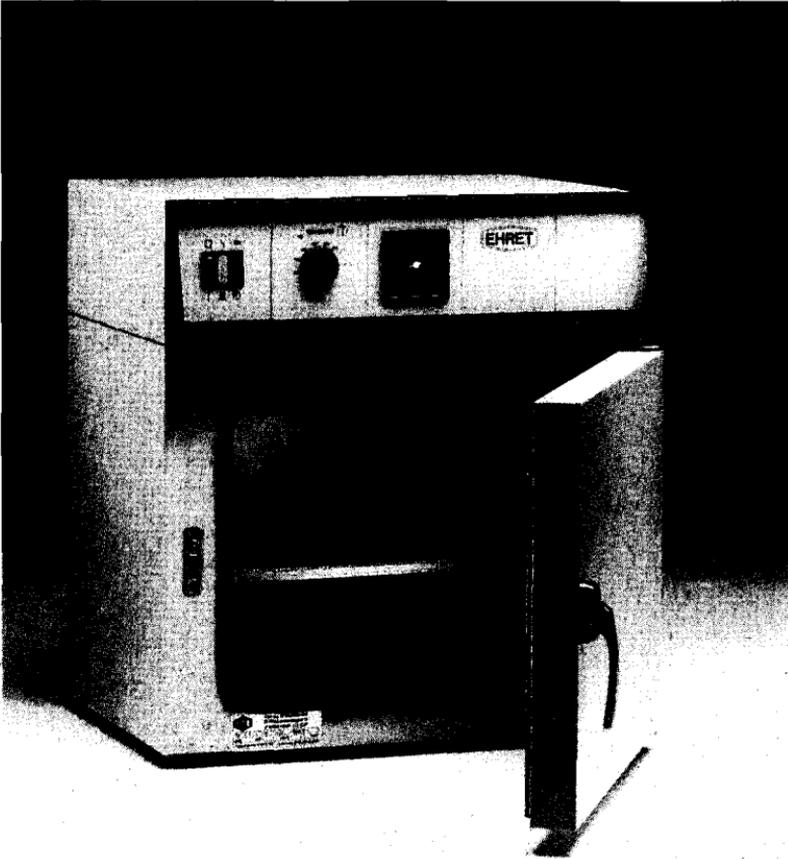


Abb. 47: Trockenschrank

Einsatzbereich:      Trocknen von Laborgeräten und Chemikalien  
Trockenschränke arbeiten im Temperaturbereich bis  
300°C und werden auch als Umluft-Geräte angeboten.

## Tropfflasche



Abb. 48: verschiedene Tropfflaschen

Material: Glas, Kunststoff

Einsatzbereich: Entnahme von kleinen Flüssigkeitsportionen für die qualitative und quantitative Analyse

## Uhrgläser



Abb. 49: Uhrgläser aus Glas und Kunststoff

Material: Glas, Kunststoff

Einsatzbereich: Abdecken von gefüllten Bechergläsern, qualitative Analytik

**Vollpipetten** siehe Pipetten

## Waage

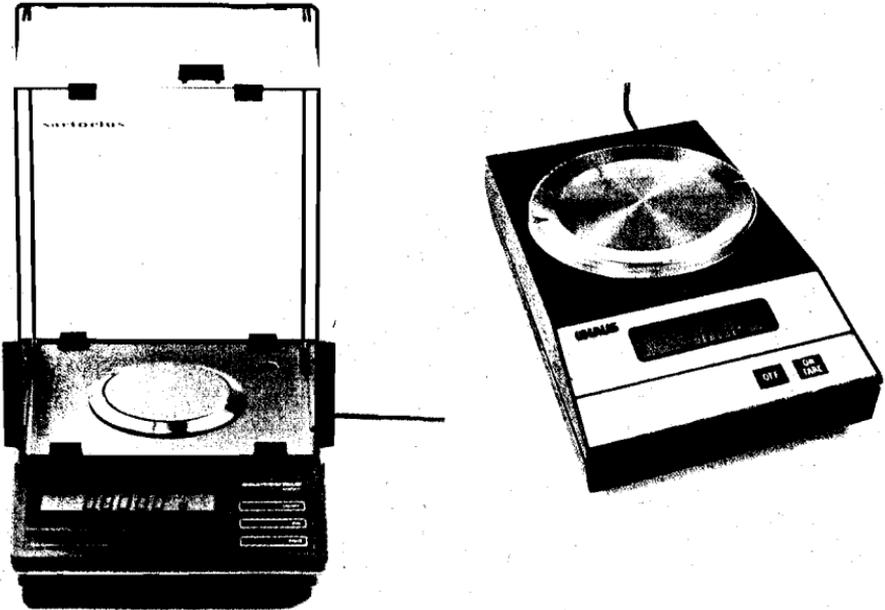


Abb. 50: a) Analysenwaage

b) Oberschalenwaage

Einsatzbereich: a) Analysenwaagen besitzen eine Genauigkeit bis 1 mg.  
Sie werden zum Abwiegen kleinster Stoffmengen genutzt.

b) Aufgrund der geringeren Genauigkeit von Oberschalenwaagen werden diese nur zum Abwiegen größerer Mengen verwendet.

### Wägeschiffchen

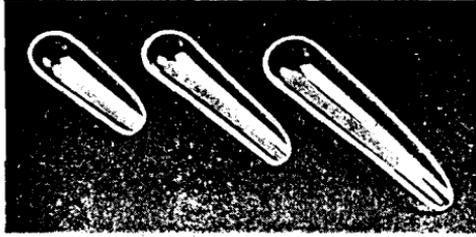


Abb. 51: Wägeschiffchen

Material: Glas, Kunststoff, Metall

Einsatzbereich: Abwiegen von kleinen Feststoffmengen auf der Analysenwaage

### Woulffsche Flasche



Abb. 52: Woulffsche Flasche

Material: Glas

Einsatzbereich: Als Sicherheitsflasche bei allen Arbeiten mit Unterdruck (z.B. Vakuumfiltration)

## **2.4 Reinigung von Laborgeräten**

Gerade beim analytischen Arbeiten ist die Sauberkeit der Geräte und des Arbeitsplatzes von entscheidender Bedeutung. Bis auf wenige Ausnahmen müssen die Geräte nach jedem Gebrauch gereinigt werden.

### **2.4.1 Reinigen von Glasgeräten**

Glasgeräte, deren Öffnungen groß genug sind, können mit entsprechenden Bürsten und einem handelsüblichen Reinigungsmittel gesäubert werden.

Büretten, Pipetten und ähnliches können mit Bürsten nicht mechanisch gereinigt werden. Hier hilft in der Regel nur eine Reinigung auf chemischem Wege.

Die häufigste wasserunlösliche Verunreinigung in Büretten und Pipetten ist eingedrungenes Fett, zu erkennen an Flüssigkeitstropfen, die nach dem Abfließen an der Glaswand hängen bleiben.

Früher wurden diese Ablagerungen mit Chromschwefelsäure entfernt, heute bedient man sich aus Sicherheits- und Umweltschutzgründen spezieller Reinigungsmittel, die ohne mechanische Unterstützung Fett und andere Verunreinigungen unterkriechen und von der Wand ablösen. Das Hantieren mit diesen Konzentraten ist bei weitem ungefährlicher als der Umgang mit der oben erwähnten Säure.

Außerdem wurden spezielle Reinigungsbehälter für Pipetten entwickelt, in denen aber auch Büretten gereinigt werden können.

Selbstverständlich können auch Spülmaschinen zum Reinigen von Glasgeräten eingesetzt werden. Diese sollten aber über einen Spülgang mit destilliertem oder entionisiertem Wasser verfügen, damit Reste des Spülmittels rückstandsfrei entfernt werden.

Spezielle Einsätze erlauben die Reinigung aller Gerätetypen, sogar die Reinigung von Schläuchen ist möglich. Wenn es gewünscht wird, kann auch desinfiziert werden.

## 2.4.2 Reinigen von Kunststoffgeräten

Flaschen und Verschlußgewinde werden in regelmäßigen Abständen gereinigt. Damit verhindert man Ablagerungen von Rückständen und Undichtigkeiten.

Für die meisten Reinigungsarbeiten reichen milde Spülmittel.

**ACHTUNG:** Niemals Scheuermittel und -schwämme zum Reinigen von Kunststoffartikeln verwenden! Chemikalien- und Temperaturbeständigkeit beachten!

Alle Materialien, bis auf Niederdruckpolyethylen, Acryl und Polystyrol, können in einer Laborspülmaschine gereinigt werden. Dann sollten aber zur Schonung des Kunststoffteiles die Aufsatzstücke der Maschine mit weichen Materialien, wie z. B. Kunststoffschläuchen, überzogen sein.

Unter der Voraussetzung, daß die Laborgeräte nicht mit der Schallmembran in Berührung kommen, können sie auch im Ultraschallbad gereinigt werden.

## 2.4.3 Besondere Reinigungsprobleme

### Fette und Öle

In den meisten Fällen reicht das Einweichen in milden Reinigungsmitteln. Sind die Rückstände hartnäckiger, so empfiehlt sich die Anwendung von Alkohol (Ausnahme Acryl: keine organischen Lösemittel verwenden!).

Bei fettigen Volumenmeßgeräten bedient man sich am besten einer alkalischen Kaliumpermanganatlösung. Diese kann hergestellt werden, indem man zu 100 ml Kaliumpermanganatlösung,  $c(\text{KMnO}_4) \approx 0,1 \text{ mol/l}$ , 5 ml einer Natronlauge,  $c(\text{NaOH}) \approx 2 \text{ mol/l}$ , gibt.

Zum Reinigen wird diese Mischung auf 40 °C erwärmt und dann in das Gefäß gefüllt. Nach einer Stunde läßt man die Lösung in ein Vorratsgefäß ab, denn sie kann mehrmals verwendet werden. Das Gerät wird dann zuerst mit lauwarmem Wasser und dann mit destilliertem Wasser gründlich ausgespült. Durch eine Ablaufprobe (es dürfen keine Wassertropfen an der Wandung hängen bleiben) überprüft man den Erfolg der Reinigung, die eventuell mit längerer Standzeit wiederholt werden muß.

## Organische Rückstände auf Kunststoffen

Diese Rückstände können mit speziellen Reinigungsmitteln entfernt werden, die jedoch keine starke Oxidationswirkung haben sollten, da dies zu Versprödungen führen kann. Um die Versprödung möglichst gering zu halten, soll die Einwirkzeit vier Stunden nicht überschreiten und die Temperatur nicht über die Raumtemperatur erhöht werden.

Im Nachgang sind alle Reagenzien zuerst mit Leitungswasser und dann mit destilliertem Wasser auszuwaschen.



### **3 Versuche zur Messung physikalischer Größen**

#### **3.1 Bestimmung der Temperatur**

##### **3.1.1 Temperaturschichtung in Luft und Wasser**

Geräte: 1-l-Meßzylinder  
Alkoholthermometer, möglichst mit Öse  
Bindfaden  
Tuch  
Hammer  
Meßschieber  
Stativ  
Stativmuffe  
Stativstange

Reagenzien: Wasser, Eiswürfel (Eiswürfel-Einsatz aus dem Kühlschrank)

Durchführung:

Die Eiswürfel werden in das Tuch gewickelt und mit dem Hammer zerkleinert. Das Eis wird in den Meßzylinder überführt und dieser mit Wasser bis zu der 500-ml-Marke gefüllt. Diese Mischung bleibt an einem zug- und erschütterungsfreien Ort stehen, bis das Eis gerade geschmolzen ist.

Nun wird an folgenden Stellen die Temperatur gemessen:

1. Alkoholkugel in Höhe der 1-l-Marke
2. Alkoholkugel in Höhe jeder 100-ml-Marke
3. Alkoholkugel auf dem Boden des Meßzylinders

Bei jeder Messung ist so lange zu warten, bis sich eine konstante Anzeige einstellt. Hierbei erleichtert das Stativ die Positionierung und das Halten des Thermometers.

Alle Werte werden in einer Tabelle notiert.

Abschließend wird der Durchmesser des Meßzylinders bestimmt.

Auswertung:

Aus dem jeweiligen Volumen und dem Durchmesser des Meßzylinders berechnen Sie nun den Abstand zur Wasseroberfläche. Abstände in Luft erhalten das Vorzeichen +, die im Wasser das Vorzeichen -. Tragen Sie diese Werte ebenfalls in die Tabelle ein.

Zeichnen Sie nun eine Temperaturverlaufskurve, mit der Temperatur in °C auf der Y-Achse (Ordinate) und dem Abstand zur Wasseroberfläche in cm auf der X-Achse (Abszisse).

### 3.1.2 Aufheizkurve

Geräte: 1 Bunsenbrenner  
1 Thermometer  
Stativ, Muffe, Klammer, Vierfuß, Ceranplatte  
250 ml Becherglas

Chemikalien: dest. Wasser

Durchführung:

Füllen Sie das Becherglas mit ca. 100 ml Wasser. Überlegen Sie einen Versuchsaufbau, um das Thermometer sinnvoll einzubauen. Skizzieren Sie den Versuchsaufbau. Heizen Sie das Becherglas mit dem Brenner auf. Versuchen Sie, mit dem Bunsenbrenner 10 Minuten konstant die Temperatur von 40 °C einzuhalten. Bevor Sie das Wasser zum Sieden bringen, messen Sie alle 60 Sekunden die genaue Temperatur und zeichnen Sie ein Diagramm, das die Temperatur in Abhängigkeit von der Zeit darstellt.

### 3.1.3 Endo- und exotherme Lösevorgänge

Die folgenden Versuche zeigen das Löseverhalten von unterschiedlichen Substanzen. Durch Temperaturmessung wird ermittelt, welche Wärmemengen beim Lösen von Chemikalien freigesetzt oder benötigt werden. Damit bei der Messung äußere Einflüsse wie Luftzug, Raumtemperaturänderung o. ä. minimiert werden, ist ein sogenanntes "Becherglas-Kalorimeter" erforderlich, daß sie gemäß nachfolgender Abbildung zusammenbauen.

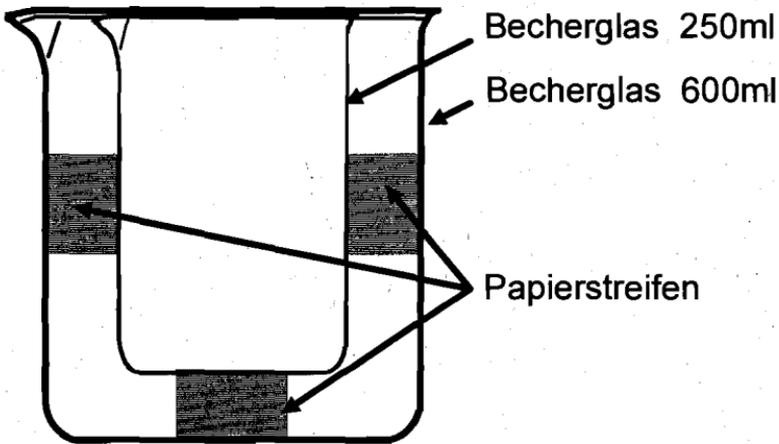


Abb. 53: "Becherglaskalorimeter"

Geräte: 1 Becherglas (hohe Form) 600 ml, 1 Becherglas 250 ml

1 Thermometer

1 Spatel

1 Wägeschiffchen

1 Meßzylinder 100 ml

1 Glasstab

1 Präzisionswaage

Papierstreifen

Chemikalien: Kaliumnitrat ( $\text{KNO}_3$ )

Ammoniumchlorid ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )

Natriumcarbonat ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )

Calciumchlorid ( $\text{CaCl}_2$ )



### Sicherheitshinweis:

Schutzbrille tragen!

Chemikalien nur mit Spatel o. ä. entnehmen!

Wägeschiffchen verwenden!

### Durchführung

Mit dem Meßzylinder messen Sie 100 ml destilliertes Wasser ab, geben es in das 250-ml-Becherglas, messen und notieren die Anfangstemperatur ( $T_A$ ). Mit Hilfe des Wägeschiffchens wiegen Sie auf der Präzisionswaage 10 g Kaliumnitrat ab.

Geben Sie langsam, unter ständigem Rühren, die gesamte Salzportion zu dem Wasser und beobachten dabei ständig das Thermometer. Notieren Sie die niedrigste Temperatur  $T_{\min}$ .

Geben Sie die Lösung in den gekennzeichneten Abfallbehälter.

Wiederholen Sie den Versuch mit :

20 g Kaliumnitrat

10 g Ammoniumchlorid

20 g Ammoniumchlorid

Anschließend wiederholen Sie den Versuch mit jeweils 5 g und 10 g Calciumchlorid und Natriumcarbonat. Bei diesen Salzen notieren Sie die höchste gemessene Temperatur ( $T_{\max}$ ).

Protokoll:

Erstellen Sie eine tabellarische Übersicht aller Meßwerte und errechnen Sie die Temperaturdifferenzen.

## 3.2 Bestimmung der Masse

### 3.2.1 Flächenbestimmung durch Wägung

Geräte: 1 Analysen- oder Präzisionswaage, Ablesbarkeit +/- 1mg

1 Papierschere

1 Bogen Millimeterpapier DIN A3

Vorbereitungen:

Der Ausbilder / die Ausbilderin schneidet aus dem Bogen Millimeterpapier eine unregelmäßige Figur aus, deren Fläche nicht kleiner als  $15 \text{ cm}^2$  ist.

Durchführung:

Die Fläche der unregelmäßigen Figur wird durch Auszählen des Quadrat-zentimeter- und Quadratmillimeterasters ermittelt: \_\_\_\_\_  $\text{cm}^2$

Diese sehr zeitaufwendige Arbeit soll im folgenden durch eine Wägung vereinfacht durchgeführt werden, ein Verfahren, mit dem die Industrie zum Beispiel 100 Schrauben einer Größe abpackt. Dazu werden aus dem verbliebenen Bogen Millimeterpapier folgende Vergleichsflächen ausgeschnitten:

9 Stücke a'  $1 \text{ cm}^2$

3 Stücke a'  $9 \text{ cm}^2$  ( $9 \text{ cm} * 1 \text{ cm}$ )

3 Stücke a'  $9 \text{ cm}^2$  ( $3 \text{ cm} * 3 \text{ cm}$ )

1 Stück a'  $16 \text{ cm}^2$  ( $4 \text{ cm} * 4 \text{ cm}$ )

1 Stück a'  $30 \text{ cm}^2$  ( $6 \text{ cm} * 5 \text{ cm}$ )

Vorbereitung der Waage:

Wegen der verschiedenen Waagentypen kann keine Bedienungsanleitung gegeben werden. Sie ist aber dem mitgelieferten Handbuch zu entnehmen. Nachfolgend sind einige grundsätzliche Arbeitsschritte aufgeführt.

1. Die Waage wird an einem erschütterungsfreien Ort aufgestellt.  
Zugluft darf die Wägung nicht beeinflussen!
2. Mit Hilfe der Libelle wird die Waage horizontal ausgerichtet.
3. Die Wägeschale wird gesäubert.
4. Der Nullpunkt wird eingestellt (siehe Handbuch des Herstellers).

Achtung: Einige Waagen müssen, nachdem sie vom E-Netz genommen wurden, neu justiert werden.

Nun kann gewogen werden:

- |  |                |
|--|----------------|
| 1. 3 Stücke a' $1 \text{ cm}^2$                                  | Masse: _____ g |
| 3 Stücke a' $1 \text{ cm}^2$                                     | Masse: _____ g |
| 3 Stücke a' $1 \text{ cm}^2$                                     | Masse: _____ g |
| 2. 1 Stück a' $9 \text{ cm}^2$ ( $9 \text{ cm} * 1 \text{ cm}$ ) | Masse: _____ g |
| 1 Stück a' $9 \text{ cm}^2$ ( $9 \text{ cm} * 1 \text{ cm}$ )    | Masse: _____ g |
| 1 Stück a' $9 \text{ cm}^2$ ( $9 \text{ cm} * 1 \text{ cm}$ )    | Masse: _____ g |
| 3. 1 Stück a' $9 \text{ cm}^2$ ( $3 \text{ cm} * 3 \text{ cm}$ ) | Masse: _____ g |
| 1 Stück a' $9 \text{ cm}^2$ ( $3 \text{ cm} * 3 \text{ cm}$ )    | Masse: _____ g |
| 1 Stück a' $9 \text{ cm}^2$ ( $3 \text{ cm} * 3 \text{ cm}$ )    | Masse: _____ g |
| 4. 1 Stück a' $16 \text{ cm}^2$                                  | Masse: _____ g |
| 5. 1 Stück a' $30 \text{ cm}^2$                                  | Masse: _____ g |
| 6. unregelmäßige Figur   | Masse: _____ g |

Auswertung:

Mit dem Ergebnis jeder Wägung wird nun die Fläche der unregelmäßigen Figur berechnet. Dies geschieht mit dem Dreisatz:

- a (g) Millimeterpapier entsprechen b ( $\text{cm}^2$ ) Millimeterpapier
- y (g) Millimeterpapier entsprechen x ( $\text{cm}^2$ ) Millimeterpapier

Der Mittelwert errechnet sich: Summe der Einzelwerte  $x_{1-3}$  dividiert durch die Anzahl der Einzelwerte n.

Mittelwert: 
$$\frac{x_1 + x_2 + x_3}{3} = \bar{x}$$

- a) Erklären Sie die unterschiedlichen Ergebnisse.
- b) Geben Sie eine Methode an, mit der das Ergebnis noch verbessert werden kann.

### 3.2.2 Einflüsse auf die Wägegenauigkeit

Ziel des Versuchs: Die verschiedenen Einflüsse auf die Wägung werden gemessen.

Geräte: 1 Waage, +/- 0,001 g  
4 Uhrgläser, Ø 60 mm  
1 Vollpipette, 5 ml  
1 Vollpipette, 50 ml  
1 Becherglas, 100 ml, breite Form  
1 Trockenschrank, 105 °C  
1 Kühlschrank, 8 °C  
1 Exsikkator  
1 Tiegelzange, kurz  
2 Rundfilter, Ø 120 mm

Chemikalien: destilliertes Wasser  
2-Propanol (R 11 und S 7;16)

Durchführung:

Vorbereitungen: Ein Filterpapier wird locker so zusammengeknäult, daß es auf ein Uhrglas paßt. Dann stellen Sie es für mindestens 20 Minuten in den Trockenschrank. Ein trockenes, sauberes Uhrglas wird ebenfalls für 20 Minuten in den Trockenschrank gestellt, ein anderes in den Kühlschrank.

#### 1. Wägung warmen Wägegutes

Entnehmen Sie mit einer Tiegelzange dem Trockenschrank ein Uhrglas, und stellen Sie es unverzüglich auf die Waage. Notieren Sie die Masse, die Sie sofort nach dem Auflegen an der Waage abschätzen können.

Achtung: Eine genaue Ablesung ist nicht möglich !

Beobachten Sie Veränderungen der Masse über einen Zeitraum von etwa 10 Minuten und notieren Sie Massen, die Ihnen interessant erscheinen (kleinste Masse, größte Masse usw.) sowie die zugehörige Zeit, gemessen vom Auflegen des Wägegutes.

## **2. Wägung kalten. Wägegutes**

Verfahren Sie wie unter 1. beschrieben mit der Uhrglasschale aus dem Kühlschrank.

