



FH MÜNSTER
University of Applied Sciences



FB Chemieingenieurwesen
Department of Chemical Engineering

Fachbereich Chemieingenieurwesen
Labor für Anorganische Chemie
und Angewandte Materialwissenschaft

Vorkurs Laboratoriumstechnik

(Version 11-2019)

Waagen und Wiegen

Literaturangaben: G.-O. Müller, Lehrbuch der angewandten Chemie, Band III
(6. Auflage), S. 47-48
Fluck/Mahr, Anorganisches Grundpraktikum
(6. Auflage), S. 14-20
Biltz-Biltz, Ausführung quantitativer Analysen
(9. Auflage), S. 11-15

Eine der wichtigsten Operationen in der experimentellen Chemie ist die genaue Ermittlung der Masse eines Stoffes. Daher ist es unerlässlich, sich mit Theorie und Praxis von Waagen und Durchführung der Wägungen vertraut zu machen. Dazu dienen die folgenden Versuche, bei denen eine ausführliche Waageneinweisung erfolgt.

Im Labor finden Sie zwei Arten von Waagen: Analysenwaagen, mit einer Genauigkeit von 0,1 mg und Präzisionswaagen mit einer Genauigkeit von 0,1 g. Aufgrund der hohen Genauigkeit und damit verbundenen Empfindlichkeit befinden sich die Analysenwaagen in einem speziellen Raum außerhalb der Labors, dem Wägeraum. Ihr Einsatzbereich umfasst hauptsächlich im Praktikum die gravimetrischen Bestimmungen, sowie die Einwaage von Ursubstanz. Die Analysenwaagen sind außerhalb dieser Einsatzgebiete nur dann zu benutzen, wenn ausdrücklich in der Versuchsvorschrift darauf hingewiesen wird. Für sämtliche weitere Wägungen sind die Präzisionswaagen zu benutzen, die in jedem Labor ausstehen. Ihr Einsatzbereich erstreckt sich auf die Einwaage von Chemikalien für Lösungen und Präparate, sowie allen weiteren Grobwägungen. Für eine exakt wissenschaftliche Arbeitsweise ist es dringend erforderlich, dass jeder Waagenbenutzer die Waage in einem sauberen Zustand hinterlässt.

Volumetrische Messgeräte

Literaturangaben: Biltz-Biltz, Ausführung quantitativer Analysen
(10. Auflage) S. 37-40
Jander-Jahr, Maßanalyse
(14. Auflage) S. 7-45
G.O. Müller, Lehrbuch der angewandten Chemie, Band III
(86. Auflage), S. 56-60

Büretten

Büretten sind zylindrische Glasröhren, die am unteren Ende einen Ablaufhahn besitzen. Die Glasröhren haben eine aufgedruckte Skala, um bestimmte Flüssigkeitsmengen zu entnehmen. Ihre Anwendung finden die Büretten bei der Titration. Man unterscheidet drei Genauigkeitsklassen: Klasse A mit engen Fehlergrenzen; Klasse AS mit engen Fehlergrenzen und verkürzter Ablaufzeit; Klasse B mit doppelter Fehlergrenze wie A. Die Büretten sind auf Auslauf (Ex) geeicht.

Vor Gebrauch wird die Bürette entfettet und gereinigt. Dies geschieht mit Detergenzien (z.B. Extran) oder bei starker Verschmutzung mit verd. Säuren, Laugen. Die Trocknung der Geräte erfolgt mit Luft (mit Wasserstrahlpumpe Luft durchsaugen) oder schneller, indem man mit Alkohol durchspült. Auf keinen Fall dürfen volumetrische Messgeräte zur Trocknung in den Trockenschrank. (Geräte verziehen sich und werden ungenau!) Zum Gebrauch wird die Bürette senkrecht mit Hilfe einer Bürettenklammer in ein Stativ eingespannt. . Auf blasenfreie Befüllung ist

zu achten! Vor Gebrauch wird 2-3 mal mit dem verwendeten Titriermittel gespült. Dann füllt man ca. 1 cm über die Nullmarke auf und lässt tropfenweise bis zur Nullmarke ablaufen. Um Parallaxenfreiheit zu gewähren, sollte sich das Auge des Betrachters in der Höhe des Meniskus befinden. Da die Büretten auf freien Auslauf geeicht sind, darf der Auslaufhahn die Wandung des Titriergefäßes nicht berühren. PVC Hähne sind wartungsfrei, während Glashähne dünn mit Vaseline gefettet werden müssen. Deshalb sollten Laugen aus Gründen des Festfressens nie längere Zeit in der Bürette aufbewahrt werden.

