

Nasschemie³

eBook in
A4 ausdrückbar!

3. Auflage

Stoffsammlung für chemische Laborpraktika
mit Vorlagen für Betriebsanweisungen nach
§ 14 GefStoffV und Arbeitsanweisungen

Florian Morsbach, Nick Sistig



Berichte aus der Chemie

Florian Morsbach • Nick Sistig

Nasschemie³

Stoffsammlung für chemische Laborpraktika mit Vorlagen für
Betriebsanweisungen nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisungen

3. Auflage

Leseprobe

Shaker Verlag
Düren 2023

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnd.d-nb.de> abrufbar.

Leseprobe

Copyright Shaker Verlag 2023

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen Oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-9306-3

ISSN 0945-070X

Shaker Verlag GmbH • Am Langen Graben 15a • 52353 Düren
Telefon: 02421 / 99 0 11 - 0 • Telefax: 02421 / 99 0 11 - 9
Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

Vorwort

Die Laborausbildung in den naturwissenschaftlichen Berufen ist seit vielen Jahren einer zunehmenden Rationalisierung unterworfen. Aufgrund technologischer Fortschritte und einer stärkeren Fokussierung auch auf überfachliche Qualifikationen haben sich die zu vermittelnden Lerninhalte diversifiziert und die Möglichkeiten zur Spezialisierung lassen weniger Zeit für grundständige Laborpraktika. Gleichzeitig hat das Sicherheitsbewusstsein zugenommen und die gesetzlichen Bestimmungen spielen eine entscheidende Rolle bei der Organisation und Durchführung von Laborunterricht.

Diese Herausforderungen benötigen eine angepasste Stoffauswahl, die einschlägige Standardwerke *nicht* bieten können, weil sie zu umfangreich sind und dazu neigen können, Anfänger:innen mit zu vielen Inhalten zu überfordern.

Mit dem vorliegenden Werk erscheint beim Shaker Verlag ein Titel, der ein modernes Konzept zur Durchführung chemischer Laborpraktika vorstellt. Es beinhaltet Vorlagen zum Selbstauffüllen durch die Lernenden und fördert hierbei die eigenständige Recherche nach dem Gefahrenpotential der eingesetzten Chemikalien. Am Ende soll eine Betriebsanweisung stehen, die dem Anspruch nach § 14 GefStoffV genügt.

Alle Vorschriften wurden unter Beachtung der GefStoffV und der BGRS entwickelt. Sie entbinden das Lehrpersonal allerdings *nicht* von der Pflicht zur Gefährdungsbeurteilung, sowie die Lernenden über mögliche Gefahren aufzuklären. Der Einsatz von CMR-Stoffen wird mit Ausnahme der Kationentrennung weitgehend vermieden, aus didaktischer Sicht scheint uns der Einsatz von z. B. Kaliumdichromat-Maßlösungen über vertretbar. Die Autoren und der Verlag übernehmen trotz sorgfältiger Erarbeitung *keine* Haftung für die Richtigkeit der Angaben und für Folgen, die aus der Versuchsdurchführung resultieren.

Die 3. Auflage erscheint weiterhin als eBook im Format A4 (210×297 mm) und als Hardcover im Format B5 (170×240 mm) und verfolgt zwei wesentliche Ziele: Erstens, die Weiterentwicklung vorhandener Inhalte durch i) eine Neuordnung der Versuche, die den Erwerb der angestrebten Handlungskompetenzen noch stärker modularisieren soll; ii) eine Überarbeitung der Inhalte, in der Vorschriften neu abgefasst und mit Querverweisen sowie aktualisierten statistischen Daten versehen wurden; iii) durch die Korrektur von Fehlern. Zweitens, die Ergänzung zusätzlicher Inhalte, wie neuer Versuche, Fotostories und Übungen. Wir hoffen, dass das Werk in den schulischen und betrieblichen Ausbildungsstätten, aber auch an den Universitäten und Hochschulen, Impulse für die zeitgemäße und rechtssichere Gestaltung der Laborausbildung geben kann.

Wir danken der *Berufsgenossenschaft Rohstoffe und chemische Industrie* (BG RCI) für die Erlaubnis, ihre Plakate zur Arbeitssicherheit abzudrucken.

Wir danken *Dr. Hans-Joachim Gauglitz* für die Erlaubnis zur Übernahme von Texten.

Allen Kollegen des Heinrich-Hertz-Berufskollegs Düsseldorf, die an der Begründung der initialen Vorschriftensammlung beteiligt waren, sind wir ebenfalls zu Dank verpflichtet: *Wolfgang Bruckmann, Karl-Heinrich-Lange, Thomas Oellrich, Donald Wodtke* (†).

Allen Leser:innen wünschen wir viel Erfolg beim Erreichen Ihres Ausbildungsziels.

Die Autoren

Düsseldorf, im November 2023

Die Autoren



Florian Morsbach¹ (E-Mail: florian.morsbach@hhu.de)



Nick Sistig²

Unser Anspruch:

„Das beste Praktikums­skript, das man für Geld kaufen kann.“



1 Florian Morsbach (*1990 in Düsseldorf); **2000–2006** Wilhelm-Fabry-Realschule, Hilden; **2006–2009** Ausbildung zum Chemielaborant, Cognis GmbH, Monheim am Rhein; **2009–2013** Chemielaborant, BASF; **2009–2013** Weiterbildung zum staatl. geprüften Chemietechniker, Heinrich-Hertz-Berufskolleg (HHBK), Düsseldorf; **2013–2018** Chemiestudium, Heinrich-Heine-Universität (HHU), Düsseldorf (Stipendiat der Studienstiftung des deutschen Volkes); **2016–2021** Lehrkraft am HHBK, Düsseldorf; **2018–2022** Promotion am Institut für Anorg. Chemie und Strukturchemie, HHU, Düsseldorf (Stipendiat der Jürgen Manchot Stiftung); Seit **2021** Honorar­dozent an der DIPLOMA Hochschule; Seit **2022** Postdoc an der RWTH Aachen, Institut für Chemiedidaktik.

2 Nick Sistig (*1970 in Magdeburg); **1976–1986** Polytechnische Oberschule, Magdeburg; **1986–1988** Ausbildung zum Chemiefacharbeiter, VEB Fahlberg-List, Magdeburg; **1989–1990** Abitur, Martin-Luther-Universität, Halle; Wehrdienst; **1991–1995** Chemiefacharbeiter, envilack GmbH, Duisburg; **1995–1998** Studium Lack- und Anstrich­technik, Hochschule Niederrhein, Krefeld; **1998–2002** Labormitarbeiter, DuPont, Köln; **2002–2005** Labormitarbeiter, SuNyx GmbH, Köln; **2004–2008** Weiterbildung zum staatl. geprüften Chemietechniker, Berufskolleg Kartäuserwall, Köln; **2005–2013** Labormitarbeiter (bis 2009) und Teamleiter (bis 2013), QIAGEN GmbH, Hilden; **2014–2015** Lehrer an der Deutschen Internationalen Schule Zagreb (DISZ), Kroatien; **2015–2017** Produktionsleiter, Baur, Gaebel GmbH, Köln; **2018–2023** Werkstatt­lehrer am HHBK, Düsseldorf; Ab **2024** Technischer Angestellter an der HHU, Düsseldorf.

Inhalt

1	Arbeiten mit diesem Buch	1
1.1	Das Laborpraktikum vorbereiten	1
1.1.1	Die Gefahrstoffkennzeichnung verstehen	1
1.1.2	Liste der H-Sätze	5
1.1.3	Liste der P-Sätze	7
1.1.4	Die Gefahrstoffinformationen ermitteln	10
1.1.5	Die Gefährdungsbeurteilung durchführen	11
1.1.6	Die Betriebsanweisung ausfüllen	13
1.2	Das Laborpraktikum durchführen	16
1.2.1	Die Sicherheitskennzeichen kennen	16
1.2.2	Die Sicherheitsunterweisung durchführen	16
1.2.3	Allgemeine Laborordnung	18
1.3	Das Laborpraktikum abschließen	25
1.3.1	Bewertung der Ergebnisse	25
1.3.2	Hintergründe des Bewertungssystems der IHK	26
1.3.3	Ermittlung der Parameter S und V	28
1.3.4	Abschließende Bemerkungen	32
2	Grundlegende Handfertigkeiten	35
2.1	Einführung	35
2.1.1	Reinstoffe und Stoffgemische	35
2.1.2	Die chemische Formel praktisch	36
2.2	Massenmessung	38
2.2.1	Der Molbegriff: Atome an der Masse abzählen!	38
2.2.2	Gehaltsgrößen von Mischphasen	39
2.2.3	Hinweise zur Waagenbenutzung	41
2.3	Volumenmessung	44
2.3.1	Justierung auf Einguss (In) oder Ausguss (Ex)	44
2.3.2	Genauigkeitsklassen	52
2.3.3	Bezugstemperatur	53
2.3.4	Ablesung von Flüssigkeitsständen	53
2.3.5	Pipettierhilfen	55
2.3.6	Reinigung der Volumenmessgeräte	56
	Gasbrenner und Glasbearbeitung	59
	Wasseraufnahme durch Kieselgel	63
	a) Dichtebestimmung eines Lösemittels im Pyknometer	67
	b) Dichtebestimmung eines Feststoffes im Pyknometer	70
	Bestimmung des Salzgehaltes von Meerwasser	73
	Herstellen einer Kochsalzlösung mit festgelegtem Massenanteil	75