## **3. Wägung trockenen Wägegutes**

Mit der Tiegelzange wird das getrocknete Filterpapier auf der Uhrglasschale vom Trockenschrank in den Exsikkator gestellt. Nachdem das Wägegut auf Raumtemperatur abgekühlt ist (frühestens nach 30 Minuten), wird es auf die Waage gestellt. Nun wird wie in 1. und 2. verfahren, allerdings sollte hier so lange gewartet werden, bis die Masse konstant bleibt.

## **4. Wägung flüssigen Wägegutes**

Pipettieren Sie 5 ml 2-Propanol in das 100-ml-Becherglas, und stellen Sie es auf die Waage. Beobachten Sie die Anzeige der Waage mindestens zwei Minuten lang.

Auswertung:

Erklären Sie die Massenänderungen in den Beobachtungszeiträumen in den Versuchen 1 - 4.

## **5. Massenkonstanz**

Befeuchten Sie ein Filterpapier, und falten Sie es zunächst einmal in der Mitte und dann noch einmal, so daß Sie nun einen vierfachliegenden Kreissektor von  $90^\circ$  vor sich haben. Legen Sie diesen auf eine Uhrglasschale, und stellen Sie das Ganze in den leeren Trockenschrank.

Nach 20 Minuten wird das Uhrglas und das Filter mit einer Tiegelzange dem Trockenschrank entnommen und in den Exsikkator gestellt. Nachdem das Wägegut auf Raumtemperatur abgekühlt ist (frühestens nach 30 Minuten), wird seine Masse bestimmt. Dann wird das Uhrglas mit dem Filter wieder in den leeren Trockenschrank gestellt.

Wiederholen Sie diesen Vorgang alle 20 Minuten, bis sich die Masse um nicht mehr als 2 mg von der zuletzt gewogenen Masse unterscheidet.

### 3.3 Volumenmessung

**Geräte:** 1 Becherglas 250 ml  
1 Meßzylinder 250 ml, 100 ml  
1 Imhofftrichter mit Gestell  
1 Meßkolben 250 ml, 100 ml  
1 Saugkolbenmeßpipette, 10 ml  
1 Vollpipette 50 ml  
Peleusball

Notieren Sie alle Meßwerte und Beobachtungen in Ihrem Notizbuch. Nach der Durchführung erstellen Sie ein Protokoll, das die geordneten Meßwerte und die Antworten zu den Fragen enthält.

#### Messungen mit Meßzylindern

##### Versuch

Füllen Sie das 250-ml-Becherglas mit Leitungswasser und geben dies in kleinen Portionen in den trockenen 250-ml-Meßzylinder bis maximal 95 ml vorliegen. Dann füllen Sie diese Menge in den trockenen 100-ml-Meßzylinder. Welche Messung ist genauer? Begründen Sie Ihre Antwort.

#### Messungen mit dem Imhofftrichter

##### 1. Versuch

Füllen Sie fünfmal 100 ml Wasser mit dem Meßzylinder in den trockenen Imhofftrichter. Liegen letztlich 500 ml Wasser vor? Wie erklärt sich die Beobachtung?

##### 2. Versuch

Messen Sie mit der Saugpipette 8 ml ab und pipettieren es in den trockenen Imhofftrichter, lesen den Wert ab und notieren diesen. Welches Volumen ist ablesbar, wenn Sie vier weitere Portionen dazu pipettiert haben? Füllen Sie dann das Wasser in den trockenen 100-ml-Meßzylinder. Welches Volumen ist ablesbar? Erklären Sie die Differenz(en).

## **Messungen mit dem Meßkolben**

### **1. Versuch**

Füllen Sie den 250-ml-Meßzylinder mit 100 ml Leitungswasser und geben dies in den trockenen 100-ml-Meßkolben.

Steht der Meniskus über oder unter der Markierung?

Weshalb gibt es eine Differenz?

### **2. Versuch**

Füllen Sie das Wasser aus dem Meßkolben in den trockenen 100-ml-Meßzylinder.

Welches Volumen ist ablesbar?

Erklären Sie, weshalb Differenzen auftreten.

### **3. Versuch**

Pipettieren Sie mit der Vollpipette fünfmal 50 ml Wasser in den trockenen 250-ml-Meßkolben.

Wo steht der Meniskus?

Erklären sie eventuelle Abweichungen.

### 3.4 Bestimmung der Dichte

Die Dichte ist definiert als Verhältnis der Masse eines Stoffes zum Volumen, das dieser Stoff einnimmt. Das Formelzeichen der Dichte ist das  $\rho$  (griechischer Buchstabe: rho).

$$\rho = \frac{m}{V}$$

Die Einheit der Dichte ergibt sich aus den Einheiten der beteiligten Größen Masse (g; kg) und Volumen ( $\text{cm}^3$ ;  $\text{dm}^3$ ;  $\text{m}^3$ ).

Sie lautet:

$$\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}, \frac{\text{kg}}{\text{dm}^3}, \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$$

Beachten Sie, daß die Dichte eine temperaturabhängige Meßgröße ist. Bei den nachfolgenden Versuchen muß daher für konstante Temperaturverhältnisse (meist Raumtemperatur oder mit Wasserbad temperieren) gesorgt werden.

Bei allen Dichteangaben ist die Temperatur mit anzuzeigen.

### 3.4.1 Dichtebestimmung durch Volumen- und Massemessung

- Geräte: 1 Meßzylinder, hohe Form, die Größe richtet sich nach dem Prüfkörper, (unregelmäßig geformt, aus Metall)  
1 Präzisionswaage, +/- 0,001 g  
1 Bürste  
1 Thermometer

Chemikalien: destilliertes Wasser

Durchführung:

Die Masse des Prüfkörpers (PK) wird durch Wägung ermittelt.

$$m_{PK} = \underline{\hspace{2cm}} \text{ g}$$

Zur Volumenbestimmung wird ein Meßzylinder, dessen Durchmesser soeben das Einführen des Prüfkörpers erlaubt, zur Hälfte mit Wasser (W) gefüllt. Das Volumen wird notiert:

$$V_W = \underline{\hspace{2cm}} \text{ cm}^3$$

Nun wird der Prüfkörper vollständig in das Wasser gelassen und das Gesamtvolumen  $V_G$  bestimmt. Hierbei ist darauf zu achten, daß keine Luftblasen am Prüfkörper haften und der Temperatureausgleich stattgefunden hat.

$$V_G = \underline{\hspace{2cm}} \text{ cm}^3$$

Auswertung

Die Dichte  $\rho_{PK}$  errechnet sich dann nach der Gleichung

$$\rho_{PK} = \frac{m_{PK}}{V_G - V_W}$$

$$\rho_{PK} = \underline{\hspace{2cm}} \text{ g/cm}^3 \text{ bei } T = \underline{\hspace{2cm}} \text{ } ^\circ\text{C}$$

### 3.4.2 Dichtebestimmung durch Wägung eines Volumens

Geräte: 1 Vollpipette, 10 ml  
2 Bechergläser, 100 ml  
1 Präzisionswaage (Genauigkeit mindestens: +/- 0,001 g)  
1 Thermometer

Chemikalien: Ethylalkohol (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH) (R 11 und S 7;16)  
dest. Wasser

Durchführung:

Füllen Sie 10 ml Ethanol mit einer Pipette (Peleusball benutzen!) in ein Becherglas, das Sie vorher gewogen haben. Anschließend wiegen Sie es mit der Flüssigkeit.

Auswertung:

Meßtemperatur:	T = _____ °C
Masse des Becherglases:	m <sub>B</sub> = _____ g
Masse des Becherglases mit Ethanol:	m <sub>BE</sub> = _____ g
Masse des Ethanols:	m <sub>E</sub> = _____ g
Volumen des Ethanols:	V <sub>E</sub> = _____ cm <sup>3</sup>

$$\rho_E = \frac{m_E}{V_E} \quad \rho_E \text{ _____ g/cm}^3 \text{ bei } T = \text{ _____ } ^\circ\text{C}$$

Wiederholen Sie den Versuch mit dest. Wasser.

### 3.4.3 Dichtebestimmung mit dem Aräometer

Geräte: 1 Aräometer (Meßbereich beachten!)

1 Thermometer

1 Meßzylinder, 250 ml

Chemikalien: Ethanol ( $C_2H_5OH$ ) (R 11 und S 7;16)

destilliertes Wasser

gesättigte Kochsalzlösung

Durchführung:

Füllen Sie den Standzylinder etwa mit 200 ml der entsprechenden Flüssigkeit und lassen das Aräometer langsam (!) in die Flüssigkeit ab. Die unten mit Blei beschwerte Senkspindel stellt sich senkrecht und die Röhre mit der Strichteilung ragt zum Teil heraus. Je geringer die Dichte der Flüssigkeit ist, um so tiefer taucht die Spindel in die Flüssigkeit ein. Lesen Sie den Meßwert an dem Meniskus ab, den die Flüssigkeit um die Spindel bildet. Dabei soll die Spindel frei in der Flüssigkeit schweben, ohne die Wandung des Zylinders zu berühren.

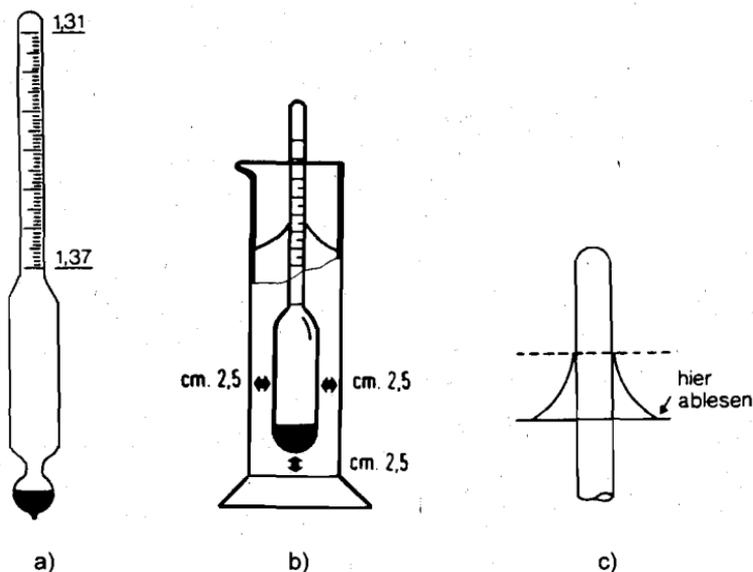


Abb. 54: a) Aräometer, b) Meßvorgang, c) Ablesen der Dichte

Auswertung:

Dichte von Ethanol:

$\rho_E$  \_\_\_\_\_ g/cm<sup>3</sup> bei T= \_\_\_\_\_ °C

Dichte von destilliertem Wasser:

$\rho_W$  \_\_\_\_\_ g/cm<sup>3</sup> bei T= \_\_\_\_\_ °C

Dichte von gesättigter Kochsalzlösung:

$\rho_{Ks}$  \_\_\_\_\_ g/cm<sup>3</sup> bei T= \_\_\_\_\_ °C

Bemerkung:

Bei dieser Art der Dichtebestimmung besteht die Gefahr, daß Sie den Meßbereich des Aräometers für die zu messende Flüssigkeit falsch eingeschätzt haben. So kann unter Umständen das Aräometer zu schnell auf den Boden absinken und zerbrechen. Es muß daher vorsichtig in die Flüssigkeit abgesenkt werden.

### 3.4.4 Bestimmung des Massenanteils $w(\text{Salz})$ einer Salzlösung

Geräte: 1 Laborwaage, +/- 0,01 g  
1 Meßzylinder, 250 ml  
1 Erlenmeyerkolben, 500 ml  
Spindelsatz (Aräometer) 1,000 g/ml bis 1,400 g/ml

Chemikalien: Wählen Sie eines der folgenden Salze

$\text{NaNO}_3$

$\text{NaCl}$

$\text{KCl}$

$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

$\text{NH}_4\text{Cl}$

$\text{KNO}_3$

Schwermetallsalze sollten wegen der Entsorgung vermieden werden. Bei anderen Salzen ist evtl. das enthaltene Kristallwasser zu berücksichtigen.

Durchführung:

Stellen Sie Salzlösungen mit unterschiedlichen Massenanteilen her, deren Dichten Sie mit dem Aräometer bestimmen. Die erhaltenen Meßwerte stellen Sie in Abhängigkeit der Massenanteile in einem Diagramm graphisch dar.

#### 1. Erstellen einer Kalibriergeraden:

Es werden jeweils 300 g Salzlösung benötigt, wobei der Massenanteil  $w(\text{Salz}) = 0,14; 0,12; 0,10; 0,08; 0,06$  betragen soll.

Stellen Sie in einem trockenen 500-ml-Erlenmeyerkolben die Salzlösung mit  $w(\text{Salz}) = 0,14$  her. Füllen Sie die Lösung in einen trockenen 250-ml-Meßzylinder und spindeln die Dichte.

Stellen Sie aus der 14%igen Lösung durch Verdünnen mit Wasser 300 g einer Salzlösung mit  $w(\text{Salz}) = 0,12$  her. Spindeln Sie die Dichte wie oben beschrieben.

Die Herstellung der 10 % igen, 8 % igen, und 6 % igen Salzlösung mit anschließender Dichtebestimmung erfolgt ebenfalls durch Verdünnen der jeweils vorherigen Salzlösung.

## 2. Erstellen eines Diagramms und der Kalibriergeraden

In dem Diagramm tragen Sie die ermittelten Dichtewerte gegen die jeweiligen Massenanteile auf und ermitteln die Ausgleichsgerade.

## 3. Bestimmung des Massenanteils einer unbekanntes Salzlösung

Von der ausgegebenen Salzlösung ist der Massenanteil  $w(\text{Salz})$  zu bestimmen. Füllen Sie die zu bestimmende Salzlösung in einen trockenen 250-ml-Meßzylinder und ermitteln Sie die Dichte. Anhand der erstellten Kalibriergeraden ermitteln Sie den Massenanteil der Lösung.

## Protokoll

Das Protokoll umfaßt alle Rechnungen und Wägungen sowie das Diagramm. Das Ergebnis der unbekanntes Lösung  $w(\text{Lösung})$  soll mit 2 Stellen nach dem Komma angegeben sein.

### 3.5 Bestimmung des pH-Wertes

#### 3.5.1 Versuche zur pH-Messung

Geräte: 1 pH-Meter

1 pH-Elektrode (mit Temperaturfühler)

6 Bechergläser 250 ml

1 Magnetrührer mit Rührstäben

1 Waage (Genauigkeit: 1/10 g)

1 Rolle Universalindikatorpapier pH 0 -14

1 Packung pH-Indikatorstäbchen pH 0 -14

Chemikalien: Natriumcarbonat ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )

Eisen(III)-chlorid ( $\text{FeCl}_3$ )

Ammoniumchlorid ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )

Aluminiumsulfat ( $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ )

Natriumacetat ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ )

Natriumchlorid ( $\text{NaCl}$ )

dest. Wasser ( $\text{H}_2\text{O}$ )

Vorbereitung:

Vor Benutzung des pH- Meters ist die Kalibrierung zu überprüfen.

Durchführung:

Es soll der pH-Wert von verschiedenen Salzlösungen gemessen werden. Benötigt werden 200 g der jeweiligen Salzlösung. Der Salzgehalt soll bei allen Lösungen gleich sein (5 Gew. -%).

Verwendet werden:

1.  $\text{Na}_2\text{CO}_3$

2.  $\text{FeCl}_3$

3.  $\text{NH}_4\text{Cl}$

4.  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$

5.  $\text{CH}_3\text{COONa}$

6.  $\text{NaCl}$

Enthalten diese Salze Kristallwasser, soll dieses bei der Berechnung der erforderlichen Mengen berücksichtigt werden.

Ein sauberes 250-ml-Becherglas wird zunächst leer gewogen, dann die berechnete Salzmenge dazugewogen und schließlich soviel dest. Wasser zugegeben, bis 200 g Lösung vorliegen.

Die Werte der Wägungen sind dem Protokollvordruck entsprechend zu notieren.

Die vollständige Lösung der Salze lässt sich durch einen Magnetrührer beschleunigen (nicht erwärmen!).

Die pH-Werte der fertigen Lösungen werden nun mit dem pH-Meter, den Indikatorstäbchen und dem Indikatorpapier gemessen und die Werte notiert.

	$\text{Na}_2\text{CO}_3$	$\text{FeCl}_3$	$\text{NH}_4\text{Cl}$
Glas leer			
Glas-Salz			
Glas-Lsg.			

pH-Papier			
pH-Stäbchen			
pH-Meter			

	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$	$\text{CH}_3\text{COONa}$	$\text{NaCl}$
Glas leer			
Glas Salz			
Glas-Lsg.			

pH-Papier			
pH-Stäbchen			
pH-Meter			

Diskutieren Sie die erhaltenen Ergebnisse !

### 3.5.2 Versuch zur Überprüfung einer pH-Elektrode

Ziel des Versuches: Die Funktionsfähigkeit einer pH-Elektrode zu überprüfen, ohne andere pH-Meter benutzen zu müssen.

Geräte: 1 pH-Meter  
1 pH-Elektrode  
3 Bechergläser, 100 ml  
1 Magnetrührer  
3 Magnetrührstäbe, passend für die Bechergläser  
1 Spritzflasche (dest. Wasser)  
Lineal  
Millimeterpapier  
Taschenrechner

Chemikalien: pH-Pufferlösungen pH 4, pH 7 und pH 9  
Kaliumchloridlösung,  $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/l}$

Vorbereitung: Für die Messung des pH-Wertes müssen Ladungen durch das Glas der Elektrode transportiert werden. Das Glas lagert aber Wasser in seiner Oberfläche ein, es quillt, und ändert dabei seine elektrischen Eigenschaften. Da diese bei der Messung konstant sein müssen, werden trockene Elektroden für ca. 24 Stunden in KCl-Lösung  $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/l}$  gestellt, bevor sie benutzt werden können.

Durchführung:

Befüllen Sie Bechergläser soweit mit je einer der Pufferlösungen, daß das Diaphragma der Elektrode gut in die Lösung eintauchen kann. In jedes Becherglas legen Sie ein Magnetrührstäbchen. Schließen Sie die vorgequollene pH-Elektrode an das pH-Meter an und schalten das Gerät in den Messmodus mV.

Die pH-Elektrode wird gut mit destilliertem Wasser aus der Spritzflasche abgespült und dann soviel anhaftendes Wasser wie möglich abgeschüttelt, um die Pufferlösungen zu schonen. Dann taucht man die Elektrode in die gerührte Pufferlösung pH 4. Nachdem sich die Anzeige stabilisiert hat, das dauert in der Regel einige Minuten, wird der Wert notiert. Danach wird der Puffer pH 7 und dann pH 9 gemessen.

pH	U [mV]
4	_____
7	_____
9	_____

**Auswertung:**

Die Werte der obigen Tabelle werden graphisch dargestellt. Handelt es sich bei dem Graphen nicht um eine Gerade, so kann dies folgende Ursachen haben:

- die Pufferlösungen waren nicht mehr in Ordnung,
- das destillierte/entionisierte Wasser war nicht in Ordnung,
- die Meßwerte waren noch nicht konstant.

Wiederholen Sie den Versuch mit neuen Lösungen, und warten Sie, bis Sie einen konstanten Meßwert ablesen können.

Die Steigung der Geraden wird dann gemäß der Gleichung

$$a = (U_E - U_A) / (pH_E - pH_A)$$

$U_{A/E}$  = Spannung<sub>Anfang/Ende</sub>

$pH_{A/E}$  = pH-Wert<sub>Anfang/Ende</sub>

errechnet und in mV/pH angegeben.

Der theoretische Wert für die Steigung oder Steilheit dieser Geraden ist -59,2 mV/pH. Wenn die Steilheit einer Elektrode nicht mehr als 10 % Abweichung von diesem Wert hat, ist die Elektrode noch brauchbar.

### 3.6 Bestimmung der Leitfähigkeit

- Geräte: 1 Leitfähigkeitsmeßgerät  
3 Bechergläser  
1 Waage  
Meßkolben  
Vollpipetten  
Peleusball

Chemikalien: z.B. : Natriumchlorid, Kaliumchlorid, Natriumnitrat  
destilliertes Wasser

Durchführung:

Stellen Sie eine Stammlösung  $c(\text{Salz}) = 10 \text{ g/l}$  , her. Stellen Sie durch geeignetes Verdünnen jeweils 100 ml verdünnte Lösung her. Die Konzentrationen der Lösungen sollen im Bereich von 10 g/l bis 1 g/l liegen. Messen Sie die Leitfähigkeit aller Konzentrationen und tragen Sie die Meßwerte in ein Diagramm ein:

Auswertung: verwendetes Salz: \_\_\_\_\_

Volumen		Konzentration	Leitfähigkeit [      ]
Stammlösung	Meßkolben		

Messen Sie nun die Leitfähigkeit der Salzprobenlösung mit unbekannter Konzentration:

Auswertung:

Leitfähigkeit der Probelösung: \_\_\_\_\_

Zeichnen Sie eine Kalibriergerade:

Hinweise!

Die Kalibriergerade wird auf Millimeterpapier gezeichnet. Zeichnen Sie ein Koordinatenkreuz. Nutzen Sie das Millimeterpapier vollständig aus. Tragen Sie auf der x - Achse die Massenkonzentration und auf der y - Achse die Leitfähigkeit ein. Wählen Sie die Abstände auf den Achsen so groß, daß die ganze Achse ausgenutzt wird. Tragen Sie die Meßpunkte deutlich mit einem Kreuz in Ihr Diagramm ein. Verbinden Sie möglichst viele Meßpunkte mit einem Lineal. Beschriften Sie Ihr Diagramm mit Namen, Datum, Überschrift und die Achsen mit den entsprechenden Größen.

Konzentration der unbekanntten Salzprobenlösung: \_\_\_\_\_

### 3.7 Bestimmung der Löslichkeit verschiedener Salze in Abhängigkeit von der Temperatur

#### Allgemeines

Die Löslichkeit von Salzen ist abhängig von der Menge des Lösemittels und von der Temperatur des Lösemittels. Deshalb ist die Löslichkeit bei einer bestimmten Temperatur definiert als

$$L_T = \frac{\text{g gelöste Substanz}}{100 \text{ g Lösemittel}}$$

Bei dieser Angabe handelt es sich immer um eine **gesättigte** Lösung, d. h. es ist ein sogenannter Bodensatz an Salzkristallen erkennbar.

Geräte: 1 Becherglas (niedrige Form), 250 ml  
1 Thermometer mit Klammer und Muffe  
1 Glasstab  
1 Wasserbad  
1 Meßzylinder, 100 ml  
1 Präzisionswaage

Chemikalien: Sie erhalten ein unbekanntes Salz  
Wegen evtl. Löslichkeitsprobleme und wegen der einfachen Entsorgung werden nur folgende Salze empfohlen:  
KCl, NaCl, NH<sub>4</sub>Cl, KNO<sub>3</sub>, KHCO<sub>3</sub>

#### Aufgabe

Bestimmen Sie die Löslichkeit eines Salzes bei 20°C, 40°C und 60°C. Achten Sie darauf, daß die Temperaturen auf +/- 1°C konstant gehalten werden.