Pipetten

Pipetten sind längliche Rohre aus Glas, die am unteren Ende zu einer Spitze auslaufen. Ihr Rauminhalt ist durch Ringmarken gekennzeichnet, so daß ein definiertes Flüssigkeitsvolumen abgemessen werden kann. Pipetten sind auf Auslauf (Ex) geeicht. Man unterscheidet Voll- und Meßpipetten. Meßpipetten dienen zur Abgabe von unterschiedlichen Volumina mit Hilfe einer aufgedruckten Skala. Vollpipetten erlauben dagegen nur die Abgabe eines bestimmten Volumens, besitzen aber eine höhere Genauigkeit. Man unterteilt wieder in drei Genauigkeitsklassen: A, AS, B. (gleiche Klassifizierung wie Büretten) Zum Ansaugen der Flüssigkeit benutzt man eine Pipettierhilfe (Peleusball oder Howorkaball), um nicht mit dem Mund ansaugen zu müssen (Vergiftungsgefahr!).

Peleusball: Pipettierhilfe mit drei Ventilen: A Luftauslassventil, S Ansaugventil, E Entleerungsventil. Um Flüssigkeiten anzusaugen müssen folgende Schritte berücksichtigt werden. 1. Schritt: Bei eingestreckter Pipette mit Daumen und Zeigefinger Ventil A öffnen und den Ball zusammendrücken. 2. Schritt: Pipette in Flüssigkeit tauchen und S drücken, bis die Flüssigkeit zur Marke angesaugt ist. 3. Schritt: E drücken zum Entleeren der Pipette.

Howorkaball: Pipettierhilfe mit einem Ansaugventil. Der "Ball" wird gegen die Pipette gedrückt und die Flüssigkeit wird über die Eichmarke der Pipette angesaugt. Mit dem Zeigefinger wird der Pegel gehalten und dann langsam an der Glaswandung auf die Eichmarke abgelassen.

Umgang mit Pipette

Zur Reinigung und Entfettung gelten die gleichen Vorschriften wie bei den Büretten. Ansaugen: Vor der Benutzung ist die Pipette mit dem entspr. Lösungsmittel vorzuspülen. Die Pipettenspitze wird tief genug in die Flüssigkeit getaucht und bis über die Ringmarke angesaugt. Die Spitze wird aus der Flüssigkeit genommen, mit einem Papiertuch abgewischt und senkrecht an die Wand eines geneigt gehaltenen Becherglasses angelegt. (45 Grad Winkel) Dann wird die Flüssigkeit vorsichtig bis zur Ringmarkierung abgelassen. Die Ablesung erfolgt möglichst parallaxenfrei am unteren Teil des Meniskus. Zuletzt wird die Pipettenspitze an der Glaswand abgestriffen.

Entleeren: Die Pipette wird senkrecht an die schräg gehaltene Wandung des beabsichtigten Aufnahmegefäß gehalten und die Flüssigkeit abgelassen. Hierbei ist die Wartezeit nach Ablassen der Flüssigkeit je nach Klasse der Pipette zu beachten. (ca. 15 Sekunden) Am Ende wird die Pipette wieder an der Glaswand abgestreift. Da die Pipetten auf Ablauf geeicht wurden, ist der in der Spitze verbliebene Flüssigkeitsrest nach Ablauf bei der Eichung berücksichtigt worden.

Der Rest darf auf keinen Fall ausgeblasen werden!

Versuch: Säure - Base Titration

Bevor Sie die untenstehenden Versuche durchführen, üben Sie die korrekte Anwendung einer Vollpipette mit destilliertem Wasser.

Einwaage 250 ml 0.1 mol/L NaOH

Wiegen Sie die errechnete Menge NaOH-Plätzchen auf der Präzisionswaage im Labor in ein Becherglas ein, lösen diese mit wenig H₂O und überführen in einen 250 ml Messkolben. Dieser wird exakt aufgefüllt.

Falls vorhanden, erhalten Sie eine vom Laborpersonal hergestellte NaOH – bitte nachfragen!

Einstellung der Lösung mit Urtitersubstanz: NaOH mit Benzoesäure

Zur Titerstellung wird in drei Wägeschälchen je 190 - 210mg Benzoesäure (Urtitersubstanz) auf der Analysenwaage auf 0,1 mg genau eingewogen und mit wenig dest. Wasser in drei 250 ml Erlenmeyerkolben quantitativ überführt. Dann gibt man ca. 50 ml H₂O und 50 ml Alkohol (Standzylinder) hinzu. Nach vollständigem Lösen wird mit 2-3 Tropfen Indikator Phenolphthalein versetzt, und mit der 0,1 mol/L NaOH bis zur schwachen Rosafärbung der Lösung titriert. Aus den Titrationswerten ergibt sich der Gebrauchstiter der NaOH. Bitte berechnen!

1 ml 0,1 mol/L NaOH = 12.2120 mg Benzoesäure

Titration: NaOH - HCl

Von einer zur Verfügung gestellten HCl-Lösung (im Meßkolben auf 100 ml aufgefüllt) werden exakt 20 ml mit einer Vollpipette entnommen, in einen Erlenmeyerkolben überführt und auf ca. 100 ml aufgefüllt. Nach Zugabe von 2-3 Tropfen Phenolphthalein titriert man mit der hergestellten NaOH und kann anhand des erzielten Verbrauchs die Genauigkeit seiner Titerstellung mit Benzoesäure überprüfen. Der Fehler darf, wie im Praktikum, nicht größer als 1% sein.