V01

V02

V03

V03

V04

V05

a) Verdünnen einer Kochsalzlösung	77	V06
b) Verstärken einer Kochsalzlösung	79	V06
a) Bestimmung der Lösungswärme eines Salzes	81	V07
b) Bestimmung der Wärmekapazität eines Metallkörpers	85	V07
Übungen mit Volumenmessgeräten	87	V08
Kalibrierung von Volumenmessgeräten nach DIN EN ISO 4787	93	V09
2.4 Vertiefungsfragen	98	
3 Analytische Arbeitstechniken, Teil 1	99	
3.1 Einführung	99	
pH-Wert-Messung verdünnter Säuren und Salzlösungen	101	V10
Titrationskurven starker und schwacher Säuren	106	V11
Umschlagsbereiche von pH-Indikatoren	109	V12
Herstellen einer titerbekannten Natronlauge, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$	111	V13
Gehaltsbestimmung einer Salzsäure	115	V14
Herstellen einer titerbekannten Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$	117	V15
Gehaltsbestimmung einer Natronlauge	121	V16
Herstellen einer titerbekannten Schwefelsäure, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$	123	V17
Gehaltsbestimmung einer Kalilauge	127	V18
Gehaltsbestimmung einer Essigsäure	129	V19
Gehaltsbestimmung einer Phosphorsäure	131	V20
Bestimmung von Calciumcarbonat mittels Rücktitration	135	V21
Bestimmung der Säurezahl einer organischen Säure	137	V22
Bestimmung der Acetylsalicylsäure in Aspirin-Tabletten	141	V23
3.2 Vertiefungsfragen zum quantitativen Teil	145	
Flammenfärbungen der Alkali- und Erdalkalimetalle	147	V24
Einzelnachweise ausgewählter Anionen	151	V25
Halogenidtrennung mit Silbernitrat	159	V26
Tüpfelnachweise ausgewählter Kationen	165	V27
Mikroreaktionen inorganischer Ionen unter dem Mikroskop	169	V28
3.3 Vertiefungsfragen zum qualitativen Teil	172	
4 Analytische Arbeitstechniken, Teil 2	173	
4.1 Einführung	173	
Bestimmung von Chlorid nach FAJANS	175	V29
Gravimetrische Bestimmung von Barium als Bariumsulfat	180	V30
Gravimetrische Bestimmung von Eisen als Eisen(III)-oxid	185	V31
Gravimetrische Bestimmung von Zink als Ammoniumzinkphosphat	189	V32
Gravimetrische Bestimmung von Kupfer als Kupferanthranilat	193	V33
Komplexometrische Bestimmung von Calcium	197	V34
Komplexometrische Bestimmung von Kupfer	200	V35
Komplexometrische Bestimmung von Aluminium mittels Rücktitration	203	V36
Komplexometrische Bestimmung von Mangan mit katalytischem Endpunkt	206	V37
Bestimmung des Glyceringehaltes nach Ph. Eur. 10.0/0496	209	V38
Herstellen einer titerbekannten Kaliumpermanganatlösung	212	V39

Bestimmung von Eisen, manganometrisch	216	V40
Bestimmung von Ascorbinsäure in Vitamin C Tabletten.....	219	V41
Bestimmung von Antimontrioxid, bromatometrisch	222	V42
Bestimmung von Mangandioxid, manganometrisch	225	V43
Bestimmung von Natriumnitrit, manganometrisch nach LUNGE	228	V44
a) Bestimmung von Siliciumdioxid im Zement, gravimetrisch	231	V45
b) Bestimmung von Eisen(III)-oxid im Zement, cerimetrisch	234	V45
Bestimmung von Eisen im Eisenerz, dichromatometrisch	237	V46
Bestimmung von Mangan im Stahl nach SMITH.....	240	V47
Stickstoffbestimmung nach KJELDAHL.....	243	V48
Bestimmung von Kupfer, elektrogravimetrisch	247	V49
Bestimmung von Kupfer, iodometrisch nach HAËN-LOW	251	V50
Bestimmung von Kupfer, fotometrisch und mittels AAS aus einer Probe	254	V51
4.2 Vertiefungsfragen zum quantitativen Teil.....	259	
Kationentrennungsgang	264	V52
4.3 Vertiefungsfragen zum qualitativen Teil	272	
5 Beschreibung der Kationentrennung.....	275	
5.1 Einführung	275	
5.2 Probenvorbereitung	276	
5.2.1 Homogenisieren	276	
5.2.2 Substanzmenge	276	
5.2.3 Löseversuche	277	
5.3 Vorproben	277	
5.3.1 Farbigkeit der Ursubstanz	277	
5.3.2 Flammenfärbung	278	
5.3.3 Perlproben	283	
5.3.4 MARSHsche Probe.....	284	
5.3.5 Bismutrutische	284	
5.3.6 Spinellprobe.....	286	
5.3.7 Zinnleuchtprobe	286	
5.3.8 Heparprobe.....	286	
5.4 Kationentrennungsgang	286	
5.4.1 Vorbemerkungen.....	286	
5.4.2 KIPPScher Apparat zur Gasentwicklung.....	287	
5.4.3 Salzsäuregruppe	289	
5.4.4 Schwefelwasserstoffgruppe	291	
5.4.5 Ammoniumsulfidgruppe.....	296	
5.4.6 Ammoniumcarbonatgruppe und Rest.....	301	
5.5 Anionenanalyse	304	
5.6 Trennungsschemata	309	
5.7 Reaktionsgleichungen	313	

6	Präparative Arbeitstechniken.....	319	
6.1	Einführung.....	319	
	a) Mischbarkeit organischer Lösemittel mit Wasser.....	321	V53
	b) Extraktion einer Methylrotlösung im Scheidetrichter	323	V53
	Bestimmung des Fettgehaltes einer Ölsaart	327	V54
	Bestimmung des Ethanolgehaltes von Wein nach Ph. Eur. 2.9.10	333	V55
	Bestimmung ätherischer Öle in pflanzlichen Drogen nach Ph. Eur. 2.8.12	339	V56
	Siedepunktsbestimmung eines Alkohols nach Ph. Eur. 2.2.11	343	V57
	Fraktionierte Destillation eines Alkoholgemisches.....	347	V58
	Schmelzpunktdepression durch Verunreinigung.....	351	V59
	Umfällen von Benzoesäure	355	V60
	Umkristallisieren von Dibenzalaceton	361	V61
	Herstellung von Tetraamminkupfer(II)-sulfat-monohydrat, $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	365	V62
	Herstellung von Ammoniumeisen(II)-sulfat-hexahydrat, $(\text{NH}_4)_2[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6](\text{SO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$...	369	V63
	a) Herstellung von Kaliumtris(oxalato)ferrat(III)-trihydrat, $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	373	V64
	b) Reinheitskontrolle des hergestellten Präparates, fotometrisch	377	V64
	Herstellung von Tris(acetylacetonato)aluminium(III), $[\text{Al}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3]$	381	V65
6.2	Vertiefungsfragen	385	
7	Anhang.....	391	
7.1	Dokumentation der Unterweisung nach § 4 GewStoffV	391	
7.2	Materiallisten	394	
	7.2.1 Reagenzien für die Mikropräparation	394	
	7.2.2 Reagenzien für die Kationentrennung	395	
7.3	Umschlagsbereiche von pH-Indikatoren.....	396	
7.4	Rückhaltevermögen von Filterpapieren.....	397	
7.5	Tabellen.....	398	
	7.5.1 Einwaagebestimmungen der quantitativen Analysen.....	398	
	7.5.2 Kennzahlen des Wassers	400	
	7.5.3 Kennzahlen von Kochsalzlösungen.....	401	
	7.5.4 Gehaltsangaben gebräuchlicher Säuren und Basen	402	
	Literaturempfehlungen	403	
	Periodensystem der Elemente	405	

1.3 Das Laborpraktikum abschließen

1.3.1 Bewertung der Ergebnisse

Die Versuchsergebnisse der Lernenden sollen im 100-Punkte-Maßstab bewertet werden, wobei die Abweichung Δ (ugs. »Fehler«) vom Sollwert einer Analyse oder eines Präparates die zu bewertende Prüfungsleistung darstellt. Die bei einem Versuch erreichte Punktzahl berechnet sich nach dem System der IHK (*Industrie- und Handelskammer*) gemäß:

$$P = 100 \cdot \exp - \frac{(|\Delta| - V)^2}{2 \cdot S^2} \quad (1.1)$$

- P Punktzahl von maximal 100, gerundet auf ganze Punkte
 Δ Abweichung vom Sollwert, in % relativ (rel.) oder in absoluten Einheiten
 V Vorgabe
 S Bewertungsparameter

Die Berechnung der Punktzahl kann mit MS EXCEL erfolgen:

$$=RUNDEN(100*EXP(-(ABS(\Delta)-V)^2/(2*S^2)));0) \quad (1.2)$$

Beispiel 1

Bei der Bestimmung von Calciumcarbonat wurden 865 mg CaCO_3 als Probe ausgegeben. Der Prüfling hat 859 mg CaCO_3 gefunden, was einem Fehler von $\Delta = -0,69\%$ entspricht. Für diese Analyse werden folgende Parameter empfohlen:

FC1 Die statistische Auswertung von bisher 667 Messwerten ergab:		
Mittlere Abweichung in %	: -0,01 %	$V = \pm 0,20$
Standardabweichung	: 0,63	$S = 0,75$

Für dieses Ergebnis erhält der Prüfling nach der Bewertungsformel 81 Punkte.

$$P = 100 \cdot \exp - \frac{(|-0,69\%| - 0,20\%)^2}{2 \cdot (0,75)^2} \cong \underline{80,8} \quad (1.3)$$

Beispiel 2

Bei der Synthese von MOHR'schem Salz hat der Prüfling eine Ausbeute von 83 % erreicht. Der Sollwert ist 91 %, sodass diese Ausbeute einer Abweichung von $\Delta = -8\%$ entspricht. Für dieses Präparat werden folgende Parameter empfohlen:

CTA Die statistische Auswertung von bisher 221 Messwerten ergab:		
Mittlere Ausbeute in %	: 88 % (Soll 91 %)	$V = \pm 0$
Standardabweichung	: 3,4	$S = 7,5$

Für dieses Ergebnis erhält der Prüfling nach der Bewertungsformel 57 Punkte.

$$P = 100 \cdot \exp - \frac{(|-8\%| - 0\%)^2}{2 \cdot (7,5)^2} \cong \underline{56,6} \quad (1.4)$$

1.3.2 Hintergründe des Bewertungssystems der IHK

Die Bewertung der Versuchsergebnisse im Sinne einer Notengebung soll zwei wesentliche Aufgaben erfüllen: i) soll sie eine Rückmeldung an beide, Lehrpersonal und Lernende, sein, ob die zu erlernenden Fertigkeiten handwerklich richtig ausgeführt wurden. Eine niedrige Punktzahl soll Anreiz geben, die eigene Arbeitsweise zu überdenken, Fehler zu erkennen und es beim nächsten Versuch hoffentlich besser zu machen; ii) dient sie bei Prüfungen dazu, die Leistungen der Prüflinge zu beurteilen. Im Zusammenhang mit diesem zweiten Aspekt wird unmittelbar klar, weshalb die Notengebung nachvollziehbar, und die Notenverteilung vorhersagbar und über mehrere Jahrgänge hinweg vergleichbar sein soll. Leider herrscht an Berufs- und Hochschulen in kaum einem Bereich so viel Willkür, wie bei der Bewertung praktischer Arbeitsergebnisse! Ein Beispiel zeigt, wie drei verschiedene Vorgehensweisen für dieselbe Prüfungsgruppe zu unterschiedlichen Bewertungen führen:

Beispiel

- Kolleg:in A** bewertet nach einem Stufen-System ...

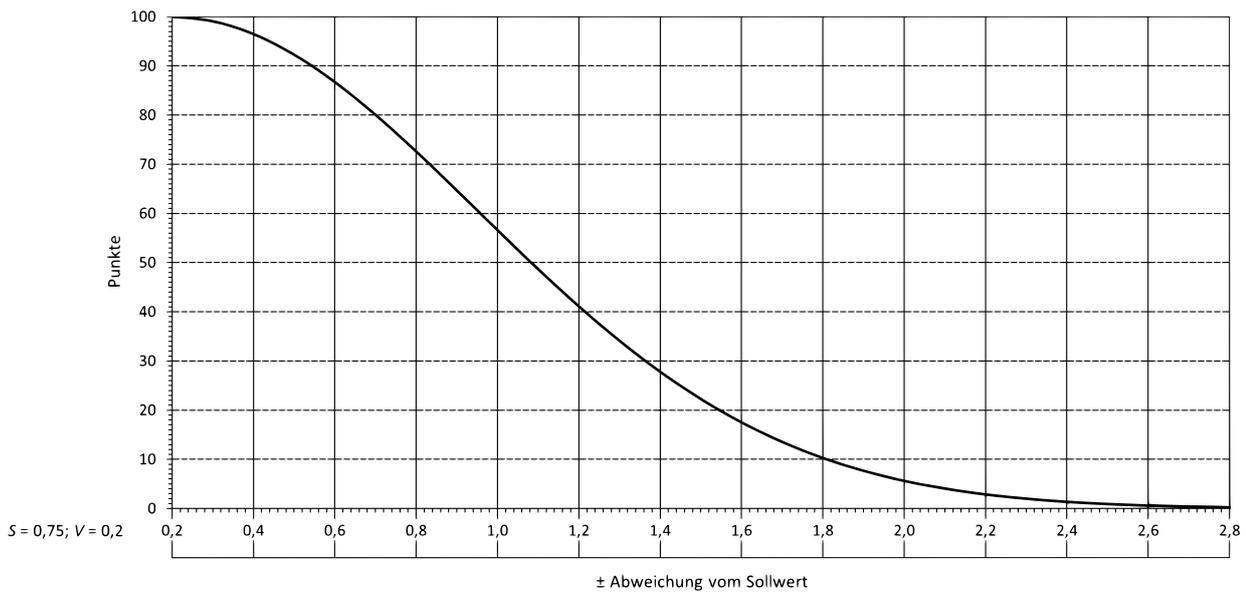
... und vergibt für Abweichungen bis 1 % die Note »1«, bis 2 % die Note »2« usw. Bei der Titration von Aspirintabletten wird hiernach für unsere Ergebnisse aus der CTA-Ausbildung die Durchschnittsnote 1,4 vergeben, wobei 96 % der Gruppe die Note »2« oder besser erreichen.
- Kolleg:in B** bewertet nach einem Linear-System ...

... und setzt dabei die Grenze zur Note »5« bei einem Titrierfehler von 0,5 ml an, entsprechend 1,8 % bei 500 mg Aspirin. Für dieselben Ergebnisse von oben wird hiernach die Durchschnittsnote 2,8 vergeben, wobei nur noch 36 % der Gruppe die Note »2« oder besser erreichen.

Fazit: Kolleg:in A bewertet zu großzügig; Kolleg:in B bewertet zu streng.
- Kolleg:in C** nutzt eine willkürlich gesetzte Bestehensgrenze von 1 %

Diese an Universitäten häufig genutzte Vorgehensweise führt dazu, dass fast 40 % der Gruppe den Versuch wiederholen müssen, obwohl *nicht* geklärt ist, ob diese Grenze überhaupt angemessen ist. Werden die Einwaagen nämlich so ausgelegt, dass der Volumenverbrauch in einer 25-ml-Bürette mit $\pm 0,03$ ml Fehlertoleranz höchstens 5 ml beträgt, ist allein die Unsicherheit der Volumenmessung $\geq 0,6$ % und *nicht* von der Arbeitsweise der Studierenden beeinflussbar.

Der Funktionsverlauf der IHK-Formel bildet eine Hälfte einer **Glockenkurve** (Abb. 1.6) und liegt der Beobachtung zugrunde, dass bei einer ausreichenden Zahl von Ergebnissen, deren Abweichungen vom Sollwert in guter Näherung normalverteilt sind. Die aus diesen Ergebnissen experimentell ermittelte **Standardabweichung** s , wird von der IHK zugrunde gelegt und beeinflusst die Breite der davon abgeleiteten **Fehler-Punkte-Kurven**, die neben dem Verfahren selbst von der Arbeitsweise der Personengruppe abhängen, die eine Analyse ausführt bzw. ein Präparat herstellt. Der Grundgedanke dieses Bewertungssystems ist es, die Punktevergabe an der beobachteten Werteverteilung zu orientieren und die Bewertung so einheitlich zu gestalten. Bei praktischen Abschlussprüfungen von Chemielaborant:innen ist dieses Bewertungssystem spätestens seit den 1970er Jahren etabliert und wird auch von allen großen Ausbildungsbetrieben verwendet.



■ **Abb. 1.6** Fehler-Punkte-Kurve für die Bestimmung von Calciumcarbonat aus Beispiel 1.

Die Maximalpunktzahl von 100 erlaubt bereits eine intrinsische Interpretation, ob es sich bei der erreichten Punktzahl um ein gutes Ergebnis handelt. Für eine genauere Einordnung der Leistung wird die erreichte Punktzahl einer der sechs üblichen Schulnoten zugeordnet. Der **Notenschlüssel** der IHK setzt die Bestehensgrenze, also die Grenze für eine Leistung, die gerade noch als ausreichend bezeichnet werden kann, bei 50 Punkten und ist degressiv, weil die Bereiche zwischen den einzelnen Noten *nicht* konstant sind und gute Noten in kleineren Punktbereichen vergeben werden als andere Noten. Seine innere Rechtfertigung bezieht dieses System aus der beobachteten Normalverteilung der Ergebnisse und daraus, dass die Anforderungen an die Arbeitsweise im Bereich (sehr) guter Leistungen ungleich höher sind als im Bereich mittlerer bis schlechter Leistungen. Dies dürfte weitgehend der subjektiven Lehrerfahrung entsprechen. Die Punktgrenzen der einzelnen Noten berechnen sich nach dem degressiven Notenschlüssel der IHK gemäß:⁶

$$P = 100 - 1,5 \cdot N^2 - 6,5 \cdot N \quad (1.5)$$

P Punktzahl von maximal 100

N Note

Hieraus ergeben sich folgende Punktbereiche und Punktbreiten:

	Degressiver Notenschlüssel	Linearer Notenschlüssel	Teil-linearer Abiturschlüssel
• (1) sehr gut	100–92 P. (8 P.)	100–83 P. (17 P.)	100–85 P. (15 P.)
• (2) gut	91–81 P. (11 P.)	82–67 P. (16 P.)	84–70 P. (15 P.)
• (3) befriedigend	80–67 P. (14 P.)	66–50 P. (17 P.)	69–55 P. (15 P.)
• (4) ausreichend	66–50 P. (17 P.)	49–34 P. (16 P.)	54–40 P. (15 P.)
• (5) mangelhaft	49–30 P. (20 P.)	33–17 P. (17 P.)	39–20 P. (20 P.)
• (6) ungenügend	29– 0 P. (30 P.)	16– 0 P. (17 P.)	19– 0 P. (20 P.)