### Durchführung:

Auf der Waage bestimmen Sie die Masse der PE-Flasche mit dem Salz. Messen Sie 100 ml dest. Wasser ab, füllen es in das Becherglas und geben den Rührstab und das Thermometer dazu. Das benötigte Thermometer und der Glasstab verbleiben ständig im Becherglas. Geben Sie nun mit dem Spatel kleine Substanzmengen unter Rühren in das dest. Wasser und beobachten dabei Thermometer und Lösevorgang. Die Temperatur der Lösung darf maximal  $\pm 1,5$  °C von der Solltemperatur abweichen; gegebenenfalls muß temperiert werden. Werden am Becherglasboden einige wenige Kristalle sichtbar, die sich auch bei längerem Rühren nicht lösen, ist die Lösung gesättigt; die Salzzugabe wird beendet. Wiegen Sie nun die PE-Flasche mit dem restlichen Salz, notieren den Wert und berechnen die Masse gelöstes Salz.

Anschließend erwärmen Sie die Lösung auf 40°C und geben wieder soviel Salz zu, bis eine gesättigte Lösung vorliegt. Wiegen Sie wiederum die PE-Flasche mit dem restlichen Salz und errechnen die gelöste Menge.

Ebenso bestimmen Sie die Löslichkeit bei 60°C .

### Auswertung:

Erstellen Sie eine tabellarische Übersicht aller Wägungen und Berechnungen. Die gelöste Salzmenge geben Sie in g/l mit einer Stelle nach dem Komma an. Erstellen Sie auch eine Wertetabelle und ein Diagramm.



## 4 Herstellen von Lösungen

Eine Lösung ist ein Gemenge aus einem Lösemittel und dem in ihm gelösten Stoff (Feststoff, Flüssigkeit oder Gas). Nach der Teilchengröße unterscheidet man echte Lösungen und unechte Lösungen.

Lösungen können hergestellt werden

- durch Einwaage bzw. Abmessen fester oder flüssiger Substanzen und Zugabe von so viel Lösemittel, bis die gewünschte Menge an Lösung erreicht ist,
- durch Verdünnen konzentrierter Lösungen mit dem Lösemittel.

Beim Herstellen der Lösungen geht man so vor, daß man einen Teil des Lösemittels vorlegt und den zu lösenden Stoff in kleinen Portionen dazugibt. Beschleunigt wird der Lösevorgang in vielen Fällen durch Erwärmen und Umrühren bzw. Schütteln. Für die Durchführung von Laborversuchen mit Lösungen muß die Menge des gelösten Stoffes in der Lösung bekannt sein. Die gebräuchlichsten Gehaltsangaben sind der Massenanteil und die Stoffmengenkonzentration.

Werden Lösungen im Meßkolben hergestellt, beachten Sie unbedingt, daß die Temperatur von 20°C einzuhalten ist. Eventuell sind die Lösungen zu temperieren.

### Massenanteil:

Die Masse einer Lösung  $m(L)$ , setzt sich aus der Masse des gelösten Stoffes  $m(X)$ , und der Masse des Lösemittels  $m(Lm)$ , zusammen.

$$m(L) = m(X) + m(Lm)$$

Der Massenanteil des gelösten Stoffes  $w(X)$ , gibt die Masse des gelösten Stoffes  $m(X)$ , bezogen auf die Masse der Lösung  $m(L)$ , an. Die Angabe % bedeutet, daß sich der Massenanteil auf 100 g Lösung bezieht.

$$w(X) = \frac{m(X)}{m(L)}$$

Beispielberechnung des Massenanteils:

Es sollen 300 g einer Natriumchlorid Lösung  $w(\text{NaCl}) = 0,039$  hergestellt werden. Zu berechnen sind die Massen an Natriumchlorid und Wasser, die einzusetzen sind.

a) Berechnung mit dem Dreisatz:

100 g Lösung enthalten 3,9 g NaCl

300 g Lösung enthalten x NaCl

$$x = \frac{3,9 \text{ g} \cdot 300 \text{ g}}{100 \text{ g}}$$

$$x = 11,7 \text{ g}$$

Für 300 g Lösung werden 11,7 g Natriumchlorid und  $300 \text{ g} - 11,7 \text{ g} = 288,3 \text{ g}$  Wasser benötigt.

b) Berechnung mit Größengleichung:

$$w(\text{NaCl}) = \frac{m(\text{NaCl})}{m(\text{L})}$$

$$m(\text{NaCl}) = w(\text{NaCl}) \cdot m(\text{L})$$

$$m(\text{NaCl}) = 0,039 \cdot 300 \text{ g}$$

$$m(\text{NaCl}) = 11,7 \text{ g}$$

$$m(\text{L}) = m(\text{Lm}) + m(\text{NaCl})$$

$$m(\text{Lm}) = m(\text{L}) - m(\text{NaCl})$$

$$m(\text{Lm}) = 300 \text{ g} - 11,7 \text{ g}$$

$$m(\text{Lm}) = 288,3 \text{ g}$$

Für die Lösung werden 11,7 g Natriumchlorid und 288,3 g Wasser benötigt.

### Stoffmengenkonzentration:

Die Stoffmengenkonzentration,  $c(X)$ , ist eine Gehaltsangabe für eine Lösung, bei der die Stoffmenge des gelösten Stoffes  $n(X)$ , auf das Volumen der Lösung  $V(L)$ , bezogen wird.

$$c(X) = \frac{n(X)}{V(L)}$$

### Beispielberechnung der Stoffmengenkonzentration

Es sollen 500 ml einer Natriumhydroxid-Lösung,  $c(\text{NaOH}) = 0,3 \text{ mol/l}$ , hergestellt werden.

Zu berechnen ist die erforderliche Einwaage an Natriumhydroxid.

a) Berechnung mit dem Dreisatz:

1000 ml Lösung enthalten 0,3 mol NaOH

500 ml Lösung enthalten  $x$  mol NaOH

$$x = \frac{0,3 \text{ mol} \cdot 500 \text{ ml}}{1000 \text{ ml}}$$

$$x = 0,15 \text{ mol NaOH}$$

$M(\text{NaOH}) = 40 \text{ g/mol}$

1 mol NaOH hat die Masse 40 g

0,15 mol NaOH hat die Masse  $x$

$$x = \frac{40 \text{ g} \cdot 0,15 \text{ mol}}{1 \text{ mol}}$$

$$x = 6 \text{ g}$$

Die Einwaage an Natriumhydroxid beträgt 6 g.

b) Berechnung mit Größengleichungen:

$$(1) \quad c = \frac{n(\text{NaOH})}{V(\text{L})}$$

$$(2) \quad M(\text{NaOH}) = \frac{m(\text{NaOH})}{n(\text{NaOH})}$$

aus (1):  $n(\text{NaOH}) = c(\text{NaOH}) * V(\text{L})$

$$n(\text{NaOH}) = 0,3 \text{ mol/l} * 0,5 \text{ l}$$

$$n(\text{NaOH}) = 0,15 \text{ mol}$$

aus (2):  $m(\text{NaOH}) = M(\text{NaOH}) * n(\text{NaOH})$

$$m(\text{NaOH}) = 40 \text{ g/mol} * 0,15 \text{ mol/l}$$

$$m(\text{NaOH}) = 6 \text{ g}$$

Die Einwaage an Natriumhydroxid beträgt 6 g.

#### 4.1 Herstellen von Lösungen mit bestimmtem Massenanteil

Geräte: Analysenwaage oder Präzisionswaage,  $\pm 0,001$  g  
2 Weithals-erlenmeyerkolben, 250 ml  
1 Wägegefäß  
1 Löffelspatel

Chemikalien: Natriumchlorid  
dest. Wasser

Durchführung:

Es sollen zwei Lösungen hergestellt werden:

Lösung 1: 120 g Natriumchlorid-Lösung,  $w(\text{NaCl}) = 0,144$

Lösung 2: 90 g Natriumchlorid-Lösung,  $w(\text{NaCl}) = 0,084$

Alle Berechnungen und Wägungen sind im Protokoll anzugeben.

Die zur Herstellung der Lösungen 1 und 2 berechneten Massen an Natriumchlorid werden im Wägegefäß abgewogen und quantitativ in den Erlenmeyerkolben überspült.

Wurde zuviel Natriumchlorid entnommen, so wird dieses in ein Entsorgungsgefäß und nicht zurück in die Chemikalienflasche gegeben.

Nun wird so lange Wasser hinzugefügt, bis die Waage die Gesamtmasse der Lösung anzeigt. Das Salz wird durch Umschwenken des Kolbens gelöst. Der Lösungsvorgang ist beendet, sobald keine Schlieren mehr in der Lösung zu beobachten sind.

## 4.2 Mischen von Lösungen mit bekannten Massenanteilen an Natriumchlorid und anschließender Gehaltsbestimmung

Die in dem vorhergehenden Versuch hergestellten Lösungen 1 und 2 werden gemischt und der Massenanteil an Natriumchlorid,  $w(\text{NaCl})$  der neuen Lösung 3 durch Trockengehaltsbestimmung ermittelt.

Die Berechnungen und Wägungen sind im Protokoll anzugeben.

Geräte: 1 Erlenmeyerkolben, 250 ml

- 1 Pipette
- 1 Abdampfschale
- 1 Exsikkator
- 1 Bunsenbrenner
- 1 Vierfuß
- 1 Ceranplatte
- Waage

Chemikalien: Salzlösungen 1 und 2 aus dem vorhergehenden Versuch

Durchführung:

Wiegen Sie 62,5 g der Salzlösung 1 und 37,5 g der Salzlösung 2 in den Erlenmeyerkolben ein, (Pipette zur Hilfe nehmen) und vermischen Sie diese durch Umschwenken des Kolbens miteinander. Von dieser Lösung 3 wiegen Sie eine Portion von 15 bis 20 g (genaue Masse notieren) in eine Abdampfschale ein, die zuvor getrocknet und gewogen wurde. Anschließend erhitzen Sie vorsichtig mit der Gasbrennerflamme so lange, bis das Wasser vollständig verdampft ist. Das Natriumchlorid darf nicht aus der Schale herausspritzen!

Nach dem Abkühlen im Exsikkator (ca. 30 min.) wiegen Sie die Abdampfschale mit dem Trockenrückstand erneut.

Aus den Massen des eingetrockneten Salzes und der zuvor eingewogenen Lösung ist nun der Massenanteil an Natriumchlorid der Lösung 3 zu berechnen.

### 4.3 Herstellung einer Schwefelsäure-Lösung

Geräte: 1 Peleusball

1 Meßpipette, 10 ml

1 Meßkolben, 250 ml

1 langes Thermometer

1 Pipette

Chemikalien: Schwefelsäure-Lösung mit einem Massenanteil  $w(\text{H}_2\text{SO}_4)$  zwischen 0,40 und 0,50 wird vom Ausbilder/von der Ausbilderin bereitgestellt

Durchführung:



#### Sicherheitshinweis:

Beachten Sie die Sicherheitsratschläge für den Umgang mit konzentrierten Säuren.

Füllen Sie den Meßkolben etwa zur Hälfte mit dest. Wasser und pipettieren Sie 2 ml der bereitgestellten Schwefelsäurelösung. Mischen Sie gut durch und kühlen Sie auf die Kalibriertemperatur des Kolbens. Spülen Sie das Thermometer beim Herausziehen gut mit Wasser ab. Nun kann der Kolben bis zur Meßmarke mit dest. Wasser aufgefüllt und erneut durch mehrmaliges Kippen gut durchgemischt werden.

#### 4.4 Herstellung einer Salzsäure mit bekannter Stoffmengen- konzentration

Geräte: 1 Meßkolben, 1000 ml  
1 Meßpipette, 10 ml  
1 Peleusball  
1 langes Thermometer  
1 Glasflasche, 1000 ml

Chemikalien: konzentrierte Salzsäure, z.B.  $w(\text{HCl}) = 0,35 - 0,37$

Durchführung:



##### **Sicherheitshinweis:**

Beachten Sie die Sicherheitsratschläge für den Umgang mit konzentrierten Säuren.

Entnehmen Sie dem Flaschenetikett die Daten über den Massenanteil  $w$ , die molare Masse  $M$  und die Dichte  $\rho$  der konzentrierten Salzsäure. Berechnen Sie das benötigte Volumen für die Herstellung von 1 Liter Salzsäure-Maßlösung,  $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ .

Füllen Sie den Meßkolben etwa zur Hälfte mit dest. Wasser von  $20^\circ\text{C}$ . Geben Sie mit der Meßpipette das berechnete Volumen an konzentrierter Salzsäure in den Kolben, und schwenken Sie solange, bis die Lösung schlierenfrei ist. Temperieren Sie die Lösung auf die Kalibriertemperatur des Kolbens und füllen Sie mit destilliertem Wasser von derselben Temperatur bis zur Meßmarke auf. Durch mehrmaliges Kippen des Kolbens wird nochmals gut durchgemischt. Füllen Sie die fertige Lösung in eine saubere, trockene 1000-ml-Glasflasche, und beschriften Sie die Flasche ordnungsgemäß. Für die Verwendung als Maßlösung muß die genaue Stoffmengenkonzentration durch eine Titration bestimmt werden.

## 4.5 Herstellung einer Natronlauge-Maßlösung

Geräte: 1 Meßkolben, 1000 ml  
1 langes Thermometer  
1 Polyethylenflasche

Chemikalien: 1 Titerampulle Natronlauge für  
1 l Maßlösung,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$

Durchführung:



### Sicherheitshinweis:

Beachten Sie die Sicherheitsratschläge für den Umgang mit Laugen.

Füllen Sie den Meßkolben etwa zur Hälfte mit dest. Wasser. Setzen Sie die Natronlauge-Ampulle auf den Meßkolben, und öffnen Sie diese nach Anweisung des Herstellers. Nachdem die Natronlauge in den Kolben gelaufen ist, wird die leere Ampulle unter langsamem Drehen mit reichlich Wasser ausgespült. Füllen Sie den Kolben bis zur Meßmarke mit dest. Wasser von 20°C. Mischen Sie nochmals durch mehrmaliges Kippen des verschlossenen Kolbens gut durch.

Füllen Sie die fertige Maßlösung in eine saubere, trockene und ausreichend beschriftete Polyethylenflasche.



## 5 Trennen von Mischungen

Sollen aus Gemengen bestimmte Einzelstoffe gewonnen werden, führt man die Trennung der Stoffe mit Hilfe physikalischer Trennverfahren durch. Dabei werden die unterschiedlichen physikalischen Eigenschaften der Bestandteile des Gemenges zur Stofftrennung ausgenutzt.

Ist eine solche direkte Stofftrennung nicht möglich, so können u.U. chemische Reaktionen (=Stoffumwandlungen) vorab durchgeführt werden, um nach der Stoffumwandlung einen leichter trennbaren Stoff zu erhalten. Es können daher auch chemische Reaktionen zur Trennung von Gemengen genutzt werden. In den folgenden Abschnitten werden die Trennverfahren Trocknen, Dekantieren, Fällern und Filtrieren ausführlich dargestellt.

### 5.1 Trocknen

Oftmals müssen die Substanzen, die für chemische Reaktionen verwendet werden, von Feuchtigkeit befreit sein, um die Reaktionen nicht zu beeinflussen. Auch Reaktionsprodukte müssen oft von Lösemitteln befreit werden, um eine genaue Bestimmung der Substanzen durchführen zu können.

#### Trocknen fester Stoffe

Bei der Trocknung fester Stoffe wird die an einem Feststoff haftende Flüssigkeit durch Verdunsten in den gasförmigen Zustand überführt und von der Trockenluft weggetragen. Man kann diesen Vorgang durch Erhitzen beschleunigen, so daß die leichter flüchtige Flüssigkeit schneller in den Gasraum entweicht. Es bleibt der schwerer flüchtige Feststoff zurück.

Für Stoffe, die nicht getrocknet werden können, benutzt man das Verfahren der Gefriertrocknung.

Ein häufig benutztes Gerät zur Trocknung von Feststoffen bei Raumtemperatur ist der Exsikkator. Der Boden des Exsikkators ist mit einem wasserentziehenden Mittel z.B. Silicagel (=Blaugel) bedeckt, das den Luftraum entfeuchtet.

Beim blauen Silicagel macht sich ein Nachlassen der Trocknungswirkung durch einen Farbwechsel nach rosa bemerkbar. Das Silicagel kann in diesem Fall nach Entnahme aus dem Exsikkator durch einfaches Erwärmen wieder regeneriert werden, was an der Rückverfärbung von rosa nach blau leicht sichtbar ist.

Befindet sich nun ein wasserhaltiger Feststoff im Exsikkator, so wird das verdunstete Wasser ständig vom Trockenmittel aufgenommen, was zur Trocknung des Feststoffes führt.

Der Endpunkt des Trocknungsvorganges ist erreicht, wenn nach mehrmaligem Trocknen und Wiegen die Masse des zu trocknenden Stoffes sich nicht mehr verändert, d.h. beim Erreichen der **MASSENKONSTANZ** des zu trocknenden Stoffes.

Größere Substanzmengen können in Trockenschränken getrocknet werden, wobei diese elektrisch beheizt sind und die Trockentemperatur mit einem Thermostat geregelt wird.

#### Trocknen von Flüssigkeiten

Das Trocknen einer meist organischen Flüssigkeit hat überwiegend das Ziel, diese wasserfrei zu erhalten. Da es schwierig ist, eine Flüssigkeit allein durch Destillation vom Wasser zu befreien, fügt man der Flüssigkeit ein geeignetes Trockenmittel hinzu, das den Wasseranteil der Flüssigkeit aufnimmt. Nach Umrühren und Stehenlassen des Gemisches kann anschließend das Trockenmittel ( das Wasser aufgenommen hat ) von der zurückgebliebenen Flüssigkeit abfiltriert werden.

Beispiele für Trockenmittel: Calciumchlorid ( $\text{CaCl}_2$ ),  
Silicagel ( $\text{SiO}_2$ )  
wasserfreies Natriumsulfat ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ).

## 5.2 Dekantieren

Eine Suspension ( feste unlösliche Stoffe in einer Flüssigkeit ) kann man dadurch trennen, daß bei ruhigem Stehen des Gemenges die Teilchen mit höherer Dichte sedimentieren ( sich absetzen ). Die überstehende klare Flüssigkeit wird vorsichtig vom Bodensatz abgegossen, d.h. die Flüssigkeit wird dekantiert.

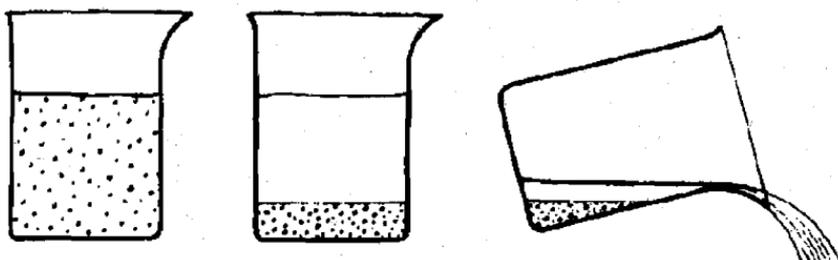
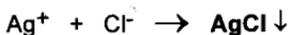
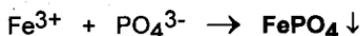


Abb. 55: Dekantieren

## 5.3 Fällen

Bei Vorliegen eines homogenen Gemisches (eine Phase liegt vor) kann das Gemisch eventuell in ein heterogenes Gemisch (mindestens zwei Phasen liegen vor) überführt werden, um anschließend eine Stofftrennung durch dekantieren oder Filtrieren durchführen zu können. Bei der Fällung wird durch Zugabe eines geeigneten Stoffes, des Fällungsmittels, zu einer Lösung eine chemische Reaktion eingeleitet, die zur Bildung einer schwerlöslichen Verbindung führt.



Bei den angeführten Reaktionen entstehen schwerlösliche Verbindungen, die als Niederschläge ausfallen.

## 5.4 Filtrieren

Beim Filtrieren kann eine Flüssigkeit von einem darin suspendierten Feststoff getrennt werden, indem die festen Teilchen aufgrund der Teilchengröße von einem Filter zurückgehalten werden. Auf dem Filter setzen sich dabei nach und nach immer mehr Feststoffteilchen ab und bilden einen ständig dicker werdenden Filterkuchen. Dieser Filterkuchen ist für die feinen Feststoffteilchen undurchlässig und läßt nur die klare Flüssigkeit, das Filtrat durch.

### 5.4.1 Filtermittel

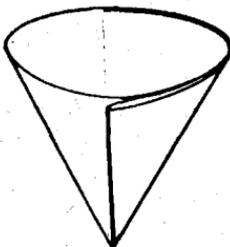
Filtermittel können aus verschiedenen Materialien bestehen, wobei im chemischen Labor häufig Papierfilter verwendet werden.

Der Einsatz eines Filterpapiers hängt von der Porenweite ab, die genormt ist. Die wichtigsten aschefreien Filter ( aschefreie Filter hinterlassen beim Veraschen keine nennenswerten Rückstände ) sind auf der Verpackung folgendermaßen gekennzeichnet:

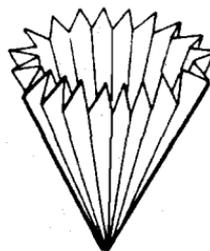
Schwarzbandfilter Nr.589 <sup>1</sup>	→	für grobe Niederschläge
Weißbandfilter Nr.589 <sup>2</sup>	→	für feine Niederschläge
Blaubandfilter Nr.589 <sup>3</sup>	→	für feinste Niederschläge

Für nicht aschefreie Filterpapiere gelten die gleichen Farbkennzeichnungen.

Nach der Form werden unterschieden:



Kegelfilter



Faltenfilter

Abb. 56: Filtertypen

Die Kegelfilter werden durch zweimaliges Knicken eines runden Filterpapiers selbst gefaltet. Das geknickte Filterpapier wird zu einem geschlossenen Kegel gespreizt und in einen Analysentrichter eingelegt. Das Papier wird dann im Trichter befeuchtet, damit es fest an der Trichterwand anliegt und das Filtrat ablaufen kann.

Faltenfilter haben eine größere Filterfläche, wodurch die Filtrationsgeschwindigkeit höher ist.

Die auf dem Filter zurückbleibenden Teile ( = Filterkuchen ) trennt man vom Filter, indem man das Papier auseinanderfaltet und den Filterkuchen abkratzt.

#### 5.4.2 Filtrationsmethoden

Für analytische Arbeiten wird überwiegend die Filtration bei Normaldruck durchgeführt. Das Abflußrohr der dabei verwendeten Analysentrichter ist als Kapillare anzusehen, so daß die Saugwirkung erhöht ist und das Filtrat schneller abläuft.

Man unterscheidet Normal- und Schnellauftrichter.

Die zu filtrierende Flüssigkeit wird entlang eines Glasstabes in den Trichter gegeben, wobei die eingelegten Filter maximal bis 1 cm unterhalb des Papierrandes gefüllt werden.

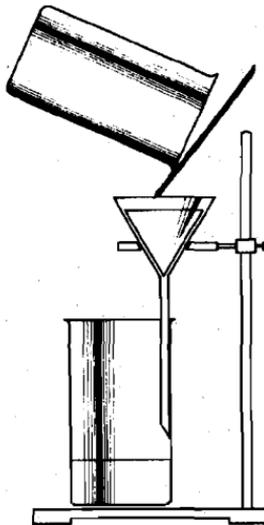


Abb. 57: Filtration bei Normaldruck

Bei der Filtration mit Unterdruck können Glas- oder Porzellannutschen, Glasfilternutschen und Glas- oder Porzellanfiltertiegel verwendet werden. Das entsprechende Filtergerät wird auf eine Saugflasche mit Gummiring aufgesetzt und die Saugflasche über eine Woulffsche Flasche an eine Unterdruckleitung angeschlossen.

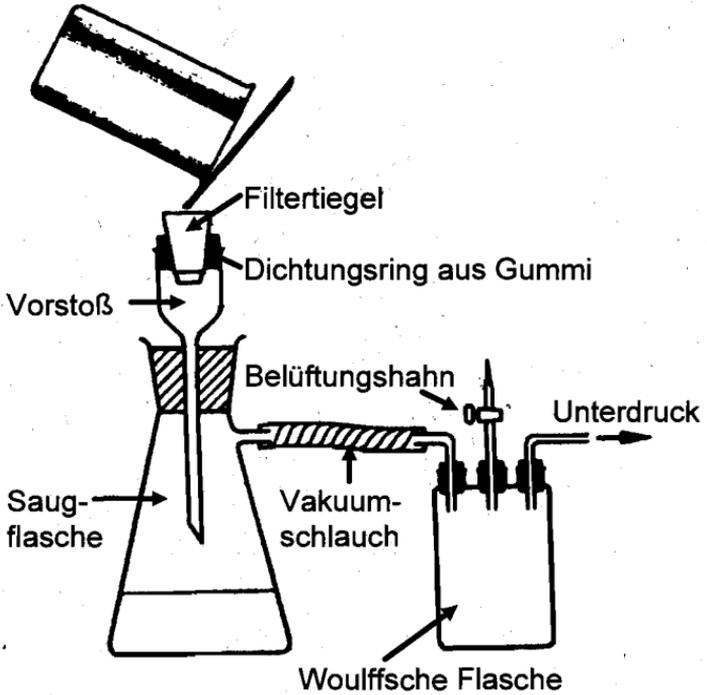


Abb. 58: Filtration mit Unterdruck

Der gelochte Siebboden einer Glas- und Porzellannutsche wird mit einem Filterpapier bedeckt, wobei das Filtrat durch den Unterdruck rasch abfließt und der Filterkuchen auf dem Filterpapier zurückbleibt. Nach abgeschlossener Filtration wird das Filterpapier mit dem Filterkuchen vorsichtig vom Boden der Nutsche gelöst.

Eine weitere Filtrationsmethode ist die Filtration mit Überdruck. Ein Beispiel für den technischen Einsatz der Überdruckfiltration ist die Schlammwässerung durch Kammerfilterpressen.

## 5.5 Versuche zur Trennung von Mischungen

### 5.5.1 Bestimmung der Massenanteile eines Sand/Kochsalz-Gemisches

Trennung eines Sand/Salz-Gemisches

Geräte: 1 Präzisionswaage

1 Filtergestell mit Analysentrichter und passendem Schwarzbandfilter

2 Bechergläser 400 ml, hohe Form

1 Magnetrührer mit Heizung, Magnetrührstab

1 Thermometer

1 Glasstab

1 Gummiwischer

1 Uhrglas

1 Spritzflasche

1 Trockenschrank

1 Exsikkator

Chemikalien: Sand/Salz-Gemisch mit unbekannter Zusammensetzung

Hinweis für die Ausbildung: Sand und NaCl sollten vorher getrocknet und der Sand vorgewaschen sein.

Aufgabenstellung:

Von der gegebenen Probe ist der Salzanteil als  $w(\text{NaCl})$  zu bestimmen.

Durchführung:

Zu Beginn des Versuches ermitteln Sie die Leergewichte der Bechergläser durch Wägung. Bestimmen Sie dann die Gesamtmasse der erhaltenen Probe und geben Sie diese in ein Becherglas. Mit dest. Wasser spülen Sie das Probegefäß so aus, daß die Sand/Salzmischung quantitativ in das Becherglas gelangt. Gegebenenfalls ergänzen Sie dann noch mit so viel dest. Wasser, bis die 100 ml Markierung des Becherglases erreicht ist. Erhitzen Sie die Mischung unter Rühren auf etwa 50°C und trennen Sie diese über ein Schwarzbandfilterpapier. Den im Filter verbleibenden Sand waschen Sie mit destilliertem Wasser (insgesamt ca. 10 ml). Das Filtrat (enthält gelöstes Kochsalz) trennen Sie im Trockenschrank bei 105°C vom Wasser. Nach Abkühlung im Exsikkator bestimmen Sie die zurückbleibende Masse an Natriumchlorid durch Wägung.

## Auswertung

Geben Sie die Wägungen und Berechnungen als Protokoll ab.

Probe Nr: \_\_\_\_\_

Masse (Probefäß mit Sand/Salz) : .....

- Masse (Probefäß leer): .....

---

Ausgangsmenge an Sand/Salz: .....

Trockenrückstand NaCl im Becherglas: .....

- Leergewicht Becherglas: .....

---

Masse an Kochsalz: .....

Geben Sie den Massenanteil an Kochsalz im Sand/Salzgemisches in % an.

Berechnung:

## 5.5.2 Filtration von Eisen(III)-hydroxid

Geräte: 2 Bechergläser, 400 ml

1 Glasstab

1 Gasbrenner

1 Vierfuß

1 Ceranplatte

1 Filtergestell

1 Analysentrichter

1 Schwarzbandfilter

1 Erlenmeyerkolben, 300 ml

1 Spritzflasche

1 Meßkolben, 100 ml

1 Vollpipette, 25 ml

1 Meßpipette, 5 ml

1 Peleusball

1 Thermometer

1 Gummiwischer

Reagenzgläser

Gummifinger

Chemikalien: Probesubstanz mit Eisen-Ionen,  $\beta$  ( $\text{Fe}^{3+}$ ) = 5 - 10 g/l

(wird vom Ausbilder vorbereitet),

Universalindikatorpapier

wäßrige Lösungen mit:

c (HCl) = 2 mol/l,

c ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) = 2 mol/l,

c ( $\text{HNO}_3$ ) = 2 mol/l,

c ( $\text{AgNO}_3$ ) = 0,1 mol/l,

dest. Wasser.

Durchführung:

Spülen Sie die vorgegebene Probe der Lösung mit Eisen-Ionen vollständig in einen 100-ml-Meßkolben über und füllen Sie mit destilliertem Wasser bis zur Markierung auf. Nach gutem Durchmischen bei aufgesetztem Stopfen pipettieren Sie 25 ml der Probe in ein 400 ml-Becherglas und verdünnen mit dest. Wasser auf ein Gesamtvolumen von ca. 150 ml. Nach dem Ansäuern mit 2-3 ml Salzsäure erhitzen Sie die Lösung unter Rühren auf ca. 70°C. Bei dieser Temperatur setzen Sie unter Rühren so lange Ammoniaklösung zu, bis die Lösung basisch (pH 9 - 10, kontrollieren!) reagiert.

Es findet dabei eine Fällung von Eisen(III)-hydroxid statt:



Lassen Sie den Niederschlag absitzen. Filtrieren Sie die überstehende Lösung und überführen Sie dann den Niederschlag vollständig mit Hilfe eines Gummischwamms und kleinen dosierten Wassermengen auf ein Schwarzbandfilter. Es wird so lange filtriert und mit heißem Wasser gespült, bis im durchlaufenden Filtrat keine Chlorid-Ionen mehr nachzuweisen sind (s. Kapitel Qualitative Nachweise).

Aufgabe:

Zählen Sie die durchgeführten Trennverfahren auf.

### 5.5.3 Phosphatfällung und Absetzkurve

Geräte: 1 Becherglas, 600 ml  
1 Meßzylinder, 100 ml  
1 Meßzylinder, 500 ml  
1 Glasstab

Chemikalien: Kalkmilch, gesättigte Lösung  
Eisen(III)-chloridlösung  $\beta(\text{Fe})=6 \text{ g/l}$   
Phosphathaltige Lösung mit  $\beta(\text{P})=3 \text{ g/l}$

#### Durchführung:

Geben Sie 60 ml der phosphathaltigen Lösung in das Becherglas, fügen 90 ml der Kalkmilch ( vor dem Abmessen gut mischen !) hinzu und verdünnen diese Mischung mit dest. Wasser bis zur 400 ml Markierung.

Messen Sie 20 ml der Eisen(III)-chloridlösung ab, verdünnen Sie auf 100 ml und geben diese unter Umrühren in das Becherglas.

Diese Mischung füllen Sie in den 500-ml-Meßzylinder, notieren die Anfangszeit und messen das Absetzvolumen nach 3, 5, 8, 10, 12, 14, 16, und 18 Minuten.

#### Auswertung

Erstellen Sie eine Wertetabelle mit dem abgelesenen und in  $\sigma$  (ml/l) umgerechneten Schlammvolumen.

Das Absetzverhalten und das Aussehen der absetzenden Substanz ist ebenfalls zu beschreiben.

## 6 Gravimetrische Bestimmungen

Die Gravimetrie gehört zu den Absolutmethoden, d. h. das Erstellen von Kalibrierlösungen ist nicht notwendig. Der apparative Aufwand ist gering; die Genauigkeit ist durch die verwendeten Volumenmeßgefäße und Analysenwaagen ( $\pm 0,1$  mg) gegeben.

Die Gravimetrie ist eine der quantitativen Bestimmungsmethoden. Es kann der Gehalt von Einzelstoffen wie z.B.: Eisen-, Magnesium-, Chlorid-, Sulfat- oder Phosphationen bestimmt werden.

### 6.1 Prinzip der Gravimetrie

Die zu untersuchende Probe wird so bearbeitet, daß sie in **gelöster** Form in einem Meßkolben, d. h. als Stammlösung vorliegt.

Von dieser Stammlösung wird ein aliquoter Teil (Teilmenge) in ein Becherglas abpipettiert und mit destilliertem Wasser auf etwa 200 ml verdünnt. Durch Zugabe eines geeigneten Fällungsmittels entsteht eine schwerlösliche Verbindung, die **Fällungsform**.

Dabei müssen je nach Art der Probe bestimmte Fällungsbedingungen eingehalten werden.

Durch Filtration wird die schwerlösliche Verbindung von der restlichen Probe getrennt und vorhandene Fremdionen ausgewaschen.

Die weitere Bearbeitung des abgetrennten Niederschlages ist abhängig von seiner Zusammensetzung.

Ist diese:

a)

stöchiometrisch, chemisch einheitlich und enthält nur anhaftendes Wasser, genügt das Trocknen bis zur Massenkonzanz.

b)

chemisch instabil oder stöchiometrisch uneinheitlich, wird die Fällungsform durch glühen in eine wägbare Form, die **Wägeform** überführt. Abschließend trocknet man bis zur Massenkonzanz.

## 6.2 Arbeitsschritte und Arbeitstechniken

Die bisher allgemein betrachteten Arbeitsschritte sollen im folgenden näher beschrieben werden:

### Stammlösung:

Als Stammlösung versteht man eine Lösung, in der eine Teilmenge einer Probe gelöst ist. Ist das Probematerial ein Feststoff, muß eine bestimmte Stoffportion eingewogen (EINWAAGE), gelöst und quantitativ in einen Meßkolben überführt werden. Bei einer flüssigen Probe ist ein definiertes Probevolumen in den Meßkolben zu pipettieren. Bevor Sie eine Probe in den Meßkolben geben, prüfen Sie, ob dieser sauber und fettfrei ist (siehe Ablaufprobe Kapitel " Laborgeräte, Reinigung"). Nach dem Einfüllen der zu untersuchenden Probelösung wird der Meßkolben bis zur Hälfte mit dest. Wasser versehen, dann vorsichtig umgeschwenkt, bis zur Markierung mit dest. Wasser aufgefüllt und dann kräftig gemischt. Es ist darauf zu achten, daß die Temperatur der Stammlösung ca. 20°C beträgt. Eine Abweichung der Temperatur von  $\pm 2$  °C liegt innerhalb der Fehlertoleranz, bei größerer Abweichung muß temperiert werden.

### Entnahme des aliquoten Teils:

Der aliquote Teil ist eine Teilmenge der Stammlösung, er kann 1/4, 1/5, oder auch 1/10 der Gesamtmenge betragen und wird mit Vollpipetten entnommen. Diese Mengen sind so zu wählen, daß zumindest eine Teilmenge als Reserve verbleibt. Durch eine Dreifachbestimmung können Arbeitsfehler sichtbar gemacht und eventuell ausgeschaltet werden bzw. das Untersuchungsergebnis gesichert werden.

### Bearbeiten der Einzelproben:

Die von der Stammlösung abpipettierten Teilmengen befinden sich nun in Bechergläsern (hohe Form) und sind mit dest. Wasser zu verdünnen. Das Gesamtvolumen dieser Einzelprobe sollte etwa 200 ml betragen. Sollen die Proben erhitzt werden, verwenden Sie Siedestäbe und decken das Becherglas mit einem Uhrglas ab. Das sich bildende Kondensat wird vor der Zugabe des Fällungsmittels mit etwas destilliertem Wasser in das Becherglas gespült. Für Temperaturmessungen und Temperaturkontrollen verwenden Sie ein Thermometer, das nach der Entnahme aus der Probelösung mit destilliertem Wasser abgespült werden muß.

### Durchführung der Fällung:

Die Fällungsmittel können mit Hilfe einer Bürette oder auch mit Kolbenpipetten zugegeben werden. Unter ständigem, langsamen Rühren tropfen Sie so viel Fällungsmittel zu, bis eine leichte Trübung, d.h. ein erster Niederschlag entsteht. Unterbrechen Sie die Zugabe für 3 bis 5 Minuten (es wird aber weiter gerührt), damit sich gut filtrierbare Teilchen ausbilden können. Anschließend dosieren Sie das Fällungsmittel so, daß maximal 1,5 ml pro Minute zugegeben werden; auch dabei ist ein langsames Rühren notwendig. Die Fällung ist beendet, wenn sich nach dem Absetzen des Niederschlags und erneuter Zugabe des Fällungsmittels an der Eintropfstelle keine Trübung mehr bildet.

### Filtern und Waschen des Niederschlags:

Je nach Art des Niederschlags werden entsprechende Filter verwendet: quantitative Filterpapiere, Glasfiltertiegel (Fritten) oder Porzellanfiltertiegel. Die genaue Vorgehensweise ist im Kapitel "Filtern" beschrieben.

Beachten Sie dabei:

- das quantitative Überführen (Gießhilfe) des Niederschlags
- die Einhaltung der Füllhöhe des Filters
- das portionsweise Waschen des Niederschlags
- das vollständige Auswaschen der Fremdionen.

### Trocknen, Veraschen und Glühen:

Werden für gravimetrische Bestimmungen Papierfilter verwendet, trocknen Sie diese in einem Porzellantiegel. Dazu falten Sie den Filter zu einer kleinen Tüte, knicken die Öffnung um und geben ihn so in den Tiegel, daß die Spitze nach oben zeigt. Dadurch ist gewährleistet, daß der Niederschlag im Tiegel bleibt. Die Trocknungsart ist so zu wählen, daß ein Ankohlen oder Verbrennen des Papiers und das Platzen der Tiegel unterbleibt.

Werden Niederschläge in Glasfiltertiegeln getrocknet, ist die Trockentemperatur so zu wählen, daß die Filterböden nicht zusammensintern. Damit feuchte Porzellanfiltertiegel nicht zerspringen, müssen diese zuerst langsam getrocknet werden.

Das Veraschen ist ein langsames Verbrennen des Filterpapiers, dabei ist ein ausreichender Luftüberschuß zu gewährleisten. Dadurch wird sichergestellt, daß keine störenden Redox-Reaktionen den Niederschlag verändern.

Das Glühen von Niederschlägen ist aus zwei Gründen notwendig:

1. Das verwendete Filterpapier muß vollständig verbrannt werden.
2. Der Niederschlag (die Fällungsform) muß durch Veraschen in eine stöchiometrisch und chemisch exakt definierte Form gebracht werden.

Berechnungen, Ergebnis der Analyse:

Für die Berechnung des Analyseergebnisses ist ein "gravimetrischer Faktor" ( $f_G$ ) notwendig, der sich als Quotient aus der molaren Masse der gesuchten Substanz und der molaren Masse der Wägeform errechnet.

Beispiel Sulfatbestimmung:

$$f_G = \frac{M(\text{SO}_4)}{M(\text{BaSO}_4)}$$

Dieser Faktor oder die molaren Massen können aus einem Tabellenbuch entnommen werden (z.B. Küster Thiel: Rechentafeln für das chemische Rechnen). Durch Multiplikation der Auswaage mit diesem Faktor errechnet sich die Menge der gesuchten Substanz im aliquoten Teil der Stammlösung. Wird dieser Wert durch das Volumen des aliquoten Teils dividiert und mit dem Volumen der Stammlösung multipliziert, erhält man die Masse der gesuchten Substanz in der Stammlösung. Diese Berechnungen führen Sie mit jeder Einzelprobe durch und bilden daraus den Mittelwert.

Hinweis für die Ergebniseinstufung

Weist das Ergebnis eine Differenz zum "Sollwert" von +/- 0,5 % oder weniger auf, ist die volle Punktzahl zu geben, ansonsten werden die Bewertungspunkte anteilig vergeben; siehe "Punktetabelle für die Ergebnisbewertung"

Ist die "Einwaage" der ursprünglichen Probemenge bekannt, kann der Massenanteil  $w$  oder die Massenkonzentration  $\beta$  errechnet werden.

### 6.3 Gravimetrische Bestimmungen

Die gravimetrische Bestimmung von Eisen als Eisen(III)-oxid und die gravimetrische Bestimmung von Sulfat als Bariumsulfat sind im folgenden Abschnitt beschrieben.

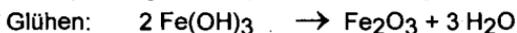
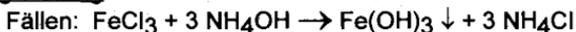
Folgende Kenntnisse und Fertigkeiten sollten Sie vor der Durchführung dieser Arbeiten beherrschen:

- Herstellen von Lösungen (Stammlösung)
- Filtrieren
- Laborgeräte: Filtertiegel, Filterpapiere

Für analytische Arbeiten sind saubere, fettfreie Volumenmeßgefäße erforderlich. Informieren Sie sich vor dem Arbeitsbeginn nochmals über entsprechende Reinigungsmethoden und wenden sie diese bei der Vorbereitung der Geräte an.

### 6.3.1 Musterprotokoll: Gravimetrische Bestimmung von Eisen

#### Reaktionsgleichung



Ausgangsmenge: Tiegel leer

Massenkonst.	Tiegel 1	Tiegel 2	Tiegel 3
1. Wägung	15,6808 g	17,3984 g	16,9193 g
2. Wägung	15,6801 g	17,3974 g	16,9178 g
3. Wägung	15,6799 g	17,3968 g	16,9176 g
4. Wägung	entfällt	17,3965 g	entfällt
<b>Konstante Masse:</b>	15,6799 g	17,3965 g	16,9176 g

Auswaage Tiegel mit  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  Konstantwägung

1. Wägung	15,8199 g	17,5375 g	17,0617 g
2. Wägung	15,8188 g	17,5362 g	17,0584 g
3. Wägung	15,8185 g	17,5360 g	17,0569 g
4. Wägung	-	-	17,0566 g
<b>Konstante Masse:</b>	<b>15,8185 g</b>	<b>17,5360 g</b>	<b>17,0566 g</b>

#### AUSWAAGE

$\text{Fe}_2\text{O}_3$	15,8185 g	17,5360 g	17,0566 g
	- 15,6799 g	- 17,3965 g	- 16,9176 g
	0,1386 g	0,1395 g	0,1390 g

Mittelwert:  $(138,6 \text{ mg} + 139,5 \text{ mg} + 139,0 \text{ mg}) : 3 =$

**AUSWAAGE  $\text{Fe}_2\text{O}_3$                       139,0 mg**

#### Berechnung:

aus den Molmassen und der Reaktionsgleichung ist gegeben:

**159,692 mg Fe(III)-oxid enthalten 2 x 55,847 mg Eisen**

Die Auswaage von 139,0 mg Fe(III)-Oxid enthält ? mg Eisen

$$\frac{2 * 55,847 \text{ mg} * 139,0 \text{ mg}}{159,692 \text{ mg}} = 97,22 \text{ mg}$$

Im aliquoten Teil der Probe, d. h. in 25 ml sind **97,2 mg Eisen**

In der Stammlösung (100 ml) sind dann 4 x 97,2 mg = 388,8 mg Eisen.

Punktetabelle für die Ergebnisbewertung

% Abw.	Punkte	% Abw.	Punkte
0,50	100	1,38	50
0,61	99	1,40	49
0,65	98	1,41	48
0,69	97	1,42	47
0,71	96	1,43	46
0,74	95	1,45	45
0,76	94	1,46	44
0,79	93	1,47	43
0,81	92	1,49	42
0,83	91	1,50	41
0,84	90	1,52	40
0,86	89	1,53	39
0,88	88	1,54	38
0,90	87	1,56	37
0,91	86	1,57	36
0,93	85	1,59	35
0,94	84	1,60	34
0,96	83	1,62	33
0,97	82	1,63	32
0,99	81	1,65	31
1,00	80	1,66	30
1,01	79	1,68	29
1,03	78	1,70	28
1,04	77	1,71	27
1,05	76	1,73	26
1,07	75	1,75	25
1,08	74	1,77	24
1,10	73	1,79	23
1,11	72	1,81	22
1,12	71	1,83	21
1,13	70	1,85	20
1,15	69	1,87	19
1,16	68	1,89	18
1,17	67	1,91	17
1,18	66	1,94	16
1,20	65	1,96	15
1,21	64	1,99	14
1,22	63	2,02	13
1,23	62	2,04	12
1,25	61	2,08	11
1,26	60	2,11	10
1,27	59	2,15	9
1,28	58	2,19	8
1,30	57	2,23	7
1,31	56	2,28	6
1,32	55	2,34	5
1,33	54	2,40	4
1,35	53	2,49	3
1,36	52	2,60	2
1,37	51	2,78	1

### 6.3.2 Gravimetrische Bestimmung von Eisen

Geräte: 6 Bechergläser, 400 ml (hohe Form)

3 Uhrgläser

3 Siedestäbe

3 Schnellauf- bzw. Analysentrichter,  $\varnothing = 80$  mm

3 Porzellantiegel

Schwarzbandfilterpapiere  $\varnothing = 125$  mm

1 Kolbenhubpipette

1 Laborgasbrenner

1 Ceranplatte mit Vierfuß

1 Tondreieck, Dreifuß

1 Tiegelzange

1 Vollpipette, 20 ml

1 Saugkolben-Meßpipette, 5 ml

1 Meßkolben

1 Meßzylinder, 50 ml

1 Waage,  $\pm 0,0001$  g

1 Wägeschiffchen

1 Spatel

Reagenzgläser

1 Exsikkator

1 Trockenschrank

Chemikalien: Als Probe- bzw. Ausgabelösung sollte eine Eisen(II)-salzlösung verwendet werden. In der Stammlösung sollten zwischen 400 und 800 mg Eisenionen enthalten sein.

verdünnte Ammoniaklösung,  $c(\text{NH}_3) = 2$  mol/l

Wasserstoffperoxid,  $w(\text{H}_2\text{O}_2) = 0,30$

Salpetersäure,  $c(\text{HNO}_3) = 2$  mol/l

Silbernitratlösung,  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$  mol/l

Ammoniumchlorid

konz. Salzsäure

Eisen(III)-Ionen fallen in ammoniakalischer Lösung quantitativ als Eisen(III)-hydroxid aus. Deshalb müssen  $\text{Fe}^{2+}$ -Ionen zuerst mit einem Oxidationsmittel zu  $\text{Fe}^{3+}$ -Ionen oxidiert und dann mit Ammoniumhydroxid gefällt werden.