①

6 Lit. Hoffmann, E., *Berufsbildung in Wissenschaft und Praxis* 1977, 2, 23–25.

1.3.3 Ermittlung der Parameter S und V

Der **Bewertungsparameter S** legt fest, wie steil die Fehler-Punkte-Kurve abfällt und ist der entscheidende Parameter dieser Funktion. Je größer S gewählt wird, desto »größzügiger« ist die Bewertung für eine gegebene Abweichung. Zur Abschätzung der Parameter S und V muss zunächst eine ausreichend große und am besten über mehrere Jahrgänge angelegte Stichprobe vorliegen. Diese muss kritisch auf **Ausreißer** geprüft werden, bevor aus allen verbliebenen Ergebnissen die **Standardabweichung s** berechnet werden kann, da grobe Messfehler insb. bei Stichproben, die aus wenigen Einzelwerten (<100) gebildet wurden, die Standardabweichungen stark zu größeren Werten hin verzerren. Da bei allen gängigen Ausreißertests⁷ die Erkennung und Streichung von Ausreißern ein iteratives Verfahren ist, das sich bei größeren Stichproben mit MS EXCEL kaum »automatisieren« lässt, empfehlen wir zu diesem Zweck die Berechnung des **Interquartilsabstandes**. Dieser sog. »IQR-Test« bietet die Vorteile, dass er i) bei der Berechnung der Prüfgrößen als relativ unempfindlich gegenüber dem Einfluss grober Abweichungen gilt; ii) sich mit MS EXCEL automatisieren lässt und es sich iii) um einen anerkannten Test handelt.

Die untere Ausreißergrenze berechnet sich mit MS EXCEL nach:

$$= \text{QUARTILE.INKL}(\text{Bereich}; 1) - (1,5 * (\text{QUARTILE.INKL}(\text{Bereich}; 3) - \text{QUARTILE.INKL}(\text{Bereich}; 1))) \quad (1.6)$$

Die obere Ausreißergrenze berechnet sich mit MS EXCEL nach:

$$= \text{QUARTILE.INKL}(\text{Bereich}; 3) + (1,5 * (\text{QUARTILE.INKL}(\text{Bereich}; 3) - \text{QUARTILE.INKL}(\text{Bereich}; 1))) \quad (1.7)$$

Merke!

Ausreißerwerte dürfen *nicht* in die Berechnung der Standardabweichung eingehen.

Ermittlung der Parameter S und V für Analysen

Die IHK geht nun davon aus, dass ein Ergebnis, dessen Abweichung Δ genau der einfachen Standardabweichung s entspricht, gerade noch als gut bezeichnet werden kann; für dieses Ergebnis sollen also 81 Punkte vergeben werden. Wird in der IHK-Formel für S aber die Standardabweichung s eingesetzt, werden für diese Abweichung nur 60,7 Punkte erhalten. Um die Forderung erfüllen zu können, muss die Standardabweichung s daher rechnerisch auf den **Parameter S** $S = 1,54 \cdot s$ angehoben werden:

$$100 \cdot \exp - \frac{s^2}{2 \cdot S^2} = 100 \cdot \exp - \frac{1}{2} = \underline{60,7} \quad \text{für } \Delta = s = S \quad (1.8)$$

$$P = 100 \cdot \exp - \frac{s^2}{2 \cdot S^2} \rightarrow S = \frac{s^2}{\sqrt{2 \cdot (\ln 100 - \ln P)}} \quad (1.9)$$

$$S = \frac{s}{\sqrt{2 \cdot (\ln 100 - \ln 81)}} = \underline{1,54 \cdot s} \quad (1.10)$$



⁷ Lit. Rechenberg, W., *Fresenius Z. Anal. Chem.* **1982**, 311, 590–597.

Bei einer idealen Normalverteilung liegen 68,3 % der Ergebnisse im Bereich $\pm s$ und erhalten damit die Note »2« oder besser. Der Punktmittelwert \emptyset liegt bei 84 Punkten und weniger als 10 % erhalten die Note »5« oder schlechter. Da sich S neben der Arbeitsweise auch aus der Reproduzierbarkeit des Verfahrens ableitet, sind zusätzlich zu S durch die **Vorgabe V** material- und verfahrensbedingte Toleranzen zu bedenken, die *nicht* von der Arbeitsweise beeinflussbar sind und für die *keine* Punkte abgezogen werden sollen. Die Größe von V kann über GAUSSsche **Fehlerfortpflanzung** abgeschätzt werden; meist wählt man aber Werte, die aus Erfahrung realistisch erscheinen.

Der Einfluss von V auf die Punktverteilung kann am besten anhand von Datensätzen demonstriert werden, die aus einer sehr großen Zahl (>600) annähernd normalverteilter Einzelwerte gebildet wurden (**Tab. 1.6**).⁸ Es zeigt sich als günstig, den berechneten Wert für S auf die Parameter S^* und V aufzuteilen, wobei V höchstens halb so groß wie S^* sein soll. Auf diese Weise werden Punktmittelwerte von 84–89 Punkten erhalten, wobei 70–80 % die Note »2« oder besser und weiterhin weniger als 10 % die Note »5« oder schlechter erhalten. Dabei sollte bedacht werden, dass die Erhöhung von V zur »Ausdünnung« des Mittelfeldes zugunsten (sehr) guter Noten führt.

Auch Kritiker des degressiven Notenschlüssels dürften eingestehen, dass unter den Voraussetzungen, die das IHK-System schafft, *nicht* von einer zu strengen Bewertung die Rede sein kann.⁹ Allerdings sollte bedacht werden, dass die gemachten Vorhersagen nur für den statistisch verteilten Teil der Ergebnisse zutreffen; grobe Abweichungen verzerren die Gruppenmittelwerte hin zu niedrigeren Punktzahlen. Wir sind der Auffassung, dass diese, in bestimmten Berufsgruppen bzw. Jahrgängen besonders häufig auftretenden Ausreißer, *kein* Grund sein sollten, den Bewertungsmaßstab anzupassen, nur um im Bereich schlechter Leistungen eine weitere Differenzierung herbeizuführen.

Tab. 1.6 Einfluss der Parameter S und V auf die Bestimmung von Calciumcarbonat aus Beispiel 1.

S	S^*	V	$\pm s$	\emptyset	≥ 92	≥ 81	≤ 50
1,00·s		0	67 P.	71 P.	32 %	48 %	21 %
1,00·s		0,1·s	70 P.	77 P.	43 %	58 %	15 %
1,00·s		0,3·s	87 P.	86 P.	63 %	76 %	9 %
1,00·s		0,5·s	98 P.	92 P.	80 %	88 %	6 %
1,54·s		0	81 P.	84 P.	47 %	70 %	7 %
1,54·s		0,1·s	86 P.	87 P.	57 %	78 %	6 %
1,54·s		0,3·s	94 P.	93 P.	76 %	89 %	3 %
1,54·s		0,5·s	99 P.	96 P.	88 %	93 %	1 %
Aufteilung von S auf S^* und V							
1,54·s	1,54·s	0	81 P.	84 P.	47 %	70 %	7 %
1,54·s	1,54·s	0,1·s	83 P.	85 P.	52 %	73 %	7 %
1,54·s	1,24·s	0,3·s	89 P.	87 P.	66 %	79 %	8 %
1,54·s	1,04·s	0,5·s	96 P.	89 P.	75 %	83 %	9 %

S^* wird nur hier zur besseren Unterscheidung so bezeichnet, sonst immer als S .

①

⁸ Die zu diesem Punkt ausgeführten Berechnungen des von mir sehr geschätzten Kollegen Klaus-Peter Fotschki in seinem Manuskript *Bewertung praktischer Prüfungsergebnisse*, scheinen unzutreffend interpretiert worden zu sein, da die vorhergesagten Gruppenmittelwerte, Punktverteilungen und Einflüsse der Vorgabe auf diese, einer Überprüfung anhand unserer Statistiken *nicht* standhalten. Nach längeren Überlegungen bin ich der Auffassung, dass die Ursache darin liegt, dass zwei Funktionsbereiche existieren und Ergebnisse, die aufgrund der Vorgabe mit voller Punktzahl bewertet werden, *nicht* berücksichtigt wurden. Das kann nur im Austausch mit Berufsstatistiker:innen aufgeklärt werden. Bis dahin scheint die empirische Auswertung anhand unserer hochwertigen Datensätze der beste Weg.