Eisen(III)-hydroxid ist eine gelartige, "flockige" Substanz; diese kann nicht nur Fremdionen und Wasser, sondern auch Gase, z.B. Kohlenstoffdioxid einschließen. Somit ist die exakte chemische und stöchiometrische Zusammensetzung der Fällungsform nicht gewährleistet; durch Glühen bei 600°C wird das Hydroxid in die Wäageform Eisen(III)-oxid überführt.

Fällungsreaktion:



Glühreaktion:



Durchführung

Vorbereitung der Analysenlösung:

Füllen Sie die im Meßkolben befindliche Eisenlösung mit dest. Wasser bis zur Markierung auf und durchmischen Sie die Probe. Mit der Vollpipette pipettieren Sie 20 ml in ein 400-ml-Becherglas. Bereiten Sie so drei Ansätze vor.

Nun arbeiten Sie vorübergehend im Abzug weiter:

In jedes Becherglas geben Sie 5 ml konz. Salzsäure und etwa 2 g Ammoniumchlorid. Nach dem Lösen des Salzes fügen Sie 30 ml dest. Wasser und 3 ml Wasserstoffperoxid ( $w(\text{H}_2\text{O}_2) = 0,30$ ) zu. Versehen Sie das Becherglas mit einem Siedestab und decken es mit einem Uhrglas ab. Die Proben werden erhitzt und müssen so lange sieden, bis kein Wasserstoffperoxid mehr vorliegt.

Hinweis:

Beim Erwärmen der Probe steigen anfänglich kleine Gasblasen auf, die Lösung perlt. Dies wird durch sich zersetzendes Wasserstoffperoxid verursacht; letztlich steigen normale Gasblasen auf. Durch die entstandenen  $\text{Fe}^{3+}$ -Ionen zeigt die Lösung eine typisch gelbliche Färbung. Ist das Wasserstoffperoxid ausgetrieben, stellen Sie den Gasbrenner ab und spülen das am Uhr- und Becherglas befindliche Kondensat mit etwas dest. Wasser in die Eisenlösung zurück. Diese verdünnen Sie mit dest. Wasser auf etwa 200 ml Gesamtvolumen.

Fällen des Eisen(III)-hydroxids:

Geben Sie unter ständigem Rühren mit Hilfe der Kolbenhubpipette soviel verdünnte Ammoniumhydroxidlösung zu der heißen Probe, bis sich eine bräunliche Trübung bildet. Unterbrechen Sie für 3 bis 5 min die Fällungsmittelzugabe und rühren weiter. Danach geben Sie weiter langsam Fällungsmittel zu, lassen gelegentlich den Niederschlag absitzen und prüfen auf vollständige Fällung. Fällt kein Eisenhydroxid mehr aus, erhitzen Sie die Suspension nochmals kurz zum Sieden und lassen dann das Eisen(III)-hydroxid absitzen.

Filtern und Waschen des Niederschlages:

Die noch heiße Probe filtern Sie dekantierend über ein Schwarzbandfilter und waschen den Filterrückstand mit heißem dest. Wasser so lange, bis im Filtrat keine Chloridionen mehr nachweisbar sind. Zur Prüfung auf Chloridionen spülen Sie das Ablaufrohr des Trichters mit dest. Wasser ab. Geben Sie erneut etwas heißes dest. Wasser auf den Filterrückstand im Trichter und lassen etwa 3 ml des Waschwassers in ein sauberes Reagenzglas laufen. Säuern Sie diese Probe mit Salpetersäure an und fügen einige Tropfen Silbernitratlösung dazu. Bildet sich keine Trübung durch entstehendes Silberchlorid, wird das Waschen beendet.

Trocknen, Veraschen und Glühen der Probe

Falten Sie das Filterpapier mit dem Niederschlag so, daß es in einem massenbekanntem Porzellantiegel getrocknet und verascht werden kann.



**Sicherheitshinweis:**

Weil bei dem Veraschen des Papierfilters atemwegsreizende Gase entstehen, erfolgt dies im Abzug!

Stellen Sie den Tiegel mit dem Filter schräg auf ein Tondreieck und erhitzen den Tiegelboden mit dem Gasbrenner. Dies muß **l a n g s a m** geschehen, damit das Papier sich allmählich in Kohlenstoff zersetzen kann; entweichende weiße Nebel begleiten diesen Vorgang. Achten Sie darauf, daß die Flamme nicht die Rauchgase entzündet, denn das Papier darf nicht brennen.

Sind im Tiegel nur noch schwarze Flocken, d. h. Kohlenstoff und der Niederschlag sichtbar und entweichen keine Rauchgase mehr, ist die erste Veraschungsphase beendet.

Das weitere Veraschen und Glühen kann mit dem Gasbrenner am Arbeitsplatz durchgeführt werden. Erhitzen Sie den Tiegel auf einem Tondreick so langsam, daß der restliche Kohlenstoff bei ausreichendem Luftüberschuß vollständig verbrennen kann.

Das entstandene rötliche (rostfarbene)  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  wird noch 20 - 30 min geglüht. Dann lassen Sie die Tiegel im Exsikkator 40 min abkühlen und wiegen sie auf der Analysenwaage. Wiederholen Sie das Glühen, Abkühlen und Wiegen, bis eine Massenkonstanz erreicht ist.

Auswertung:

Das Protokoll erstellen Sie entsprechend dem Musterprotokoll auf der Seite 132.

Gravimetrischer Faktor für die Umrechnung von Eisenionen aus Eisenoxid:

$$f_G = \frac{M(\text{Fe}) * 2}{M(\text{Fe}_2\text{O}_3)} = \frac{2 * 55,847 \text{ g} * \text{mol}^{-1}}{159,692 \text{ g} * \text{mol}^{-1}} = 0,6994$$

In die Berechnung des gravimetrischen Faktors geht die Molmasse von Eisen mit dem Faktor zwei ein, da ein mol Eisen(II)-oxid zwei mol Eisen „enthält“.

Als Ergebnis geben Sie die Menge Eisen in der Stammlösung an.

### 6.3.3 Gravimetrische Bestimmung von Sulfat

Geräte: 1 Meßkolben, 100 ml

1 Vollpipette, 20 ml

1 Saugkolben-Meßpipette, 5 ml

1 Heizplatte oder Laborgasbrenner mit Ceranplatte, Vierfuß

1 Tondreieck, Dreifuß, Laborgasbrenner

3 Bechergläser, 400 ml (hohe Form)

3 Siedestäbe

1 Bürette, Stativ, Bürettenhalter

3 Uhrgläser (passend auf Bechergläser)

Reagenzgläser

Absaugvorrichtung: Vakuumpumpe

Woulffsche Flasche mit Belüftungshahn und Verbindungsschläuchen

Saugflasche mit Stopfen und Tulpe

3 Porzellanfiltertiegel A 1

Es kann auch mit Blaubandfilter gearbeitet werden.

Trockenschrank

Exsikkator

Analysenwaage (+/- 0,1 mg).

Chemikalien: Ausgabelösung: Für Übungs- und Wertungsanalysen sollte die Stammlösung 600 bis 1000 mg Sulfationen enthalten.

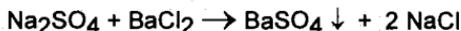
Salzsäure  $c(\text{HCl}) = 2 \text{ mol/l}$

Bariumchloridlösung  $c(\text{BaCl}_2) = 0,2 \text{ mol/l}$  als Fällungsmittel

Salpetersäure,  $c(\text{HNO}_3) = 2 \text{ mol/l}$

Silbernitrat,  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$

Sulfationen werden in salzsaurer Lösung als Bariumsulfat gefällt.



Die Fällungsform ist in diesem Fall auch die Wägeform

### Durchführung

Die im 100-ml-Meßkolben befindliche Analysenlösung füllen Sie mit dest. Wasser bis zur Markierung auf. Dann mischen Sie diese und pipettieren davon einen aliquoten Teil von 20 ml in ein 400-ml-Becherglas. Dazu geben Sie 5 ml Salzsäure und verdünnen mit dest. Wasser auf ein Volumen von ca. 200 ml. Stellen Sie so drei Proben her.

Die Ansätze werden mit einem Siedestab versehen und zum Sieden erhitzt. In der Zwischenzeit füllen Sie das Fällungsmittel ( $\text{BaCl}_2$ -Lsg.) in eine Bürette. Dann geben Sie tropfenweise unter ständigem Rühren das Fällungsmittel zu der siedenden Lösung. Ist eine leichte Trübung zu erkennen, unterbrechen Sie die Zugabe für etwa 3 bis 5 Minuten, wobei Sie langsam weiterrühren. Unter ständigem Rühren geben Sie weiteres Fällungsmittel zu, maximal 1,5 ml/min. Beachten Sie, daß die Fällung stets in der siedend heißen Probe erfolgt. Zwischenzeitlich lassen Sie den Niederschlag absitzen und prüfen auf vollständige Fällung.

Bildet sich kein weiterer Niederschlag, kochen Sie das Gemisch für etwa 10 Minuten. Dann decken Sie das Becherglas mit dem Uhrglas ab und lassen die Probe auf Raumtemperatur abkühlen. Vor der Filtration prüfen Sie bei Raumtemperatur nochmals auf vollständige Fällung. Fällt noch Bariumsulfat aus, muß die Probe erneut erhitzt und Fällungsmittel zugegeben werden. Überführen Sie den Niederschlag quantitativ in den massenkonstanten und gewogenen Porzellanfiltertiegel und waschen den Filtrerrückstand mit kleinen Portionen heißem dest. Wasser chloridfrei.

Beachten Sie dabei die Arbeitstechniken, die im Kapitel 5 beschrieben sind. Nach etwa achtmaligem Waschen prüfen Sie, ob die Chloridionen vollständig ausgewaschen sind.

#### Prüfung auf Chloridionen:

Entleeren Sie die Saugflasche und spülen sie gut mit dest. Wasser aus! Geben Sie eine neue Portion Waschwasser auf den Niederschlag, saugen ab und geben das Filtrat in ein sauberes Reagenzglas. Säuern Sie diese Waschwasserprobe mit verdünnter Salpetersäure an und tropfen etwas Silbernitratlösung dazu. Bildet sich ein Niederschlag durch entstehendes Silberchlorid, muß das Bariumsulfat weiter gewaschen werden.

Anmerkung: Häufig werden durch nicht vollständig gereinigte Geräte noch Chloridionen vorgetauscht.

Sind keine Chloridionen mehr nachweisbar, ist das Waschen des Niederschlags beendet.

#### Trocknen und Glühen der Probe

Die Tiegel mit dem Bariumsulfat trocknen Sie etwa 45 min bei 130°C im Trockenschrank. Anschließend glühen Sie die Proben bis zur Massenkonstanz (mindestens für eine halbe Stunde) bei 700°C. Lassen Sie die Proben auf Raumtemperatur im Exsikkator abkühlen und wiegen Sie danach die Tiegel auf der Analysenwaage.

Molare Massen:  $M(\text{Sulfat}) = 96,06 \text{ g/mol}$ ,  $M(\text{Bariumsulfat}) = 233,39 \text{ g/mol}$

Berechnen Sie die Sulfatmenge in der Stammlösung (g/ml) in Anlehnung an das Musterprotokoll auf Seite 132. Protokollieren Sie alle Wägungen und Berechnungen entsprechend dem Musterprotokoll.

## 7 Volumetrische Bestimmungen

Eine weitere Methode zur Gehaltsbestimmung von Probeninhaltsstoffen ist die Volumetrie, auch Maßanalyse genannt. Die Volumina der Lösungen werden mit Büretten, Vollpipetten und Meßkolben gemessen und für Berechnungen genutzt.

### Einteilung der Volumetrie

Maßanalytische bzw. titrimetrische Bestimmungen sind im Normalfall besser durchzuführen und liefern überwiegend schnellere Ergebnisse als gravimetrische Methoden. Man unterscheidet folgende titrimetrische Verfahren:

NEUTRALISATIONS-	REDOX-	FÄLLUNGS-	KOMPLEXOMETRISCHE-
TITRATIONEN			

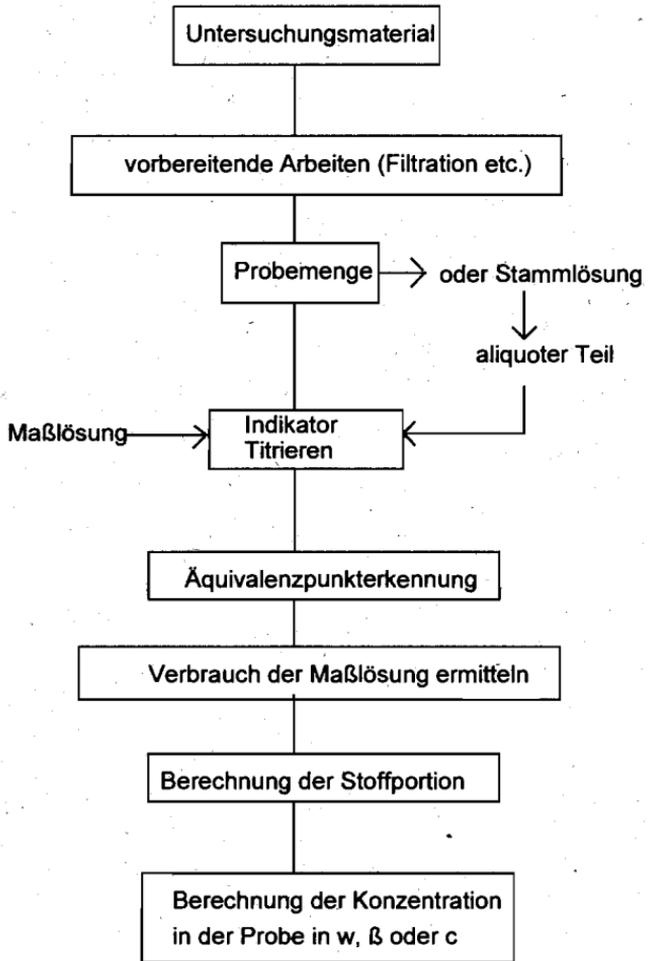
Beispiele für die Anwendung der Maßanalyse

- die Bestimmung der Säure- Neutralisationskapazität  $SNK_4$
- die Bestimmung der Säure- oder Basekapazität
- die Bestimmung der Wasserhärte

### 7.1 Prinzip der Volumetrie

Gewöhnlich wird eine bestimmte Probenmenge eingewogen oder abgemessen und in einem Meßkolben mit einem geeigneten Lösemittel (meist dest. Wasser) zu einer sogenannten Stammlösung verdünnt. Mit der Vollpipette wird eine Teilmenge, d.h. ein aliquoter Teil, entnommen und in einen Weithalslerlenmeyerkolben pipettiert. Dazu kommt soviel dest. Wasser, daß ein ausreichendes Arbeitsvolumen (max. 150 ml) erreicht wird. Gegebenenfalls kommen Indikatoren und Hilfsreagenzien hinzu. Dann wird aus der Bürette soviel Maßlösung (Normlösung) zugegeben, bis der Endpunkt der Reaktion erreicht ist. Eine farbliche Veränderung des Indikators oder die Farbänderung der Maßlösung (Eigenindikation) am Äquivalenzpunkt zeigt das Ende der Reaktion an. Weil der Gehalt der Maßlösung genauestens bekannt ist und die zur Reaktion benötigte Menge aus einer Bürette zugegeben wird, ist ein exakt definiertes Volumen, der VERBRAUCH, ablesbar und somit für die stöchiometrische Gehaltsberechnung zu verwenden.

## Ablaufschema einer volumetrischen Bestimmung



## 7.2 Notwendige Geräte und Chemikalien

### 7.2.1 Geräte

Die benötigten Volumenmeßgefäße, z.B. Meßkolben, Büretten und Vollpipetten sollen sauber und fettfrei eingesetzt werden. Die Reinigung erfolgt mit üblichen Reinigungsmitteln oder speziellen Lösungen. Die Probenflüssigkeiten und die Maßlösung sollen in den verwendeten Gefäßen weitestgehend vollständig ablaufen, d.h. es sollen keine Tropfen an den Gefäßwandungen verbleiben. (siehe dazu auch: Kapitel 2.4)

Die Skala der Bürette sollte gut erkennbar bzw. ablesbar sein.

### 7.2.2 Maßlösung bzw. Titrationsmittel

Der Reagenzgehalt der Maßlösung wird als Stoffmengenkonzentration in mol/Liter angegeben; beispielsweise der Gehalt einer Salzsäuremaßlösung als  $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ .

Maßlösungen können durch Verdünnen konzentrierter oder durch Lösen fester Reagenzien hergestellt werden.

Der Laborhandel bietet viele gebrauchsfertige Maßlösungen an. Dazu gehören auch Ampullenkonzentrate (Titrisole, Fixanale, Indranale).

### 7.2.3 Indikatoren

Indikatoren finden Anwendung bei Neutralisationstitrationsen, komplexometrischen Titrationsen und Fällungstitrationsen.

Meist sind Indikatoren organische Substanzen, die eine Eigenfarbe aufweisen. Diese Farbe ändert sich, sobald geringe Mengen des Titrationsmittels mit dem Indikator reagieren. Das kann aber nur dann geschehen, wenn die zu bestimmende Substanz schon vollständig mit der Maßlösung umgesetzt wurde.

**Indikatoren zeigen durch Farbänderungen an, ob der Äquivalenzpunkt bzw. der "Endpunkt" einer Titration erreicht ist.**

In entsprechenden Tabellenbüchern findet man eine Auflistung der Indikatoren und deren Anwendungsgebiete. Darin sind deren Umschlagsbereiche und Farben angegeben.

Die Menge des zugesetzten Indikators sollte so klein wie möglich gehalten werden, es genügen oft 2 - 4 Tropfen. Wird zuviel Indikator verwendet, ergeben sich Fehler durch den "Eigenverbrauch" des jeweiligen Indikators (Indikatorfehler).

In manchen Fällen ist der Zusatz eines Indikators nicht erforderlich, besonders bei Redox-Titrationen wird überwiegend die Eigenfärbung der Maßlösung genutzt.

Beispielsweise zeigt sich das Reaktionsende, bzw. der Äquivalenzpunkt beim "Kaliumpermanganatverbrauch" durch eine leichte Rot(Rosa)färbung der Probe an. In diesem und anderen Fällen spricht man dann von der "Eigenindikation der Maßlösung".

## 7.3 Durchführung von Maßanalysen

Im allgemeinen steht eine Maßlösung zur Verfügung. Zwei Möglichkeiten sind gegeben: Die Probe wird direkt abgemessen und titriert oder aus der abgemessenen Probe wird eine Stammlösung hergestellt, von der dann Teilmengen, d.h. aliquote Teile abgemessen und titriert werden. Die letztgenannte Vorgehensweise bietet mehr Sicherheit und ermöglicht auch eine bessere Eigenkontrolle.

Im Normalfall wird zuerst eine sogenannte "Vortitration" durchgeführt, anschließend erfolgen zwei oder drei "Haupttitrationen". Dies ist notwendig, damit zuerst der Indikatorumschlag und daraus der ungefähre Verbrauch bestimmt werden kann. Deshalb werden aus der vorliegenden (hergestellten) Stammlösung drei oder vier Teilmengen, d.h. aliquote Teile abpipettiert und analysiert.

### 7.3.1 Vortitration

Die Vortitration erfolgt mit der **ersten Teilmenge** relativ schnell, d.h. die Maßlösung wird relativ schnell zugegeben. Ist an der Eintropfstelle eine Farbänderung zu beobachten, wird die Zugabe verlangsamt. Je länger die Farbänderung bestehen bleibt, um so langsamer erfolgt die Zugabe der Maßlösung und das Umschwenken der Probe wird intensiviert. Letztlich wird die Maßlösung tropfenweise zugegeben. Bedingt durch die schnelle Zugabe und durch die gewollte Übertitration liegt nun ein "Anhaltswert" für die eigentliche Bestimmung vor. So wird der ungefähre Verbrauch an Maßlösung und vor allem die zu erwartende Farbänderung des Indikators ersichtlich.

### 7.3.2 Haupttitrationen

Die Haupttitrationen erfolgen mit den anderen Teilmengen. Dabei wird die Maßlösung jeweils so lange rasch zugegeben, bis ein Verbrauch von ca. 1,5 - 2,0 ml vor dem "Anhaltswert" aus der Vortitration erreicht ist. Dann erfolgt die Zugabe tropfenweise. Dabei muß das Volumen des Tropfens, der die Farbänderung bewirkt, so klein sein, daß es an der Bürette nicht mehr genau ablesbar ist. Die genaue Vorgehensweise wird im Versuch Titrationsübung beschrieben und auch von dem Ausbildungspersonal demonstriert. Auf jeden Fall ist bei Titrationsende und dem Ablesen des Verbrauchs die jeweilige Nachlaufzeit der Bürette zu beachten. Mit der **dritten** und (**vierten**) Teilprobe wird, bei gleicher Vorgehensweise, der ermittelte Verbrauch an Maßlösung bestätigt.

## 7.4 Titrierübungen mit verschiedenen Indikatoren

Geräte: 1 Bürette, 50 ml

1 Stativ mit Bürettenklammer

1 Vollpipette, 25 ml,

1 Peleusball

3 Weithalslerlenmeyerkolben, 300 ml

1 Becherglas, 150 ml

Papierunterlage weiß

Chemikalien: Indikatorlösungen: Methylrot, Phenolphthalein,

1 l Maßlösung, Natronlauge,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$

1 l Probelösung, Salzsäure,  $c(\text{HCl}) \approx 0,1 \text{ mol/l}$  hergestellt.

Durchführung:

Spülen sie zuerst die saubere Bürette mit der Maßlösung,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ , vor. Dies geschieht, indem Sie etwa 3 bis 5 ml von der Natronlauge einfüllen und die Bürette so drehen und bewegen, daß die gesamte Innenwandung benetzt wird. Lassen Sie die Maßlösung über den Bürettenhahn ablaufen und entsorgen Sie die Lösung als Abfall. Insgesamt soll das "Vorspülen" noch dreimal wiederholt werden. Füllen Sie dann die Bürette luftblasenfrei bis über die "Null-Markierung". Bevor Sie die überstehende Maßlösung über den Bürettenhahn ablaufen lassen, prüfen Sie, ob die Bürette wirklich senkrecht eingespannt ist! Dann stellen Sie den Meniskus der Flüssigkeit auf die "Null-Markierung" ein.

Vorübung:

Geben Sie aus der Bürette durch vorsichtiges, langsames Aufdrehen des Hahns einen Tropfen der Maßlösung in ein kleines Becherglas. Lesen Sie den Flüssigkeitsstand ab. Ist das Volumen größer als 0,1 ml, wiederholen Sie den Vorgang. Ist das entnommene Volumen kleiner als 0,1 ml, lassen Sie soviel Maßlösung ab, daß der nächste Skalenstrich erreicht wird. Dann entnehmen Sie solange kleine Tropfen, bis mindestens drei oder vier dieser Tropfen ein Gesamtvolumen von 0,1 ml haben. Diese kleinst möglichen Tropfen werden als "optimale Tropfen" bezeichnet. Bei der eigentlichen Titration sind solche geringen Mengen notwendig, um die Indikatorfarbe zu ändern, wenn der Umschlagspunkt fast erreicht ist. Anschließend füllen Sie die Bürette wieder auf und stellen auf die Nullmarkierung ein.

Probenvorbereitung:

Bereiten Sie drei Proben vor:

25 ml der vorliegenden Salzsäure werden in einen sauberen 300-ml-Weithals-erlenmeyerkolben pipetiert und mit destilliertem Wasser verdünnt (ein Gesamtvolumen von max. 150 ml entsteht). Dazu geben Sie 3 Tropfen Indikatorlösung.

Titrierübung mit Methylrot:

Methylrot ändert seine Farbe von ROT (Säure) nach GELB oder umgekehrt. Mit Laugen zeigt dieser Indikator eine gelbe Farbe. Während der Titration ist eine orange Mischfarbe zu beobachten. Wenn diese sichtbar wird, beginnt die Zugabe der "optimalen Tropfen".

Die Salzsäure wird gegen die Natronlauge-Maßlösung titriert, d.h. aus der Bürette lassen Sie langsam Natronlauge in die Vorlage tropfen (nicht als zusammenhängender Strahl herausfließen lassen!). Während der Zugabe (immer etwa 1 ml Portionen) wird der Erlenmeyerkolben ständig umgeschwenkt und die Farbe der Lösung beobachtet. Farbänderungen sind gut erkennbar, wenn ein weißes Papier (z.B. Filterpapier) als Unterlage genutzt wird.

Nach der Zugabe von X ml Titrationsmittel ist an der Eintropfstelle eine andere Farbe (orange Mischfarbe) zu beobachten. Nun tropfen Sie die Titrationslösung langsamer als vorher zu, dabei ist der Erlenmeyerkolben wieder ständig umzuschwenken und die Färbung zu beobachten. Sobald der Umschlag nach gelb erfolgt ist, lesen Sie den Verbrauch ab und notieren Sie ihn. Geben Sie einen weiteren Tropfen aus der Bürette zu und stellen Sie fest, ob die Lösung ihre Farbe behält. Andernfalls müssen Sie weitertitrieren. Die so richtig titrierte Probe (besitzt die entsprechende Farbe), dient als Farbvergleich für die nachfolgenden Titrationen.

Titrierübung mit Phenolphthalein:

Die drei Proben bereiten Sie wie vorher beschrieben vor. Dieser Indikator zeigt in sauren Lösungen keine Farbe, er ist FARBLOS. In alkalischen Lösungen ist eine ROTE Farbe oder ein ROSA Farbton zu sehen.

Die Vorgehensweise ist bei dem vorherigen Versuch genau beschrieben.

## 7.5 Bestimmung des Gehaltes an Natronlauge

Geräte: 1 Bürette, 50 ml

3 Weithalserlenemeyerkolben, 300 ml

1 Vollpipette 20 ml

1 Meßkolben, 100 ml

1 Peleusball

Chemikalien: Salzsäuremaßlösung,  $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$

Indikatorlösung,  $w(\text{Methylrot}) = 0,001$  in Ethanol,

Umschlagsbereich pH 4,4 - 6,2

Die Probe erhalten Sie vom Ausbildungspersonal in den ausliegenden 100 ml Meßkolben abgefüllt.

Methode: Neutralisation

Reaktionsgleichung:  $\text{NaOH} + \text{HCl} \rightarrow \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$

Durchführung:

Füllen Sie die im Meßkolben befindliche Probe mit dest. Wasser bis zur Markierung auf und durchmischen die Lösung durch vorsichtiges Umschwenken. Mit der Vollpipette pipettieren Sie davon 20 ml in den Erlenmeyerkolben und geben soviel dest. Wasser dazu, bis die 150 ml Markierung erreicht ist. Auf diese Weise werden drei Proben vorbereitet. Zu jeder Probe geben Sie drei Tropfen Methylrot. Die gelbe Probe wird gegen die titerbekannte Salzsäure titriert; der Äquivalenzpunkt ist erreicht, wenn nach einer orangen Zwischenfarbe eine Rotfärbung sichtbar ist.

### Protokoll, Ergebnisangabe

Siehe Musterprotokoll 7.5.1

Geben Sie die Menge der Lauge in der Stammlösung an:

z. B.: ..... mg NaOH in 100 ml Stammlösung oder

.. ..... mmol NaOH in 100 ml Stammlösung

## 7.5.1 Musterprotokoll: Volumetrische Bestimmung von NaOH

Methode: Neutralisation

Stammlösung: 100 ml NaOH

aliquoter Teil: 20 ml NaOH

Indikator: Methylrot

Maßlösung: Salzsäure,  $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$

Verbrauch an Maßlösung:

\_\_\_\_\_ ml  
\_\_\_\_\_ ml  
\_\_\_\_\_ ml  
\_\_\_\_\_ ml

Reaktionsgleichung:  $\text{NaOH} + \text{HCl} \rightarrow \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$

1 ml Salzsäure,  $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$  ist 3,9997 mg NaOH äquivalent

Molmasse ( $\text{NaOH}$ ) = 39,997 g/mol

Berechnungen:

Ergebnis:  $\beta(\text{NaOH}) = \text{_____ mg/100 ml Stammlösung}$

$c(\text{NaOH}) = \text{_____ mmol/100 ml Stammlösung}$

## 7.6 Bestimmung des Gehaltes an Schwefelsäure

Geräte: 1 Bürette, 50 ml  
3 Weithalslerlenmeyerkolben, 300 ml  
1 Vollpipette, 25 ml  
1 Meßkolben, 100 ml  
1 Peleusball

Chemikalien: Natronlaugemaßlösung,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ , Titer 1.000  
Indikatorlösung: Methylrot,  $w(\text{Methylrot}) = 0,001$  in Ethanol,  
Umschlagsbereich pH 4,4 - 6,2  
Die Probelösung erhalten Sie vom Ausbildungspersonal.

Methode: Neutralisation

Reaktionsgleichung:  $\text{H}_2\text{SO}_4 + 2 \text{NaOH} \rightarrow \text{Na}_2\text{SO}_4 + 2 \text{H}_2\text{O}$

Durchführung:

Füllen Sie die erhaltene Probe im Meßkolben auf und durchmischen die Lösung. Pipettieren Sie jeweils eine aliquote Menge in drei Erlenmeyerkolben. Geben Sie soviel dest. Wasser dazu, bis das übliche Arbeitsvolumen erreicht ist und versetzen die Probe mit Methylrot. Titrieren Sie bis eine Farbänderung von rot über orange nach gelb erfolgt. Es sollten drei übereinstimmende Ergebnisse vorliegen.

Das Protokoll erstellen Sie analog dem Musterprotokoll Seite 149. Als Ergebnis geben Sie die Stoffmengenkonzentration und die Massenkonzentration bezogen auf das Gesamtvolumen Ihrer Probe an.

## 7.7 Bestimmung des Gehaltes an Essigsäure

Geräte: 1 Bürette, 50 ml  
3 Weithalslerlenmeyerkolben, 300 ml  
1 Vollpipette, 20 ml  
1 Meßkolben, 100 ml  
1 Peleusball

Chemikalien: Natronlaugemaßlösung,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$

Indikatorlösung: Phenolphthalein,  $w(\text{Phenolp.}) = 0,1\%$  in Ethanol,  
Umschlagsbereich pH 8,2 - 9,8

Sie erhalten vom Ausbildungspersonal eine Probelösung

Methode: Neutralisation

Hinweis:

Bei der Titration schwacher Säuren muß ein Indikator gewählt werden, dessen Umschlagsbereich im Basischen liegt. Während der Titration entsteht Natriumacetat, das in der Lösung hydrolysiert und somit eine alkalische Reaktion hervorruft (pH 7,9 - 8,8). Deshalb ist für diese Bestimmung Phenolphthalein vorgesehen, dessen Umschlagsbereich zwischen pH 8,2 - 9,8 liegt.

Reaktionsgleichung:  $\text{CH}_3\text{COOH} + \text{NaOH} \rightarrow \text{CH}_3\text{COONa} + \text{H}_2\text{O}$

Durchführung:

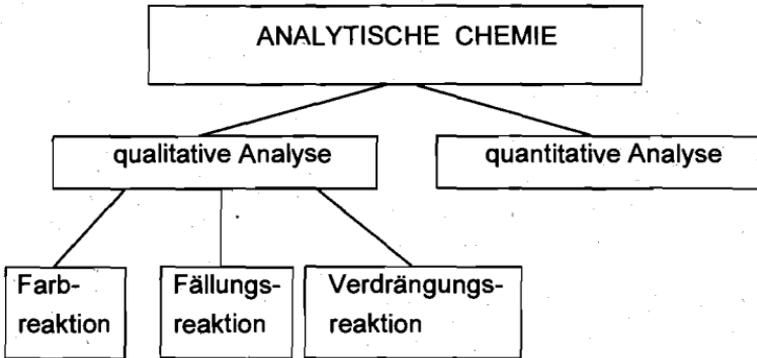
Stellen Sie wie üblich die Stammlösung her und nehmen drei Teilmengen für die Titration. Zu jeder Probe geben Sie drei Tropfen Phenolphthalein. Die farblose Probe wird gegen die Natronlauge-Maßlösung titriert; der Äquivalenzpunkt ist erreicht, wenn eine leichte Rotfärbung sichtbar ist.

Die Rotfärbung muß mindestens für die Dauer von 1 Minute sichtbar bleiben.

Das Protokoll erstellen Sie analog dem Musterprotokoll Seite 149. Als Ergebnis geben Sie die Stoffmengenkonzentration und die Massenkonzentration bezogen auf das Gesamtvolumen Ihrer Probe an.

## 8 Trennung und qualitative Nachweise von Ionen

In den Bereichen Abfall, Abwasser und Wasserversorgung ist es in einigen Fällen erforderlich, vorliegendes Probematerial auf bestimmte anorganische Substanzen zu untersuchen. Dabei ist in manchen Fällen nicht unbedingt die Menge, sondern die Anwesenheit einer Substanz von Interesse, weil diese gegebenenfalls unerwünschte Reaktionen verursacht oder in irgendeiner Weise schädigend wirkt. Beispielsweise sind Eisen- oder Manganverbindungen im Trinkwasser unerwünscht oder hohe Sulfatgehalte wirken im Kanalnetz korrodierend auf Beton. Zur Suche und zum Nachweis von Substanzen werden die Methoden der qualitativen Analyse angewandt.



In der qualitativen Analyse werden ausgewählte chemische Reaktionen, wie zum Beispiel Fällungsreaktionen, Farbreaktionen und Verdrängungsreaktionen zur Substanzerkennung genutzt. Ebenso werden verschiedene Trennverfahren, wie beispielsweise die Filtration oder das Zentrifugieren angewandt. Die Vorschriften der qualitativen Analyse beschreiben Kombinationen dieser Verfahren und stellen hohe Anforderungen an das chemische Wissen. Um eine solche Analyse richtig durchzuführen, sind nicht nur Grundkenntnisse über das chemische Verhalten der Stoffe erforderlich, sondern auch viel Übung bezüglich der systematischen Arbeit. Zu den wichtigen Voraussetzungen für die Durchführung einer qualitativen Analyse gehören Kenntnisse über die chemischen Eigenschaften, das Aussehen, bzw. die Farbe der jeweiligen Substanzen und der herzustellenden Nachweisverbindungen.

In den folgenden Versuchen sollen einfache Nachweisreaktionen für Kationen und Anionen vorgestellt und geübt werden, so daß einige Substanzen identifiziert werden können. Diese Versuche sind weitestgehend störungsfrei, wenn die hier beschriebenen Arbeitstechniken eingehalten werden und einige Kenntnisse über eventuell störende Stoffe vorliegen.

## 8.1 Arbeitsweise in der qualitativen Analyse



### Sicherheitshinweis:

Chemikalien werden grundsätzlich nicht mit den Händen angefaßt, verwenden Sie deshalb immer Spatel oder Tropfflaschen.

Gasende Substanzen werden grundsätzlich nur in einem Abzug aufbewahrt, dort verarbeitet und auch dort sofort entsorgt, wie zum Beispiel konz. Salzsäure und konz. Salpetersäure.

Auch Nachweisreaktionen, bei denen schädigende Dämpfe auftreten, z.B. bei dem Phosphat- oder Nitratnachweis, müssen im Abzug durchgeführt werden.

In der qualitativen Analyse ist es nicht üblich, daß Flüssigkeitsmengen exakt, d. h. mit Meßpipetten oder mit Meßzylindern abgemessen werden.

Werden im Reagenzglas Lösungen erhitzt, soll immer eine Reagenzglas-klammer benutzt werden. Das Erhitzen soll so erfolgen, daß sich das Reagenzglas etwa 15 - 20 cm über der Brennerflamme befindet. Dabei ist es schräg zu halten. Der obere Flüssigkeitsrand soll sich über der Flammenspitze befinden. Durch ständiges leichtes Schütteln wird die Flüssigkeit in Bewegung gehalten, so daß ein gleichmäßiges Erhitzen gewährleistet ist und ein Siedeverzug vermieden wird.



### Sicherheitshinweis:

Halten Sie Reagenzgläser stets so, daß bei einem eventuellen Verspritzen weder Sie noch andere getroffen werden. Empfehlenswert ist, das Erhitzen zuerst mit dest. Wasser zu üben.

## 8.2 Arbeitsmittel

Chemikalien:

Alle Chemikalien sollen von " p. A. Qualität " sein (für die Analyse geeignet).

Eisen(II)-und Eisen(III)-salze: -chlorid, -sulfat, -nitrat -carbonat

Kupfersalze: -sulfat, -chlorid, -carbonat, -nitrat

Aluminiumsalze: -chlorid, -sulfat

Nickelsalze: -chlorid, -sulfat, -nitrat, -carbonat

Mangan(II)-salze: -chlorid, -carbonat, -sulfat

Ammoniumsalze: -sulfat, -chlorid-, carbonat

Natriumsalze: -chlorid, -sulfat, -nitrat, -carbonat, -phosphate

Natriumsulfid

Natriumhydroxid (fest)

Bleiacetat oder Bleiacetatpapier

Konzentriertes Wasserstoffperoxid (Perhydrol) in handelsüblicher Konzentration und eine Lösung mit  $w(\text{H}_2\text{O}_2)=0,06$ .

Konz. Schwefelsäure, konz. Salpetersäure in handelsüblicher Form

Ammoniumhydroxid, Natronlauge, Salz-, Salpeter- und Essigsäure jeweils mit  $c(\dots\dots) = 2 \text{ mol/l}$ . Die vorgenannten Lösungen werden in den Versuchsbeschreibungen als verdünnte Laugen bzw. Säuren bezeichnet.

Schwefelsäure,  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}$

Silbernitratlösung,  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$

Bariumchloridlösung,  $c(\text{BaCl}_2) = 0,1 \text{ mol/l}$

Bariumhydroxidlösung, gesättigt

Ammoniummolybdatlösung

Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung,  $c(\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]) = 0,1 \text{ mol/l}$

Kaliumhydroxidlösung,  $w(\text{KOH}) = 0,10$

Ammonium - oder Kaliumthiocyanat

Alizarin S - Lösung,  $w(\text{Na-Alizarinsulfonat}) = 0,001$

Diacetyldioximlösung (Dimethylglyoxim)  $w(\text{Diacetyldioxim}) = 0,01$

Geräte:

Standflaschen, 250ml für die Säure- und Laugenlösungen

Für die verschiedenen Reagenzlösungen Kunststofftropfflaschen, 100 ml

Für die Ionennachweise werden benötigt:

Reagenzglasgestell mit Abtropfstangen

15 Reagenzgläser

4 Erlenmeyerkolben, 100 ml

Je 2 Bechergläser mit 50, 100, 150 und 250 ml Fassungsvermögen

1 Meßzylinder, 25 ml

1 Reagenzglasklammer

1 Spatel

1 Löffelspatel

3 Uhrgläser

1 Analysentrichter mit Filterpapier für qualitative Zwecke

Spritzflasche, 500 ml für dest. Wasser

1 gebohrter Gummistopfen (passend für Reagenzgläser) mit Einleitröhrchen

1 Gärröhrchen

1 Laborgasbrenner

1 Ceranplatte mit Vierfuß

1 Filtriergestell



**Sicherheitshinweis:**

Sie benötigen als persönliche Schutzausrüstung säurefeste Handschuhe und Schutzbrille.

### 8.3 Übungen zur qualitativen Analyse

Die folgenden Aufgaben sollen durchgeführt werden, **b e v o r** die Einzelnachweise geübt werden

#### 8.3.1 Umgang mit Chemikalien

Die folgenden Chemikalien sollen betrachtet und beschrieben werden:

Eisen(II)- und Eisen(III)-salze: -chlorid, -sulfat, -nitrat -carbonat

Kupfersalze: -sulfat, -chlorid, -carbonat, -nitrat

Aluminiumsalze: -chlorid, -sulfat

Nickelsalze: -chlorid, -sulfat, -nitrat, -carbonat

Mangan(II)-salze: -chlorid, -carbonat, -sulfat

Ammoniumsalze: -sulfat, -chlorid-, carbonat

Natriumphosphate, Natriumsulfid, Natriumcarbonat

Aufgaben:

1. Welche Gefahrensymbole zeigt der jeweilige Chemikalienbehälter?
2. Welche Gefahren gehen von der jeweiligen Substanz aus (siehe R - Sätze)?
3. Welche Sicherheitsmaßnahmen müssen ergriffen werden (siehe S - Sätze)?
4. Welche Farbe haben diese Verbindungen ?
5. Welche Salze sind in Wasser löslich ?

Beantworten Sie alle Fragen schriftlich und diskutieren Sie das Protokoll mit Ihrem Ausbildungspersonal.

#### 8.3.2 Dosierübung

Geben Sie mit Hilfe einer Spritzflasche eine beliebige Menge dest. Wasser in ein Reagenzglas und vergleichen Sie die jeweilige Füllmenge bzw. Füllhöhe mit der Skala eines 25-ml-Meßzylinders. Danach halten Sie beide Geräte nebeneinander und markieren Sie am Reagenzglas die Füllhöhen für 1-, 2-, 5- und 10 ml Portionen. Üben Sie dieses Dosieren auch an einem nicht markierten Reagenzglas. Ebenso ist es sinnvoll, die Entnahme aus den kleinen Laborstandflaschen zu üben.



#### Sicherheitshinweis:

Grundsätzlich werden Reagenzgläser nur zu 2/3 gefüllt

## 8.4 Anionennachweise

Vorbemerkungen zu den Einzelnachweisen:

Verwenden Sie für die Nachweise von Sulfid, Sulfat, Chlorid, Nitrat wäßrige Lösungen der entsprechenden Salze. Sie sollten jeweils etwa 50 g (ml) Lösung herstellen, wobei der Massenanteil ca.  $w(\text{Anion}) = 0,01$  beträgt.

Der Carbonat- und Phosphatnachweis wird direkt aus der Ursubstanz durchgeführt.

Beispiel:

Es wird mit gerundeten molaren Massen gerechnet!

NaCl mit der molaren Masse 58,5 g/mol enthält 35,5 g Chloridionen. Wieviel g NaCl sind notwendig, wenn 50 g (ml) Lösung mit  $w(\text{Cl}) = 0,01$  herzustellen ist?

35,5 g Chloridionen sind in 58,5 g NaCl

1,0 g Chloridionen sind in x g NaCl

$$X = \frac{58,5 \text{ g} \cdot 1,0 \text{ g}}{35,5 \text{ g}}$$

$$X = 1,65 \text{ g}$$

Für 100 g Lösung werden 1,65 g NaCl benötigt; für 50 g chloridhaltige Lösung benötigen Sie demnach 0,82 g NaCl.

Es genügt, wenn Sie diese Menge grob auf einer Waage abwiegen und in 50 ml dest. Wasser lösen.

Sie oder das Ausbildungspersonal berechnen die notwendigen Substanzmengen für den Sulfid-, Sulfat- und Nitratnachweis und stellen entsprechende Lösungen her. Für jeden Einzelnachweis verwenden Sie maximal 5 ml der jeweiligen Lösung. So kann jeder Nachweis bis zu 10 mal geübt werden.

Hinweis:

Anstelle von dest. Wasser kann bei allen Versuchen auch vollentsalztes (entionisiertes) Wasser mit einer Leitfähigkeit kleiner als 15  $\mu\text{S}/\text{cm}$  verwendet werden.

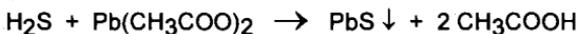
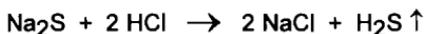
### 8.4.1 Sulfidionen-Nachweis



#### Sicherheitshinweis:

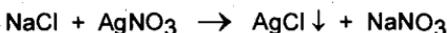
Dieser Nachweis darf nur unter Aufsicht des Ausbildungspersonals durchgeführt werden. Schwefelwasserstoff ist **giftig**. Der Versuch ist **nur** im Abzug durchzuführen.

Feuchten Sie das Bleiacetatzpapier mit dest. Wasser an und kleben es so auf die konvexe Seite eines Uhrglases. Auf ein zweites Uhrglas geben Sie etwas Probelösung und fügen etwas verdünnte Salzsäure dazu. Legen Sie nun beide Gläser übereinander, der entweichende Schwefelwasserstoff schwärzt das Papier, weil er mit dem Bleiacetat zu schwarzem Bleisulfid reagiert.



### 8.4.2 Chloridionen-Nachweis

Geben Sie etwas Probelösung in ein Reagenzglas und säuern Sie diese mit verdünnter Salpetersäure an (pH-Wert prüfen). Dann fügen Sie etwa 2 bis 4 Tropfen Silbernitratlösung dazu. Sind Chloridionen vorhanden, bildet sich ein käsiger weißer, voluminöser Niederschlag von Silberchlorid.



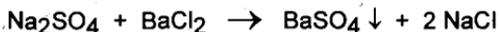
Nach Zugabe von verd. Ammoniaklösung löst sich der Niederschlag wieder auf (pH-Wert).

Anmerkung:

$\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$  und  $\text{CrO}_4^{2-}$ -Ionen bilden einen gelblichen, gelben oder bräunlichen Niederschlag. Störend sind auch  $\text{CN}^-$  oder  $\text{SCN}^-$ -Ionen, die einen weißen Niederschlag bilden.

### 8.4.3 Sulfationen-Nachweis

Geben Sie etwas Probelösung in ein Reagenzglas und säuern Sie diese mit verdünnter Salzsäure an. Zeigt die Probe eine saure Reaktion (pH-Wert prüfen), wird die Lösung erhitzt. Dadurch wird Kohlenstoffdioxid ausgetrieben und die Bildung von störendem Bariumcarbonat vermieden. Nach etwa zwei-minütigem Sieden werden 2 - 4 Tropfen Bariumchlorid-Lösung zugegeben. Sind Sulfationen vorhanden, bildet sich ein feiner, weißkristalliner Niederschlag von Bariumsulfat. Sollte kein Niederschlag entstehen, evtl. mit einem Glasstab an der Innenwand des Reagenzglases reiben oder die Lösung eine Weile stehen lassen.