⁹ Lit. Schmidt, J. U., *Berufsbildung in Wissenschaft und Praxis* 1997, 26, 22–28.

Zeichnerische Darstellung der Fehler-Punkte-Kurven

Obwohl Tabellenkalkulationen wie MS EXCEL die Berechnung der Punktzahl vereinfachen, werden die Fehler-Punkte-Kurven für die Abschlussprüfungen der Chemielaborant:innen bis heute auf Millimeterpapier gedruckt herausgegeben. Für die zeichnerische Darstellung auf Millimeterpapier ist es günstig, wenn die Kurven immer dieselbe Größe und Form haben. Bei einer x -Achsenlänge von 13 cm bzw. 26 cm ergeben sich für S die besonders vorteilhaft ablesbaren Abstufungen, bei deren Verwendung die Fehler-Punkte-Kurve am Ende der Achse (gerundet) schließlich die 0-Punkte-Grenze erreicht (**Abb. 1.7**):

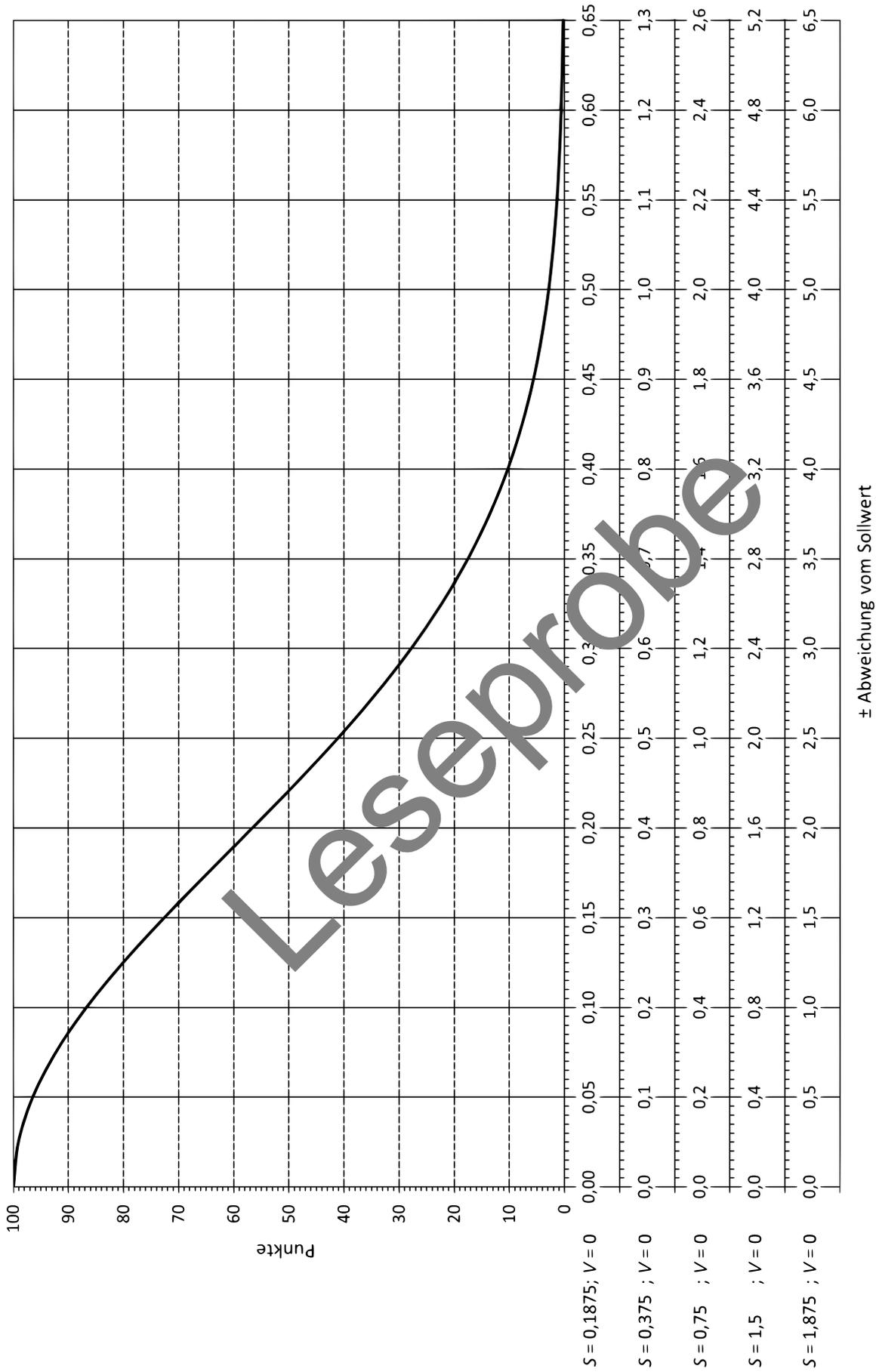
S	Bei 13 cm Achsenlänge entsprechen 10 mm	Bei 26 cm Achsenlänge entsprechen 10 mm	
• 0,0375	0,01	0,005	
• 0,075	0,02	0,01	
• 0,15	0,04	0,02	
• 0,1875	0,05	0,025	
• 0,375	0,1	0,05	besonders
• 0,75	0,2	0,1	für Analysen geeignet
• 1,5	0,4	0,2	
• 1,875	0,5	0,25	
• 3,75	1	0,5	besonders
• 7,5	2	1	für Präparate geeignet
• 15	4	2	
• 18,75	5	2,5	

Aus dieser Tradition heraus versucht man in der Praxis, die rechnerischen Werte für S durch Variation der Vorgabe an diese Parameter anzupassen und nimmt dafür die geringfügigen Abweichungen von den theoretischen Vorhersagen in Kauf (**Tab. 1.7**).

Tab. 1.7 Beispiele zur Festlegung von S und V aus der Fachschule für Chemietechnik (FCT).

	CaCO ₃	MgCO ₃	MnO ₂	NaNO ₂	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Eisenerz
	V21	V42	V43	V44	V45 a)	V45 b)	V46
N	667	664	630	678	626	564	410
$\langle \Delta \rangle$	-0,01	-0,09	+0,10	-0,17	-0,06	-0,02	-0,01
s	0,63	0,54	0,83	0,93	0,32	0,12	0,34
S	0,97	0,84	1,28	1,44	0,50	0,18	0,52
S^*	0,65	0,57	0,86	0,97	0,34	0,12	0,35
V	0,31	0,27	0,42	0,47	0,16	0,06	0,17
\emptyset	87 P.	87 P.	88 P.	87 P.	86 P.	87 P.	88 P.
≥ 81	79 %	77 %	81 %	79 %	74 %	78 %	81 %
≤ 50	8 %	8 %	9 %	11 %	9 %	9 %	9 %
Vorschlag für angepasste Werte							
S^*	0,75	0,75	0,75	0,94	0,375	0,15	0,375
V	0,20	0,10	0,50	0,50	0,15	0,05	0,15
\emptyset	86 P.	85 P.	88 P.	87 P.	87 P.	89 P.	88 P.
≥ 81	75 %	71 %	82 %	80 %	75 %	78 %	79 %
≤ 50	8 %	6 %	10 %	11 %	8 %	7 %	9 %
\emptyset_{alle}	81 P.	82 P.	77 P.	82 P.	84 P.	79 P.	77 P.
$\geq 81_{\text{alle}}$	70 %	67 %	70 %	75 %	72 %	70 %	69 %
$\leq 50_{\text{alle}}$	13 %	9 %	20 %	17 %	12 %	17 %	20 %

Die letzten drei Zeilen der Tabelle schließen die Ausreißer mit ein.



■ Abb. 1.7 Darstellung der Fehler-Punkte-Kurve für häufig verwendete Parameter S bei V = 0.

Ermittlung der Parameter S und V für Präparate

Anders als bei Analysen stellt das Maximum der normalverteilten Ergebnisse im Fall von Präparaten *nicht* den Idealwert, nämlich die angestrebte Abweichung von Null dar, sondern die Durchschnittsausbeute $\langle A \rangle$. Die IHK nimmt diese als Sollwert an, für den es 100 Punkte gibt und empfiehlt, für höhere Ausbeuten *keine* Punkte abzuziehen, insb. wenn die Reinheit des Produktes dies nahelegt. Unter diesen Umständen werden allerdings andere Ergebnisse erhalten als bei Analysen: Die Hälfte der Prüfgruppe erhält die volle Punktzahl. Wird der Parameter S zu $1,54 \cdot s$ berechnet, erhalten bereits ohne Vorgabe 85 % die Note »2« (≥ 81 P.) und sogar 80 % die Note »1« oder besser (≥ 92 P.); der Punktmittelwert liegt bei 92 Punkten. Diese Verteilung erscheint nicht nur ungünstig, da fast nur noch die Note »1« vergeben wird, sie führt außerdem zu einer Verzerrung von Prüfungsergebnissen, wenn das Präparat eine Wahlaufgabe ist und anstatt einer Analyse gewählt wird.