### 8.4.4 Nitrationen-Nachweis

Geben Sie etwas Probelösung in ein Reagenzglas und fügen etwas verdünnte Schwefelsäure dazu. Dann erhitzen Sie die Lösung zum Sieden. Nach etwa fünf Minuten kühlen Sie die Probe unter fließendem kaltem Wasser ab. Zu der kalten Lösung geben Sie soviel Eisen(II)-sulfat dazu, daß eine gesättigte Lösung entsteht (Bildung von Bodensatz). Danach dekantieren Sie einen Teil der überstehenden Lösung in ein Reagenzglas, der Rest wird zunächst aufbewahrt. Diese Vorgehensweise hat den Vorteil, daß bei Bedarf von der gleichen Probe der Nitratnachweis wiederholt werden kann.

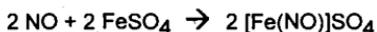


#### Sicherheitshinweis:

Anschließend im Abzug weiterarbeiten

Nun wird die abdekantierte Lösung mit 2 - 3 ml konz. Schwefelsäure unterschichtet. Dazu halten Sie das Reagenzglas so schräg, daß keine Lösung heraustropft. Dann geben Sie langsam etwa 2 ml konzentrierte Schwefelsäure dazu. Die Schwefelsäure läuft an der Innenwandung unter die Lösung. Diese wird unterschichtet.

Bringen Sie das Reagenzglas wieder langsam ohne Erschütterung in die Senkrechte. Durch die unterschiedlichen Dichten entstehen somit zwei Flüssigkeitsschichten. Sind Nitrat-Ionen vorhanden, bildet sich an der Grenzschicht ein amethystfarbener oder brauner Ring aus Nitroso-Eisen(II)-sulfat.



Beachten Sie:

Wird der Nachweis aus dem Sodaauszug (vergl. Kap. 8.6) durchgeführt, kann sich ein weißer Niederschlag bilden; der Versuch muß dann wiederholt werden (Fehler durch Fe(III)-sulfat, -carbonat).

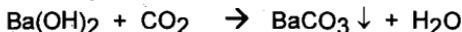
Bei realen Proben kann der Nachweis durch Bromid-, Iodid- oder Nitrit-Ionen gestört werden.

#### 8.4.5 Carbonationen-Nachweis

Beachten: Die Bariumhydroxidlösung darf keine Trübung aufweisen!  
Gegebenenfalls ist sie vorher zu filtrieren.

Carbonatnachweis mit einem Einleitröhrchen:

Füllen Sie etwa 5 ml der klaren Bariumhydroxid-Lösung in ein Reagenzglas. Dann versetzen Sie die im zweiten Reagenzglas befindliche Probe mit etwas verdünnter Salzsäure und setzen schnellstmöglich ein Einleitröhrchen mit Stopfen auf das Reagenzglas; die Spitze dieses Einleitröhrchens tauchen Sie in die Bariumhydroxidlösung. Ist bei der Säurezugabe schon eine Gasbildung sichtbar, ist dies ein deutlicher Hinweis auf Kohlenstoffdioxid und damit auf Carbonate. Das freigesetzte Kohlenstoffdioxid entweicht, perlt durch die Lauge und bildet eine Trübung aus Bariumcarbonat.



Ist dies nicht zu beobachten, sollte die Probe vorsichtig erwärmt werden. Dabei sollte das Reagenzglas so weit von der Heizquelle entfernt bleiben, daß ein Sieden ausgeschlossen ist. Die Trübung muß dann bei austretendem Gasstrom zu beobachten sein.

Nachweis mit Gärröhrchen:

Geben Sie in ein sauberes Gärröhrchen soviel gesättigte Bariumhydroxid-lösung, daß die Kugeln zur Hälfte gefüllt sind. Dann geben Sie eine Spatelspitze der festen Probe in ein Reagenzglas und fügen etwa 5 ml verdünnte Salzsäure hinzu.

Setzen Sie schnell das gefüllte Gärröhrchen auf das Reagenzglas.

Die Reaktion verläuft wie bei dem vorherigen Versuch.

#### 8.4.6 Phosphationen-Nachweis



##### Sicherheitshinweis:

Der Versuch ist im Abzug durchzuführen und dort auch sofort zu entsorgen.

Geben Sie eine Spatelspitze der Probe in ein Reagenzglas und fügen etwa 4 ml konz. Salpetersäure hinzu.

Sollte eine Gasentwicklung, d. h. ein Aufschäumen zu bemerken sein, erhitzen Sie die Probe so lange, bis die Gasentwicklung beendet ist!

Auf jeden Fall ist die Probe zum Sieden zu erhitzen. Löst sich der Feststoff dabei nicht auf, wird die überstehende Flüssigkeit in ein anderes Reagenzglas dekantiert.

Dann geben Sie zu der klaren Lösung einige Tropfen Ammoniummolybdatlösung. Bei Anwesenheit von Phosphationen bildet sich ein gelber, feinkristalliner Niederschlag aus Ammonium-tetra-molybdato-phosphat.

Die umfangreiche Reaktionsgleichung entfällt.

## 8.5 Nachweis von Kationen

Die folgenden Kationennachweise können nur dann einwandfrei durchgeführt werden, wenn die anfangs genannten Chemikalien verwendet werden. Um Störungen zu vermeiden, sollten Sie auch vorerst keine Chemikalien mischen. Die hier aufgeführten Nachweise können bei Wasser-, Abwasser- und evtl. auch bei Abfallproben nur mit sehr großen Einschränkungen genutzt werden. Sie können höchstens als Hinweis auf die Anwesenheit von Schwermetallionen gedeutet werden! Bei einem positiven Nachweis aus einer realistischen Probe sollte der Befund in einem Fachlabor qualitativ und ggf. quantitativ überprüft werden. Die Trennung und die Nachweise von Metallionen aus realen Proben sind sehr umfangreich und erfordern eine spezielle Ausbildung.

Die Probelösungen werden mit einer Konzentration von etwa  $w(\text{Kation}) = 0,01$  angesetzt. Beispiel: Kupfersalz enthält ca. 60 % Kupfer. Dementsprechend wären etwa 1,7 g Kupfersulfat in 100 ml Wasser zu lösen. Berechnungen für die Probelösungen sind analog zu denen der Anionennachweise.

### 8.5.1 Kupferionen-Nachweis

Geben Sie etwas Probelösung in ein Reagenzglas. Setzen Sie soviel verdünnte Ammoniaklösung zu, bis die Lösung basisch reagiert.

Sind Kupferionen vorhanden, entsteht eine tiefblaue (kornblumenblaue) Lösung von Tetramminkupfer(II)-Salz.



### 8.5.2 Eisenionen-Nachweis

Nach Möglichkeit sollten Eisen(III)-Salze verwendet werden. Durch die Verwendung von Eisen(II)-Salzen wäre vor den eigentlichen Nachweisen eine Oxidation der Eisen(II)-Ionen erforderlich. Aus Arbeitssicherheitsgründen sollte dies vermieden werden.

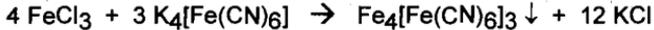


#### Sicherheitshinweis:

Wurde die Probe mit  $\text{H}_2\text{O}_2$  oder anderen Oxidationsmitteln behandelt, sind diese vollständig zu verkochen. Es entstehen sonst giftige Gase (Blausäure).

Nachweis mit Kaliumhexacyanoferrat II:

Geben Sie etwas Probelösung in ein Reagenzglas, und fügen Sie einige Tropfen Kaliumhexacyanoferrat (II) zu. Bei Anwesenheit von Eisen(III)-Ionen entsteht ein tiefblauer Niederschlag von Tetraeisenhexacyanoferrat (Berliner Blau).



Nachweis mit Kaliumthiocyanat:

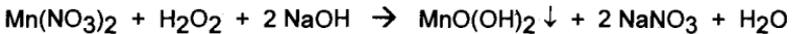
Geben Sie etwas Probelösung in ein Reagenzglas und fügen Sie eine kleine Spatelspitze Kaliumthiocyanat zu. Bei Anwesenheit von  $\text{Fe}^{3+}$ -Ionen bildet sich eine rote Lösung aus Eisen(III)-thiocyanat.



Anmerkung: Mit diesem Nachweis können sehr geringe Mengen  $\text{Fe}^{3+}$  nachgewiesen werden. Diese Methode ist als Spurennachweis für Trinkwasseruntersuchungen geeignet.

### 8.5.3 Manganionen-Nachweis

Geben Sie etwas Probelösung in ein Reagenzglas. Setzen Sie ca. 2 ml verdünnte Wasserstoffperoxidlösung und anschließend etwas verdünnte Natronlauge zu. Sind  $\text{Mn}^{2+}$ -Ionen vorhanden, bildet sich ein braunschwarzer, voluminöser Niederschlag von Manganoxidihydroxid.



#### 8.5.4 Aluminiumionen-Nachweis

Geben Sie etwas Probelösung in ein Reagenzglas und soviel KOH ( $w(\text{KOH})=0,10$ ) zu, daß der entstehende Niederschlag sich gerade wieder auflöst. Anschließend tropfen Sie Alizarin S - Lösung zu und säuern mit verdünnter Essigsäure wieder an (pH-Wert prüfen). Sind  $\text{Al}^{3+}$ -Ionen vorhanden, entsteht ein roter, flockiger Niederschlag bzw. Farblack.

Die umfangreiche Reaktionsgleichung entfällt.

#### 8.5.5 Nickelionen-Nachweis

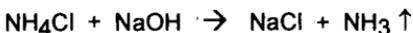
Säuern Sie etwas Probelösung in einem Reagenzglas mit verdünnter Salzsäure an und fügen sie einige Tropfen Diacetyldioximlösung zu. Anschließend geben Sie soviel verdünnte Ammoniaklösung zu, daß ein pH-Wert zwischen 8 und 9 erreicht wird.

Sind  $\text{Ni}(\text{II})$ -Ionen vorhanden, entsteht ein roter, voluminöser Niederschlag von Nickeldiacetyldioxim.

Die umfangreiche Reaktionsgleichung entfällt

#### 8.5.6 Ammoniumionen-Nachweis

Feuchten Sie ein Stück Universalindikatorpapier mit dest. Wasser an und legen es in die konvexe Seite eines Uhrglases. Geben Sie etwas Probelösung oder Feststoff, 1 - 2 Natriumhydroxidplättchen und etwas dest. Wasser in ein 50-ml-Becherglas. Legen sie das Uhrglas mit der Indikatorpapierseite zur Probe, auf das Becherglas. Das freiwerdende Ammoniak färbt das Indikatorpapier blau.



## 8.6 Sodaauszug

In der Praxis ist es selten gegeben, daß Ionen störungsfrei nachweisbar sind. Damit jedoch ein weitestgehend störungsfreier Nachweis der Anionen erfolgen kann, ist die Anwendung eines speziellen Trennverfahrens vorgesehen. Dieser sogenannte Sodaauszug bewirkt, daß eine Vielzahl störender Kationen durch Fällungsreaktionen abgetrennt und durch Natriumionen ersetzt werden. Beispielsweise würden Calcium- oder Bariumionen den Nitratnachweis stören. Auch Eisenionen, die eine farbige Lösung ergeben, werden wie etliche andere Ionen als Carbonate oder Hydroxide gefällt und abgetrennt.

### 8.6.1 Herstellen des Sodaauszuges

Geräte: 1 Erlenmeyerkolben, 100 ml  
1 Analysentrichter  
Filterpapier für qualitative Analysen  
5 Reagenzgläser  
2 Bechergläser, 150 ml

Chemikalien: Für die Analyse erstellen Sie oder ihr Ausbildungspersonal ein Gemisch aus beliebigen Chloriden, Sulfaten und Nitraten. Vermischen und verreiben Sie die Substanzen ( Mörser und Pistill ).

#### Durchführung

Etwa 1 g der Probe, d.h. der Ursubstanz, werden zusammen mit der fünf-fachen Menge wasserfreiem Natriumcarbonat (Soda) in einen 100-ml-Erlenmeyerkolben gegeben und mit ca. 50 ml dest. Wasser aufgeschlämmt. Das Gemisch wird bis zum Sieden erhitzt. Dann läßt man es bei kleiner Brennerflamme mindestens fünf Minuten weiter sieden.



#### Sicherheitshinweis:

Bei evtl. Überkochen der Probe beseitigen Sie die Verschmutzung sofort mit viel Wasser.

Filtrieren Sie den heißen Sodauszug über den Papierfilter in ein 150-ml-Becherglas. Das Filtrat muß klar und farblos sein. Vorteilhaft ist es, wenn Sie gleich nach dem Filtrieren jeweils etwa 3 bis 5 ml Sodauszug für jeden Nachweis in ein Reagenzglas füllen. Den restlichen Sodauszug sollten Sie mit einem Uhrglas abdecken und als Reserve beiseite stellen. Der Rückstand im Filterpapier ist ordnungsgemäß zu entsorgen.

Anmerkung für den Fall, daß Kupfersalze verwendet werden:

Ist das Filtrat blau oder schwach bläulich, dann würden vorhandene Kupferionen nicht vollständig abgetrennt. In diesem Fall stellen Sie einen neuen Sodauszug her und nehmen nur 2/3 der ursprünglichen Sodamenge. Ggf. muß die Sodamenge noch weiter reduziert werden.

### 8.6.2 Nachweise aus dem Sodauszug

Aus der Lösung des Sodauszugs sind die Chlorid-, Sulfat- und Nitrationen nachzuweisen. Beachten Sie dabei die Anmerkungen und Hinweise zu den vorher beschriebenen Einzelnachweisen!

Bei jedem Nachweis ist zu prüfen, ob ausreichend Säure zugegeben wurde. Dies geschieht am besten so, daß mit einem Glasstab etwas von der angesäuerten Probe entnommen und auf ein Stück pH-Papier gegeben wird.



#### Sicherheitshinweis:

Bei Verwendung des Sodauszugs beachten Sie, daß die Zugabe von verdünnten Säuren zu der jeweiligen Probe portionsweise und langsam erfolgt. Bei schneller Zugabe würde die Probe durch heftig entweichendes Kohlenstoffdioxid verspritzen.

### 8.7 Versuche zur qualitativen Bestimmung unbekannter Salze

Ihr Ausbildungspersonal gibt Ihnen mehrere verschiedene Gemische, die auf alle Anionen zu prüfen sind.

Hinweis für das Ausbildungspersonal: Die Zusammensetzung dieser Proben sollte unterschiedlich sein und mindestens drei Anionen enthalten.



#### Sicherheitshinweis:

Aus Arbeitssicherheitsgründen sollte die Verwendung von Natriumsulfid und Chromaten weitestgehend eingeschränkt bleiben.

## 9 Mikrobiologische Arbeiten

Die mikrobiologischen Untersuchungen beschränken sich in diesem Handbuch auf die Vermittlung von Grundkenntnissen über Mikroorganismen mit Hilfe der Mikroskopie. Dabei sollen Eigenschaften wie Aussehen, Vorkommen, Größe und Beweglichkeit ausgewählter Mikroorganismen sowie der Umgang mit dem Mikroskop erlernt werden. Es bleibt dem Ausbildungspersonal überlassen, welche Objekte als Präparate für die Vermittlung dieser Kenntnisse und Fertigkeiten ausgewählt werden. Ganz besonders eignet sich hierfür der Belebte Schlamm eines Klärwerkes. Aber auch andere Proben, wie z.B. Teichwasser, Erd- und Kompostaufschlammungen, Joghurt oder Backhefe können als Untersuchungsobjekte dienen. Aufbauend auf diesen Grundlagen können dann im dritten Ausbildungsjahr die fachspezifischen Aufgaben bearbeitet werden.

Aus Gründen der Arbeitssicherheit sollen über die einfache Mikroskopie hinausgehende Kenntnisse durch Maßnahmen außerhalb der Ausbildungsstätte, z.B. ein Praktikum in einem Gesundheits- oder Chemisch - Biologischen Untersuchungsamt, erworben werden. Hierzu zählt auch die Anreicherung von Mikroorganismen auf Nährböden, wie sie für die Identifizierung von Organismen und Keimen im Trinkwasser, den Nachweis coliformer Bakterien und die Bestimmung der Koloniezahl sowie der Coli- und Gesamtkeimzahl erforderlich ist. Soll ein Objekt näher betrachtet werden, hält man es näher an das Auge. Führt man es jedoch näher als 15 - 20 cm an das Auge heran, verschwimmt das Bild. Die Auflösungsgrenze des Auges ist erreicht. Unter der Auflösungsgrenze versteht man die Fähigkeit, zwei dicht nebeneinander liegende Punkte noch wahrzunehmen. Aus der Entfernung von 25 cm kann das menschliche Auge noch zwei Punkte voneinander unterscheiden, die ca. 0,15 mm voneinander entfernt sind. Liegen die Punkte dichter zusammen, benötigt man optische Hilfsmittel, wie z. B. eine Lupe oder ein Mikroskop.

## 9.1

## Aufbau und Funktion eines Lichtmikroskopes

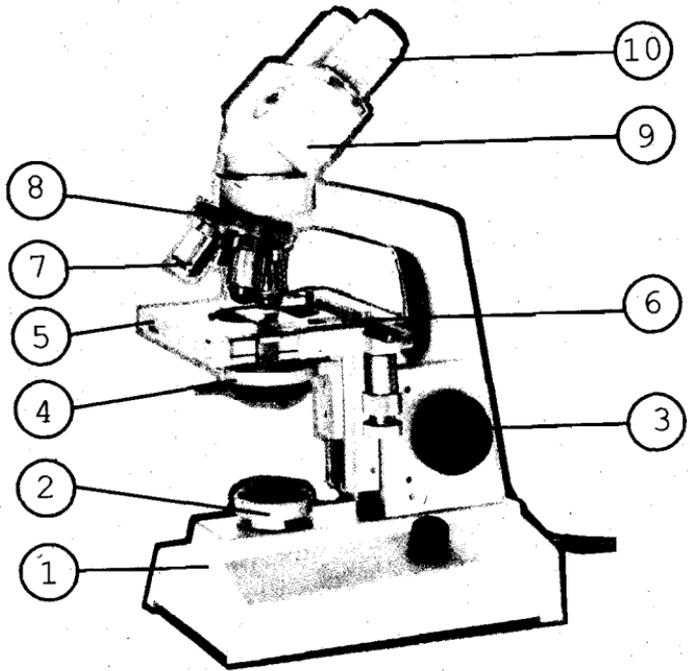


Abb. 59: Hauptbestandteile eines Lichtmikroskopes

Erklärung der Begriffe:

Fuß (1):

Der Fuß sollte groß, schwer und standfest sein, um ein Verwackeln oder Umstoßen zu vermeiden.

Leuchte (2):

Die Leuchte ist in den Fuß eingearbeitet und dient einer gleichmäßigen Beleuchtung. Sie kann bei einigen Mikroskopen durch einen drehbaren Spiegel ersetzt werden.

- Grob-/ Feintrieb (3): Mittels Grob- und Feintrieb wird die Höhe des Objektisches verändert. Hierdurch wird eine sichere Scharfeinstellung des mikroskopischen Bildes erreicht.
- Kondensator (4): Der Kondensator hat die Funktion, das Licht zu sammeln und eine helle und gleichmäßige Ausleuchtung des gesamten Bildfeldes zu gewährleisten. In den Kondensator ist die Aperturblende eingebaut, mit der Kontrast und Tiefenschärfe des Bildes eingestellt wird.
- Objektstisch (5): Der Objektstisch dient zur Auflage des Präparates (Objektes).
- Objekttischführer (6): Der Objektstischführer ermöglicht eine präzise Bewegung des Präparates in x- und y- Richtung.
- Objektiv (7): Das Objektiv ist ein Linsensystem, das ein umgekehrtes, vergrößertes Bild des Objektes im Tubus liefert (= 1. Vergrößerungsstufe).  
Die Objektive sind mit mehreren Zahlen beschriftet, die Informationen über die Leistungsfähigkeit des Objektivs enthalten (Tubuslänge, Deckglasdicke, Maßstabzahl des Objektivs, numerische Apertur).
- Objektivrevolver (8): Der Objektivrevolver nimmt die verschiedenen Objektive auf, die zum Vergrößerungswechsel nacheinander in den Strahlengang geschwenkt werden können.
- Tubus (9): Der Tubus ist eine Röhre (ohne Linsen), die als Verbindungsstück zwischen Objektiv und Okular dient.
- Okular (10): Das Okular ist ein Linsensystem, das ein im Tubus entstandenes Bild wie eine Lupe nochmals vergrößert (=2. Vergrößerungsstufe) und auf der Netzhaut des Auges abbildet. Die Vergrößerung ist im Okular eingraviert.

## 9.2 Mikroskopische Untersuchung von Mikroorganismen



### Sicherheitshinweis:

Proben für die Mikroskopie können Krankheitserreger enthalten. Dies gilt vor allem für Abfälle und den belebten Schlamm einer Kläranlage. Besondere Sauberkeit und Hygienemaßnahmen sind deshalb geboten.

Halten Sie Ihren Arbeitsplatz absolut sauber! Nach der Arbeit wird der gesamte Arbeitsbereich naß gewischt und unter Ausnahme des Mikroskopes anschließend mit einem Desinfektionsmittel behandelt. Das Mikroskop darf wegen der empfindlichen Optik weder mit Löse- und Desinfektionsmitteln noch mit scharfen Reinigern in Berührung kommen. Die Proben werden je nach Konsistenz entweder über den allgemeinen Abfall oder mit dem Laborabwasser entsorgt.

Zum Schluß werden die Hände gewaschen und abschließend desinfiziert (zweckmäßigerweise mit einer käuflichen Lösung aus einem Wandspender neben dem Handwaschbecken).

### 9.2.1 Entnahme einer Probe für die Mikroskopie

Geräte: 1 Schöpfergerät für Belebtschlamm

1 Glas- oder PE-Flasche, Weithals, 1000 ml

1 Spatel oder Löffel

Vorgehen:

Flüssige Proben werden geschöpft oder mit einer fest installierten Pumpe (z.B. aus dem Belebungsbecken) entnommen und in einer zu maximal 3/4 gefüllten 1000 ml-Flasche transportiert.

Feste Proben, z.B. Humusboden, organischer Abfall oder Kompost werden mit einem Spatel oder einem Löffel in eine Weithalsflasche gegeben.

Aus den unter Kühlung zu lagernden Proben wird möglichst schnell, maximal aber nach 3 bis 4 Stunden ein Präparat für die Mikroskopie gewonnen.

## 9.2.2 Herstellung eines Präparates für die Mikroskopie

Geräte: 2 Bechergläser, 250 ml

1 Glasstab

1 Objektträger

1 Deckgläschen

1 Pasteurpipette oder Impföse (Durchmesser 3-4 mm)

Saugfähiges Papier

1 Spritzflasche mit Wasser

### Durchführung

Wässrige Proben:

Geben Sie etwa 100 ml Ihrer Probe in ein Becherglas. Schlammige Proben werden vorsichtig mit dem Glasstab durchmischt. Danach läßt man den groben Schlamm absitzen und entnimmt mit der Pasteurpipette oder der Impföse einen kleinen Tropfen der Probe.

Aufschlammungen fester Proben:

Geben Sie mit einem Spatel oder einem Löffel etwas Probe in ein 250-ml-Becherglas. Fügen Sie etwa 100 ml Wasser dazu und rühren mit einem Glasstab vorsichtig um. Nachdem der grobe Schlamm sich abgesetzt hat entnehmen Sie wie bei wässrigen Proben mit einer Pasteurpipette oder einer Impföse einen kleinen Tropfen.

Geben Sie den Probetropfen auf einen sauberen und fettfreien Objektträger und decken ihn dann mit einem Deckgläschen ab, indem Sie das Deckgläschen neben der Probe auf einer Seite schräg aufsetzen und vorsichtig fallen lassen, so daß keine Luftblasen entstehen (siehe Abb. 60).

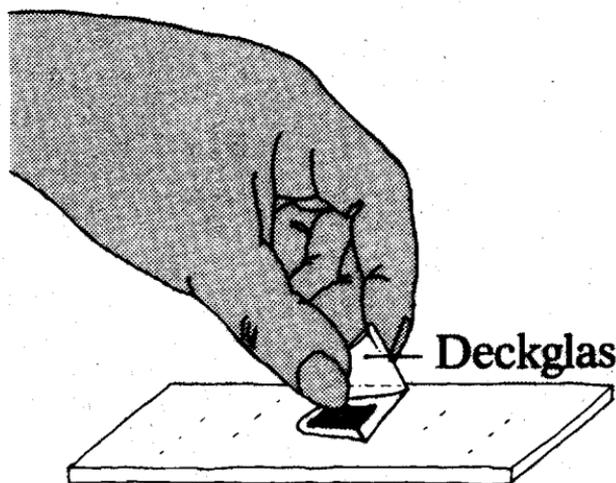


Abb. 60: Auflegen des Deckgläschens

Die Wasserschicht zwischen Objektträger und Deckgläschen soll möglichst dünn sein. Es ist aber wichtig, daß die Flüssigkeit den Raum unter dem Deckgläschen vollständig ausfüllt. Überschüssiges Wasser wird vorsichtig mit einem Stück saugfähigem Papier (z.B. Filterpapier) entfernt.

#### Störungen:

Wenn die Probe grobe Teilchen wie z.B. Sand enthält, kann es vorkommen, daß das Deckgläschen auf einem Sandkörnchen liegt und es nicht gelingt, den Zwischenraum vollständig mit Wasser zu füllen. Es werden dann Luftblasen eingeschlossen. In diesem Fall muß ein neues Präparat bereitet werden. Je nach Konsistenz der Ausgangsprobe kann das Präparat zu dicht oder zu dünn sein. Bei einem zu dichten Präparat überdecken sich einzelne Schlammflocken oder Organismen, klare Strukturen sind nicht erkennbar. Fertigen Sie in diesem Fall ein frisches Präparat nach Verdünnung der Probe an. Ist die Probe zu dünn, läßt man die suspendierte Phase etwas absitzen und entnimmt den zu untersuchenden Tropfen aus dem konzentrierteren Bereich.

Verwenden Sie für jede Untersuchung ein neues Deckgläschen, Objektträger können gespült und mehrfach benutzt werden.

### 9.2.3 Betrachten der Präparate

Geräte: Mikroskop mit regelbarer Beleuchtung  
Objektivrevolver und Okularmikrometer  
1 Stück Faden oder Angelschnur.

Durchführung:

Schalten Sie das Mikroskop ein und legen den Objektträger mit dem Präparat so auf den Objektisch, daß das Zentrum des Präparates über der Kondensorlinse in der Mitte des Tisches liegt. Wählen Sie zunächst ein Objektiv mittlerer Vergrößerung (10-fach) und stellen das Präparat mit dem Grob- und Feintrieb scharf ein. Die Beleuchtungsstärke ist so zu regeln, daß feine Strukturen nicht überstrahlt werden. Mit Hilfe des Objektführers oder mit der Hand kann der Objektträger verschoben und dabei das gesamte Präparat durchgemustert werden.

Drehen Sie ein stärkeres Objektiv des Objektivrevolvers in den Strahlengang, und korrigieren Sie vorsichtig mit dem Feintrieb die Schärfe. Wiederholen Sie die Betrachtung Ihres Präparates.

Notieren Sie die jeweils gewählte Vergrößerung. Zur Bestimmung von Gestalt, Größe und Struktur der Organismen reicht in der Regel eine 100 bis 200-fache Vergrößerung. Mit der 400 bis 500-fachen Vergrößerung lassen sich innere Strukturen von Schlammflocken und das Wachstum einiger freischwebender Bakterien erkennen. Die Anwendung höherer Vergrößerungen ist im Rahmen der hier durchzuführenden Versuche nicht sinnvoll.

Aufgaben:

1. Beschreiben Sie das mikroskopische Bild bei der jeweils gewählten Vergrößerung. Diskutieren Sie Ihr Ergebnis mit dem Ausbilder.
2. Fertigen Sie von einem ausgewählten Objekt eine Bleistiftskizze.

### 9.3 Abschätzen der Objektgröße unter dem Mikroskop

Für die Identifizierung von Organismen unter dem Mikroskop ist die Abschätzung der Größe eine wichtige Voraussetzung. Am einfachsten ist die Bestimmung mit dem Okularmikrometer, das zweckmäßigerweise zur Ausrüstung des Mikroskopes gehören sollte. Die Einheit, in der gewöhnlich gemessen wird, ist das Mikrometer ( $\mu\text{m}$ , millionstel Meter).

Das Okularmikrometer befindet sich auf dem Blendenring des Okulars und hat eine Strichskala mit Abständen von  $100\ \mu\text{m}$  zwischen den Strichen. Bei scharf eingestelltem Objekt sieht man das Präparat und die Skala des Okularmikrometers zugleich und kann Vergleiche anstellen. Im einfachsten Fall vergleicht man ein Objekt bekannter Dicke (Objektmikrometer) mit der Skala des Okularmikrometers und führt so eine Kalibrierung durch.

Ein Objektmikrometer ist ein Objektträger, der eine Strichskala trägt. Die Abstände zwischen den Strichen betragen hier  $10\ \mu\text{m}$ .

Zur Kalibrierung betrachtet man bei einer bestimmten Kombination von Okular und Objektiv (z.B. 10-fach) das scharf eingestellte Objektmikrometer. Man stellt beide Skalen so ein, daß sie aneinanderliegen und die Nullpunkte sich decken.

Angenommen, die beiden weitesten Teilstriche, die sich decken, entsprechen beim Objektmikrometer 10 Teilstrichen ( $= 100\ \mu\text{m}$ ), beim Okularmikrometer 8 Teilstrichen. Durch einfachen Dreisatz läßt sich errechnen, daß in diesem Fall der Abstand zwischen zwei Teilstrichen des Okularmikrometers  $12,5\ \mu\text{m}$  beträgt. Die Größe eines unbekanntes Objektes läßt sich nunmehr leicht errechnen, indem man die abgelesenen Teilstriche am Okularmikrometer mit  $12,5$  multipliziert, z.B. entsprechen 20 Teilstriche  $250\ \mu\text{m}$ .

Diese Kalibrierung ist für alle verwendeten Vergrößerungen durchzuführen.

Aufgaben:

1. Kalibrieren Sie das Labormikroskop bei verschiedenen Objektiven.
2. Bestimmen Sie die Dicke eines Haares und einer Angelschnur.
3. Bestimmen Sie die Größe verschiedener identifizierter Organismen eines Präparates (siehe dazu Versuch 9.2.3).

# Größenbereiche In der Mikroskopie

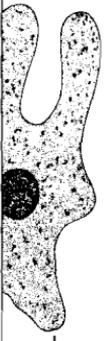
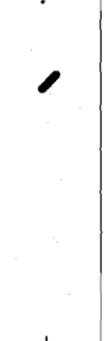
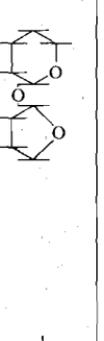
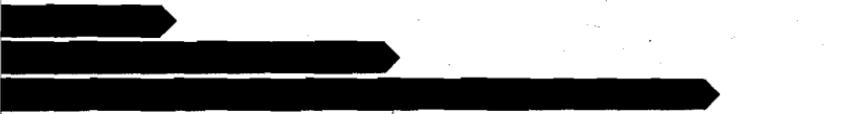
					<p>Die Dimensionen im mikroskopischen Bereich sind so klein, daß sie nur schwer vorstellbar sind. Die Zeichnungen dienen daher der Veranschaulichung dieser unvorstellbar kleinen Bereiche. So verhält sich zum Beispiel die Höhe des Eiffelturmes (ca. 300 m) zur Dicke eines Zündholzkopfes (ca. 3 mm <math>\varnothing</math>) wie die Größe einer Amöbe (ca. 1 mm) zu der Dicke ihrer Zellmembran (ca. 0,01 <math>\mu\text{m}</math>).</p>		
Eiffelturm ~300 m	Baumhöhe ~30 m	Autolänge ~3 m	Ball $\varnothing$ ~30 cm	Tischtennisball $\varnothing$ ~3 cm			
Amöbe ~1 mm	Eizelle (Mensch) ~0,1 mm	Blutkörperchen (rot) ~0,01 mm	Coli-Bakterium 1 $\mu\text{m}$	Grippe-Virus (Dicke) 0,1 $\mu\text{m}$	Zellmembran 0,01 $\mu\text{m}$	Rohrzucker-molekül ~1 nm	Wasserstoffatom ~0,1 nm
							
$10^{-3}$ m $10^{-1}$ cm	$10^{-4}$ m $10^{-2}$ cm	$10^{-5}$ m $10^{-3}$ cm	$10^{-6}$ m $10^{-4}$ cm	$10^{-7}$ m $10^{-5}$ cm	$10^{-8}$ m $10^{-6}$ cm	$10^{-9}$ m $10^{-7}$ cm	$10^{-10}$ m $10^{-8}$ cm
	$10^{-1}$ mm	$10^{-2}$ mm	$10^{-3}$ mm	$10^{-4}$ mm	$10^{-5}$ mm	$10^{-6}$ mm	$10^{-7}$ mm
$10^3$ $\mu\text{m}$ $10^6$ nm	$10^2$ $\mu\text{m}$ $10^5$ nm	$10^1$ $\mu\text{m}$ $10^4$ nm		$10^{-1}$ $\mu\text{m}$ $10^2$ nm	$10^{-2}$ $\mu\text{m}$ $10^1$ nm	$10^{-3}$ $\mu\text{m}$	$10^{-4}$ $\mu\text{m}$ $10^{-1}$ nm
							
m = Meter	cm = Zentimeter	mm = Millimeter	$\mu\text{m}$ = Mikrometer	nm = Nanometer			

Abb. 61: Größenbereiche in der Mikroskopie

## 10 Literatur

- Sicher Arbeiten, Merkblatt A 005 (BG Chemie)
- Umgang mit gesundheitsgefährlichen Stoffen, Merkblatt M 050 (BG Chemie)
- Gefährliche chemische Stoffe, Merkblatt M 051 (BG Chemie)
- Allgemeine Arbeitsschutzmaßnahmen für den Umgang mit Gefahrstoffen, Merkblatt M 053 (BG Chemie)
- DIN Vorschrift 2403
- Kühn Birett, Merkblätter Gefährliche Arbeitsstoffe, ecomed verlagsgesellschaft, München
- Hauptverband der gewerblichen Berufsgenossenschaften, Richtlinien für Laboratorien ZH 1/119, Carl Heymanns Verlag KG
- "Sicherheit, Handbuch für das Labor", (GIT Verlag, Hrsg. Fa. Merck)
- Kaiser, Henning, "Physikalische Chemie für die Sekundarstufe II", Verlag Gehlen
- Schmittel et al.: Labortechnische Grundoperationen VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 1994
- Analytisches Praktikum Bände 1, 2a, 2b, Verlag Chemie Weinheim
- Felber, W.; Rätke, C., Laborpraxis für Chemieberufe, Verlag Harri Deutsch, Thun; Frankfurt/Main, 1988
- Gübitz et al.: Analytisches Praktikum: Quantitative Analyse VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 1989

- Henning, H.; Schwarz, D; Wandke, R.  
Technische Mathematik in der Chemie  
Schroedel Schulbuchverlag GmbH, Hannover, 1982
- Fritz Merten,  
Der Chemielaborant, Teil 1  
Verlag Dr. Max Gehlen, Bad Homburg v. d. Höhe
- Merkel, E.  
Die SI-Einheiten in der chemischen Praxis  
Aulis Verlag Deubner & CoKG, Köln, 1980
- Meyendorf, G.; Kuhnert, R.  
Chemische Schulexperimente, Band 1  
Verlag Harri Deutsch, Thun, Frankfurt/M., 1983
- Jander/Blasius  
Einführung in das anorg. chem. Praktikum , Verlag Gehlen
- DEV - Verfahren, Verlag Chemie
- Laborpraxis, Analytische Methoden, Birkhäuser
- Strebele, H., D. Krauter  
Das Leben im Wassertropfen, Kosmos, Stuttgart 1981
- D.H. Eikelboom, H.J.J. van Buijsen:  
Handbuch für die mikroskopische Schlammuntersuchung,  
Hirhammer München 1983
- Bayerische Landesanstalt für Wasserwirtschaft:  
Das mikroskopische Bild bei der aeroben Abwasserreinigung,  
München 1990

## 11 Bildnachweis

### Abb. Quelle

- 1 Kühn Birett, Merkblätter Gefährliche Arbeitsstoffe, Kapitel III-2.2.1, Seite 35 (78. Ergänzungslieferung 12/94)  
ecomед verlagsgesellschaft, München
- 2 Merkblatt M 050 „Im Umgang mit gefährlichen Arbeitsstoffen“ 3/87  
BG Chemie, Jederman Verlag
- 3 Harald Kruse  
Laborfibel, 2., überarbeitete Ausgabe, Abb. 12 (a), Seite 82;  
VCH-Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim 1989
- 4 Generalkatalog Brand 400, Seite 54
- 5 - 12 Labor Katalog, Behr Labortechnik Düsseldorf, 8. Ausgabe
- 13 Harald Kruse  
Laborfibel, 2., überarbeitete Ausgabe, Abb. 7, Seite 67;  
VCH-Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim 1989
- 14, 15 Labor Katalog, Behr Labortechnik Düsseldorf, 8. Ausgabe
- 16 Jander/Blasius  
Lehrbuch der analytischen und präparativen anorganischen Chemie  
Von Joachim Strähle und Eberhard Schweda  
14. Auflage, S. Hirzel Verlag Stuttgart 1995
- 17 Labor Katalog, Behr Labortechnik Düsseldorf, 8. Ausgabe
- 18 Labor Katalog, Fischer & Rintelen GmbH Essen, 7. Ausgabe
- 19 Labor Katalog, Behr Labortechnik Düsseldorf, 8. Ausgabe

<b>Abb.</b>	<b>Quelle</b>
20	Labor Katalog, Fischer & Rintelen GmbH Essen, 7. Ausgabe
21	Labor-Verbrauchsmaterial-Katalog '92, Seite 323
22	Generalkatalog Brand 400, Seite 36
23, 24	Labor Katalog, Fischer & Rintelen GmbH Essen, 7. Ausgabe
25, 26	Labor Katalog, Behr Labortechnik Düsseldorf, 8. Ausgabe
27	Labor Katalog, Fischer & Rintelen GmbH Essen, 7. Ausgabe
28	Labor Katalog, Behr Labortechnik Düsseldorf, 8. Ausgabe
29, 30	Labor Katalog, Fischer & Rintelen GmbH Essen, 7. Ausgabe
31 a	Gübitz et al. Analytisches Praktikum: Quantitative Analyse, Abb. 1 - 15a, S. 44; VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 1989
31 b	Labor Katalog, Fischer & Rintelen GmbH Essen, 7. Ausgabe
32 - 40	Labor Katalog, Behr Labortechnik Düsseldorf, 8. Ausgabe
41, 42	Labor Katalog, Fischer & Rintelen GmbH Essen, 7. Ausgabe
43 - 45	Labor Katalog, Behr Labortechnik Düsseldorf, 8. Ausgabe
46	Labor Katalog, Fischer & Rintelen GmbH Essen, 7. Ausgabe
47	Labor Katalog, Behr Labortechnik Düsseldorf, 8. Ausgabe
48 - 52	Labor Katalog, Fischer & Rintelen GmbH Essen, 7. Ausgabe

<b>Abb.</b>	<b>Quelle</b>
53	Entwicklung des Verfassers
54 a + c	Schmittel et. al. Labortechnische Grundoperationen, Abb. 9 - 3, S. 153 VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 1994
54 b	Generalkatalog Brand 300, Seite 75
55	Fritz Merten Der Chemielaborant, Teil 1, Seite 14, Verlag Dr. Max Gehlen, Bad Homburg v. d. Höhe
56	analog Abb. 13
57, 58	Fritz Merten Der Chemielaborant, Teil 1, Seite 185, Verlag Dr. Max Gehlen, Bad Homburg v. d. Höhe
59	Labor Katalog, Behr Labortechnik Düsseldorf, 8. Ausgabe
60	Jaenicke, J., Knippenberg, A., Sobke, J. Zellen, Einzeller und andere Mikroben, 1982 Schroedel Schulbuchverlag GmbH, Hannover, S. 11
61	wie Abb 60, Seite 62

**Seit 1. April 1994 sind bisher folgende „Materialien“ des Landesumweltamtes NRW erschienen:**

- |    |   |          |
|----|---|----------|
| 1  | Der Dynamische Daphnientest<br>– Erfahrungen und praktische Hinweise –<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1994, 44 S.  | 15,00 DM |
| 2  | Umsetzung der TA-Siedlungsabfall bei Deponien<br>2. Abfallwirtschaftliches Fachgespräch<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1994, 99 S.                                       | 15,00 DM |
| 3  | Verwertung von Elektro- und Elektronikgeräten<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1994, 153 S.  | 20,00 DM |
| 4  | Einsatz alternativer Baustoffe in Abdichtungssystemen<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1994, 91 S.   | 15,00 DM |
| 5  | Einwicklung im Bereich der Sonderabfallentsorgung<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1994, 39 S.   | 15,00 DM |
| 6  | Ökologische Auswirkungen von Fischteichen auf Fließgewässer<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1994, 208 S.  | 25,00 DM |
| 7  | Ökologische Effizienz von Renaturierungsmaßnahmen an Fließgewässern<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1994, 462 S.  | 28,00 DM |
| 8  | Vermeidung von Bunkerbränden in Abfallverbrennungsanlagen mit Hilfe<br>der Infrarot-Thermographie<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1995, 53 S.                             | 15,00 DM |
| 9  | Prozebleittechnik in Anlagen der chemischen Industrie –<br>Anlagenschutz und sicherheitsrelevante Komponenten<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1995, 119 S.                | 20,00 DM |
| 10 | Sicherheitstechnische Hinweise und Anforderungen an Abschott- und<br>Entlastungssysteme aus der Sicht der Störfall-Verordnung<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1995, 40 S. | 15,00 DM |
| 11 | Literaturstudien zum PCDD/F-Transfer vom Boden in die Nahrungskette<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1995, 149 S.  | 25,00 DM |
| 12 | Die verlust- und kontaminationsfreie Probenahme und -vorbereitung<br>von Wässern und Feststoffen<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1995, 203 S.                             | 28,00 DM |
| 13 | Essener Verfahren zur Bewertung von Altlastenverdachtsflächen<br>– Erstbewertung und normierte Charakterisierung –<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1995, 66 S.            | 15,00 DM |
| 14 | Optimierung der thermischen Behandlung organischer chlorhaltiger<br>Problemabfälle<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1995, 132 S.   | 25,00 DM |
| 15 | Entsorgungsbericht 1993 über Sonder- und Massenabfälle in NRW<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1995, 75 S.   | 20,00 DM |
| 16 | Begleitende meßtechnische Erfolgskontrolle bei der Sanierung<br>einer Textilreinigungsanlage<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1995, 60 S.                                  | 15,00 DM |

---

**Vertrieb: Landesumweltamt NRW • Postfach 102 363 • 45023 Essen**

---

- |    |  |          |
|----|--|----------|
| 17 | Ausgewählte Untersuchungsergebnisse der halbtechnischen Versuchskläranlage<br>– Untersuchungen zur Stickstoffelimination –<br>– Praxiserprobung von Online-Meßtechnik –<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1995, 110 S.   | 20,00 DM |
| 18 | Vergleich verschiedener europäischer Untersuchungs- und Bewertungsmethoden für Fließgewässer<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1995, 140 S.  | 25,00 DM |
| 19 | Zielvorgaben zum Schutz oberirdischer Binnengewässer vor gefährlichen Stoffen<br>– Ergebnisse der Erprobung in NRW –<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1995, 150 S.  | 25,00 DM |
| 20 | Information und Dokumentation bei Deponien<br>4. Abfallwirtschaftliches Fachgespräch, 26. Oktober 1994<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1995, 98 S.   | 20,00 DM |
| 21 | Ausbreitungsuntersuchungen von Gerüchen anhand einer Modellquelle<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1995, 57 S.  | 15,00 DM |
| 22 | Erschütterungen und Körperschall des landgebundenen Verkehrs<br>– Prognose und Schutzmaßnahmen –<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1995, 658 S.  | 40,00 DM |
| 23 | Naturraumspezifische Leitbilder für kleine und mittelgroße Fließgewässer in der freien Landschaft<br>Eine vorläufige Zusammenstellung von Referenzbach- und Leitbildbeschreibungen für die Durchführung von Gewässerstrukturgütekartierungen in Nordrhein-Westfalen<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1996, 127 S. | 25,00 DM |
| 24 | Siedlungsabfalldeponien – Oberflächenabdichtung und Sickerwasser<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1996, 162 S.  | 25,00 DM |
| 25 | Thermodynamische Analyse der Verfahren zur thermischen Müllentsorgung<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1996, 121 S.   | 25,00 DM |
| 26 | Normierung und Konventionen in der Abfallanalytik – Aufgaben und Ziele<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1996, 188 S.  | 28,00 DM |
| 27 | Entsorgungsbericht 1994 über Sonder- und Massenabfälle in Nordrhein-Westfalen<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1996, 92 S.  | 20,00 DM |
| 28 | Umweltüberwachung im Spannungsfeld; integral/medial – privat/staatlich<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1996, 289 S.  | 30,00 DM |
| 29 | Bauabfallentsorgung – von der Deponierung zur Verwertung und Vermarktung<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1996, 181 S.  | 28,00 DM |
| 30 | Ergebnisse von Dioxin-Emissionsmessungen an Industrieanlagen in NRW<br>– Dioxinmeßprogramm Nordrhein-Westfalen –<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1996, 114 S.  | 20,00 DM |
| 31 | Umsetzung der TA Siedlungsabfall bei Deponien in NRW<br>Fortbildungsveranstaltung am 27./28. Juni 1995 im Bildungszentrum für die Entsorgungs- und Wasserwirtschaft GmbH (BEW) in Essen<br>Essen: Landesumweltamt NRW 1996, 189 S.   | 28,00 DM |

- 32 Medienübergreifendes Arbeiten im technischen Umweltschutz  
Beiträge aus dem Fachgespräch anlässlich der Verabschiedung von  
Herrn Abteilungsdirektor Dr.-Ing. H.-O. Weber am 06. Juli 1995  
Essen: Landesumweltamt NRW 1996, 78 S. 20,00 DM
- 33 Handbuch der Laborpraxis für Ver- und Entsorgerinnen/  
Ver- und Entsorger – 1. und 2. Ausbildungsjahr –  
Essen: Landesumweltamt NRW 1996, 186 S. 30,00 DM