Eine ideale Lösung für dieses Problem gibt es *nicht* (■Tab. 1.8); stattdessen gelingt die beste Anpassung an die gewohnten Verhältnisse empirisch, indem der Sollwert um die Breite der einfachen Standardabweichung angehoben wird, wodurch zunächst nur noch 15,7 % die volle Punktzahl erreichen; gleichzeitig wird der Parameter S auf $2 \cdot s$ angehoben. Da die Sollwerte aus den praktischen Ergebnissen ermittelt werden, ist eine Vorgabe *nicht* notwendig; diese kann aber gesetzt werden, um den Parameter S auf einen günstigen Wert zu bringen. Der Einfluss der Vorgabe auf die Notenverteilung ist erwartungsgemäß geringer als bei Analysen, da sie sich nur einseitig auswirkt.

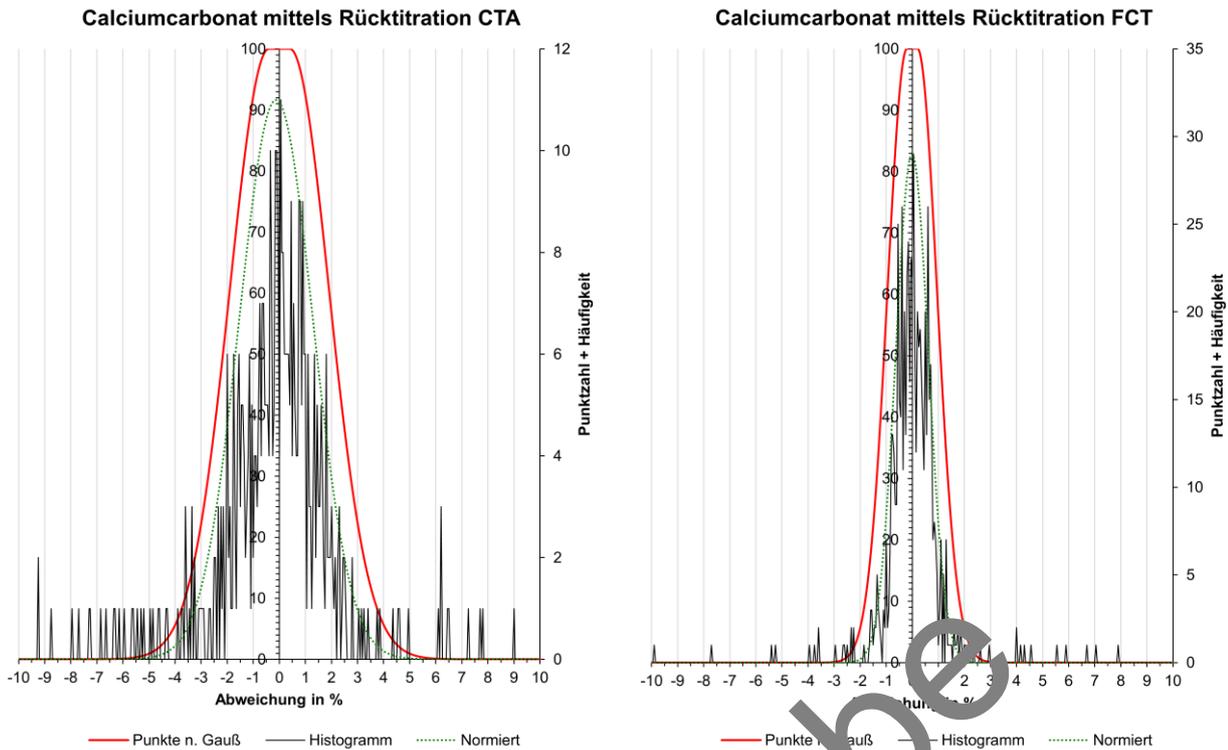
■Tab. 1.8 Einfluss der Parameter S und V auf die Synthese von MOHR'schem Salz aus Beispiel 2.

Soll	S	V	$\langle A \rangle$	\emptyset	≥ 92	≥ 81	≤ 50
$\langle A \rangle$	$1,00 \cdot s$	0	100 P.	86 P.	71 %	79 %	12 %
$\langle A \rangle$	$1,54 \cdot s$	0	100 P.	92 P.	78 %	85 %	5 %
$\langle A \rangle + 1s$	$1,54 \cdot s$	0	87 P.	75 P.	36 %	49 %	19 %
$\langle A \rangle + 1s$	$1,04 \cdot s$	$0,5 \cdot s$	89 P.	76 P.	47 %	62 %	21 %
$\langle A \rangle + 1s$	$2,0 \cdot s$	0	86 P.	82 P.	42 %	66 %	8 %
$\langle A \rangle + 1s$	$1,5 \cdot s$	$0,5 \cdot s$	94 P.	84 P.	56 %	73 %	10 %
$\langle A \rangle + 1s$	$1,0 \cdot s$	$0,5 \cdot s$	100 P.	86 P.	71 %	78 %	12 %
$\langle A \rangle + 2s$	$3,0 \cdot s$	0	80 P.	78 P.	20 %	47 %	8 %
$\langle A \rangle + 2s$	$2,5 \cdot s$	$0,5 \cdot s$	83 P.	80 P.	30 %	56 %	8 %
$\langle A \rangle + 2s$	$2,0 \cdot s$	$1,0 \cdot s$	88 P.	82 P.	42 %	66 %	8 %

1.3.4 Abschließende Bemerkungen

Die IHK hat ein semi-objektives Verfahren zur Leistungsbewertung etabliert, dass sich trotz einiger Widersprüche bewähren kann. Es ist semi-objektiv, weil es auf Konventionen beruht, wie der Ermittlung der Parameter S und V anhand der Festlegung auf 81 Punkte als Grenze für ein gutes Ergebnis aufgrund des degressiven Notenschlüssels.

Einer der erwähnten Widersprüche ist dabei, dass für verschiedene Berufsgruppen beim gleichen Versuch ggf. unterschiedliche Parameter S und V angelegt werden müssen, da die Streuung der Ergebnisse von der Arbeitsweise der ausführenden Personengruppe beeinflusst wird. Da diese in verschiedenen Berufsgruppen *nicht* generell gleichwertig ist, konnte von uns aufgrund umfangreicher Auswertungen bewiesen werden. Da die Versuche unter reproduzierbaren Bedingungen durchgeführt wurden, d. h. über viele Jahre mit den gleichen Vorschriften, in den gleichen Laboratorien mit denselben Geräten und Chemikalien und unter Anleitung derselben kleinen Gruppe von Lehrkräften, müssen die beobachteten Unterschiede auf die Arbeitsweise zurückzuführen sein (■Abb. 1.8).



■ **Abb. 1.8** Histogramme der Bestimmung von Calciumcarbonat in den Berufsgruppen CTA und FCT.

Beispiel

Die Auswertung der Bestimmung von Calciumcarbonat mittels Rücktitration ergab:

FCT Die statistische Auswertung von bisher 667 Messwerten ergab:

Mittlere Abweichung in %	: -0,01 %	$V = \pm 0,26$
Standardabweichung	: 0,63	$S = 0,75$

CTA Die statistische Auswertung von bisher 451 Messwerten ergab:

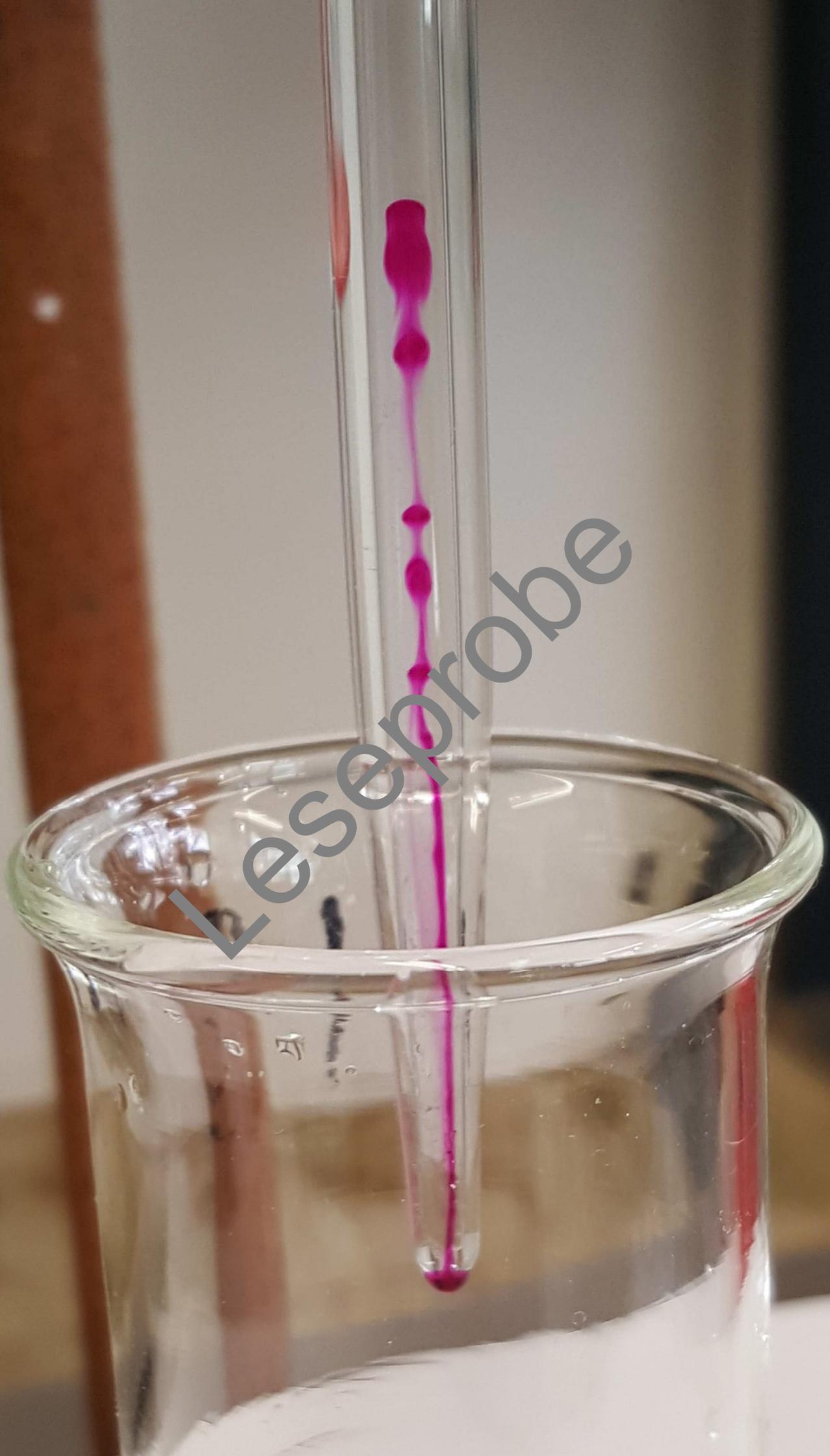
Mittlere Abweichung in %	: -0,13 %	$V = \pm 0,40$
Standardabweichung	: 1,42	$S = 1,50$

Merke!

Die Standardabweichungen sind ein Qualitätsindikator für die Laborausbildung.

Dieser vorhandene Widerspruch lässt sich *nicht* auflösen, wenn man leistungsschwächere Berufsgruppen *nicht* konsequent schlecht benoten will (Motivationsaspekt). Letztendlich sollte das Ziel sein, die erbrachten Leistungen ins Verhältnis zu setzen dazu, was über Jahre hinweg für eine Berufsgruppe erwartet werden konnte. Die Standardabweichungen sind in diesem Zusammenhang auch ein **Qualitätsindikator** und können Verbesserungspotential sowohl bei den Lernenden, aber auch in der Laborausbildung aufzeigen. Für die von uns beschriebenen Versuche wurden Ergebnisse im Ausbildungsberuf *Chemisch-technische/r Assistent:in* (CTA), der Weiterbildung *Staatlich geprüfte/r Chemietechniker:in* (FCT), sowie im Bachelorstudiengang *Pharmamanagement/-produktion* der DIPLOMA Hochschule (BPM) umfangreich ausgewertet und auf der Grundlage dieser Auswertung werden Vorschläge für S und V gemacht. Sie sollten für eigene Zwecke überprüft und *nicht* über längere Zeiträume unhinterfragt übernommen werden.

Leseprobe



Leseprobe

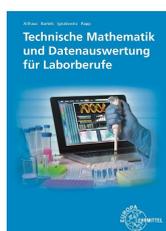
Abbildung:

Diffusion eines Phenolphthaleintropfens durch Natronlauge in der Bürette.

© Florian Morsbach

2

2 Grundlegende Handfertigkeiten



Nutzen Sie als **begleitende Literatur** zu diesem Kapitel:

Technische Mathematik und Datenauswertung für Laborberufe

H. Althaus, E. Bartels, E. Ignatowitz, H. Rapp

Verlag Europa-Lehrmittel, Haan

8. Auflage **2021**

ISBN 978-3-8085-8383-8, eBook 978-3-7585-7080-3

2.1 Einführung

Die Chemie ist seit jeher eine experimentell geprägte Wissenschaft. Um Probleme zu lösen, werden planmäßige Experimente angestellt und die Ergebnisse mit früheren Erfahrungen verglichen und mit diesen in Zusammenhang gebracht. Aus den Erkenntnissen versuchen Chemiker:innen Gesetzmäßigkeiten abzuleiten, um möglichst exakte Vorhersagen über den Ablauf chemischer Vorgänge zu treffen. Dadurch soll es gelingen, gezielte Untersuchungen anzustellen (**Analyse**), oder bestimmte Substanzen zu erzeugen (**Synthese**).

Beim Umgang mit chemischen Stoffen haben sich zwei wesentliche Verfahren aus dem herausgebildet, was Chemiker:innen bei ihren Experimenten bereits früh mit hoher Genauigkeit messen konnten: Volumen- und Massen. Folglich werden diese Verfahren mit den Oberbegriffen **Volumetrie** und **Gravimetrie** bezeichnet [von lat. *gravitas* »Schwere« bzw. gr. *metreîn* »messen«]. Es handelt sich um Verfahren, die bis heute eingesetzt werden, da sie sich durch ihre hohe Genauigkeit bei gleichzeitig niedrigen Kosten auszeichnen und sich weiter gegen die apparativ aufwendigen instrumentellen Verfahren behaupten können. Die erwähnte hohe Genauigkeit erfordert allerdings die sichere Ausführung der Handgriffe.

Hierfür ist ein gewisses Hintergrundwissen unerlässlich ...

2.1.1 Reinstoffe und Stoffgemische

Der Gegenstand, mit dem sich die Chemie befasst, sind Stoffe und Stoffumwandlungen. Daher muss zunächst der Begriff »Stoff« definiert werden. Stoffe sind z. B. Wasser, Zucker, Kochsalz oder Rizinusöl, aber auch Luft. Die Vielzahl von Stoffen erfordert eine Einteilung, die zweckmäßig in **Gemische** und **Reinstoffe** erfolgt. Bei vielen Gemischen ist bereits ohne besondere Hilfsmittel erkennbar, dass sie aus mehreren Stoffen bestehen; diese nennt man **heterogene Gemische**. Bei anderen ist dies *nicht* ohne weiteres sichtbar, wie bei Luft oder metallischen Legierungen; diese nennt man **homogene Gemische**. Gemische lassen sich durch geeignete physikalische Methoden wie Filtrieren oder Destillieren weiter auftrennen, Reinstoffe hingegen *nicht*. Unter den Reinstoffen gibt es wiederum einfache, *nicht* weiter

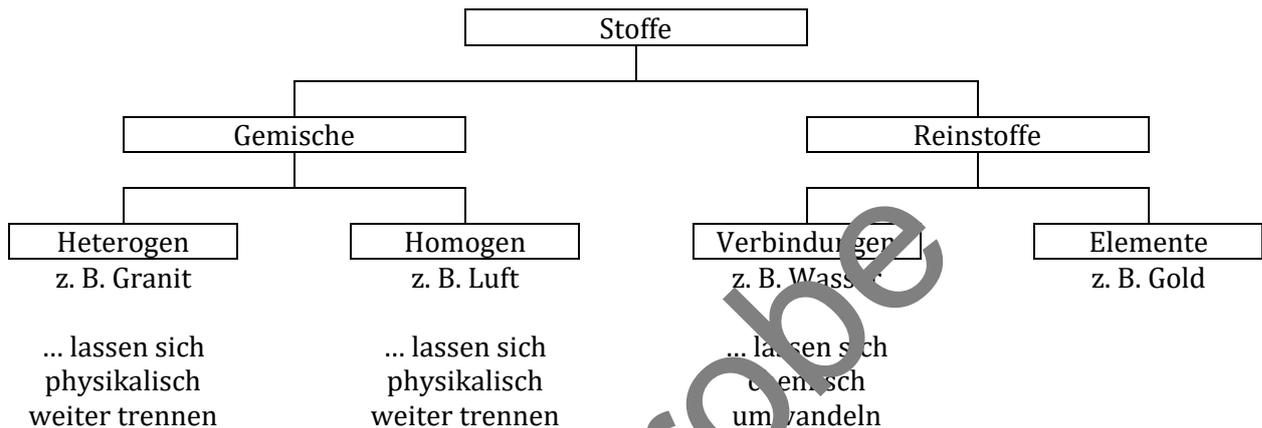
zerlegbare und auch zusammengesetzte Stoffe. Die einfachen Stoffe nennt man **Elemente**; die zusammengesetzten Stoffe sind die chemischen **Verbindungen**. Verbindungen können durch chemische Reaktionen umgewandelt oder unter bestimmten Umständen in Elemente zerlegt werden, aus denen sie zusammengesetzt sind.

Beispiel

Wasser kann mit elektrischem Strom in Wasserstoff und Sauerstoff gespalten werden.

Merke!

Ein Element ist ein Stoff, der sich chemisch *nicht* in andere Stoffe zerlegen lässt.



Heute sind weit über 100 Elemente bekannt, davon interessiert jedoch zunächst nur ein kleiner Teil (40 im Rahmen der Versuche in diesem Buch). Die Elemente lassen sich in zwei große Gruppen unterteilen, **Metalle** und **Nichtmetalle**. Metalle unterscheiden sich in ihren chemischen und physikalischen Eigenschaften sehr von Nichtmetallen. Die Metalle sind bei Raumtemperatur fest, mit Ausnahme von Quecksilber, das erst bei -39 °C erstarrt. Metalle besitzen durchweg einen typischen metallischen Glanz und leiten Strom und Wärme gut. Nichtmetalle leiten Strom und Wärme schlecht. Viele von ihnen sind bei Raumtemperatur gasförmig; die anderen sind fest, wobei Brom die flüssige Ausnahme darstellt. Eine scharfe Trennung zwischen Metallen und Nichtmetallen ist *nicht* möglich; es gibt einige Elemente, deren Verhalten zwischen dem beider Gruppen liegt.

Da es *nicht* möglich ist, komplexe chemische Vorgänge ohne eine festgelegte Symbolik zu beschreiben, besitzt auch die Chemie ihre eigene Sprache ...

2.1.2 Die chemische Formelsprache

Die chemische Formelsprache wird weltweit einheitlich verwendet. Jedes Element besitzt in dieser Formelsprache ein festgelegtes Symbol, das im *Periodensystem der Elemente* (PSE) nachgeschlagen werden kann; dabei wurden meist die lateinischen Namen zugrunde gelegt: z. B. »Fe« für Eisen, »Au« für Gold [von lat. *ferrum* bzw. *aurum*]. Die Symbole werden genutzt, um den Aufbau chemischer Verbindungen und ihre Reaktionen miteinander zu beschreiben. Die **Summenformel** einer Verbindung gibt an, aus welchen und wie vielen Atomen einer Sorte diese aufgebaut ist. Die Elementsymbole werden aneinandergereiht und die Zahl der Atome pro Formeleinheit als Index dahinter angegeben. Bsp. *Wasser, das aus den Elementen Wasserstoff (H) und Sauerstoff (O) im Verhältnis 2:1 besteht, hat die Summenformel H_2O* . Die Summenformel einer chemischen Verbindung liefert keinerlei Informationen über die Art der chemischen Bindung zwischen den Atomen, sondern sie gibt nur das Zahlenverhältnis

zwischen den Elementen wieder. So bewirken im Wassermolekül kovalente Bindungen den Zusammenhalt der Atome, während es beim Kochsalz ionische Bindungen sind. Da diese anders als kovalente Bindungen räumlich ungerichtet sind, bildet Natriumchlorid (NaCl), wie es in der chemischen Fachsprache heißt, *keine* NaCl-Moleküle, sondern ein Kristallgitter aus den Ionen Na^+ und Cl^- .

Den Grundstein zur Entwicklung aller **Atommodelle** legte John DALTON im Jahr 1808 mit seiner Theorie, dass es so viele verschiedenartige Atome wie Elemente geben müsse. Die Atome stellte er sich als massive Kugeln vor und schlussfolgerte, dass sich die Atome verschiedener Elemente durch Größe und Masse der Kugeln unterscheiden. Verbindungen bilden sich demnach, indem die Kugeln verschiedener Elemente sich gemeinsam anordnen. Auch wenn diese Vorstellung vom Aufbau der Materie noch grob ist, so reduziert sie das Wesen chemischer Reaktionen doch auf das Wesentliche: *Atome ordnen sich in bestimmten Zahlenverhältnissen zueinander an, sodass ein neuer Stoff mit neuen Eigenschaften entsteht.* Die zugehörige **Reaktionsgleichung** beschreibt die Zahlenverhältnisse, in denen die Atome bzw. die Moleküle miteinander reagieren.

Beispiel 1

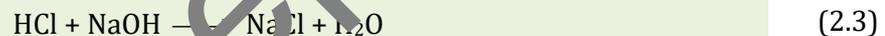
Natrium und Chlor(-moleküle) reagieren miteinander zu Natriumchlorid:

**Beispiel 2**

Wasserstoff(-moleküle) und Sauerstoff(-moleküle) reagieren zu Wasser:

**Beispiel 3**

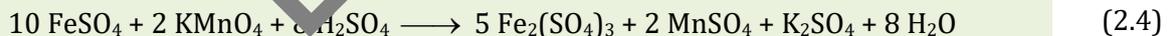
Salzsäure und Natronlauge reagieren zu Natriumchlorid und Wasser:



Bereits deutlich schwieriger zu verstehen ist folgendes Beispiel:

Beispiel 4

Eisen(II)-sulfat wird von Kaliumpermanganat zu Eisen(III)-sulfat oxidiert:



Ähnlich wie bei der Notenschrift in der Musik, betrachten Musiker:innen *nicht* die einzelnen Notenwerte in einem Musikstück, sondern die von diesen insgesamt beschriebene Melodie, und Chemiker:innen in Reaktionsgleichungen auch *nicht* isolierte Formeln, sondern den chemischen Vorgang, den ihr Zusammenspiel beschreibt, und erkennen daran z. B. sofort, ob es sich um eine Säure-Base- oder um eine Redoxreaktion handelt. Wie das Notenlesen, muss auch das flüssige »Lesen« von Reaktionsgleichungen erst erlernt und geübt werden. Im Rahmen der Versuche soll dieses Verständnis schrittweise entwickelt werden.

Merke!

Chemische Formeln sind die Sprache, in der Chemiker:innen kommunizieren.

2.2 Massenmessung

Waagen dienen der Abmessung von Stoffportionen anhand ihrer Masse. Dies ist essenziell für Chemiker:innen, da sie Stoffe in bestimmten Verhältnissen miteinander zur Reaktion bringen wollen. Auch die Herstellung von Lösungen mit definierten Konzentrationen wird erst anhand einer exakt abgewogenen Stoffportion möglich.

Die Grundlage zur Berechnung dieser Verhältnisse liefert der Molbegriff ...

2.2.1 Der Molbegriff: Atome an der Masse abzählen!

Bei der Durchführung chemischer Reaktionen ist es entscheidend, die Zahl der Atome bzw. der Moleküle, die miteinander reagieren, genau abzuzählen. Doch wie lässt sich angesichts der extrem geringen Größe eines Atoms eine bestimmte Zahl davon abzählen? Zu diesem Zweck wurde der **Molbegriff** eingeführt. Das Mol ist die Einheit der **Stoffmenge** n und wird über die AVOGADRO-Konstante N_A definiert. 1 mol enthält $6,022 \dots \cdot 10^{23}$ Teilchen; das können Atome, Ionen oder Moleküle sein. Dieser scheinbar willkürlich gewählte Zahlenwert ist von der Definition abgeleitet, dass 1 mol der Zahl der Kohlenstoffatome in exakt 0,012 kg des Kohlenstoffisotops ^{12}C entspricht. Es stellt sich die Frage, warum es vorzuziehen ist, die Teilchenzahl scheinbar umständlich über das Mol auszudrücken: *Es ist einfacher, die Länge eines Tages mit 24 h Stunden anzugeben, als mit 1440 Minuten oder gar mit 86400 Sekunden. Genauso verhält es sich mit dem Mol. Die Verwendung des Mols als Einheit der Teilchenzahl ist »handlicher«, als mit absoluten Zahlenwerten zu arbeiten.*

Da jedes Atom eine eigene Atommasse besitzt, lässt sich über die Summenformel die Molekülmasse aus der Summe der Atommassen berechnen. Diese Masse ist aber zu klein, um sie abzuwägen, daher wird diese auf 1 mol bezogen und als **Molmasse** M bezeichnet. Die Einheit der Molmasse ist $[M] = \text{kg/mol}$ für den Laborgebrauch ist g/mol gebräuchlicher. Die Atommassen im PSE sind ebenfalls in g/mol angegeben.¹⁰

In Tabellenwerken, z. B. im KÜSTNER-THEIL, sind die Molmassen einer Vielzahl häufig benötigter Verbindungen aufgelistet und können dort nachgeschlagen werden, anstatt sie selbst auszurechnen. Bei bekannter Molmasse lässt sich eine beliebige Stoffmenge einer Verbindung abwägen.

Hierfür gilt die Beziehung:

$$n(x) = \frac{m(x)}{M(x)} \rightarrow m(x) = n(x) \cdot M(x) \quad (2.5)$$

wobei $n(x)$ die Stoffmenge, $m(x)$ die Masse und $M(x)$ die Molmasse der Verbindung x sind.

Bsp.

- 1 mol Ca = 40,08 g
- 1 mol O₂ = 32,00 g
- 1 mol NaCl = 58,44 g
- 1 mol Fe₂O₃ = 159,69 g
- 1 mol CuSO₄·5H₂O = 249,68 g

①

¹⁰ Atommassen im PSE werden eigentlich in der atomaren Masseneinheit u angegeben. Da 1 u einer Masse von $1,661 \cdot 10^{-27}$ kg entspricht, gibt das multipliziert mit $6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$ den Wert 10^{-3} kg/mol , was 1 g/mol entspricht.

Beispiel 1

Berechnung der Molmasse von Wasser

Schritt 1: Formel aufstellen H_2O Schritt 2: Atome abzählen $1 \times \text{O}$ $2 \times \text{H}$

Schritt 3: Molmasse berechnen

$$\left(2 \cdot 1,008 \frac{\text{g}}{\text{mol}}\right) + \left(1 \cdot 15,999 \frac{\text{g}}{\text{mol}}\right) = \underline{18,015 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \quad (2.6)$$

Beispiel 2

Berechnung der Molmasse von Kupfer(II)-sulfat-pentahydrat

Schritt 1: Formel aufstellen $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Schritt 2: Atome abzählen $1 \times \text{Cu}$ $1 \times \text{S}$ $9 \times \text{O}$ $10 \times \text{H}$
 bzw.
 $1 \times \text{Cu}$ $1 \times \text{S}$ $9 \times \text{O}$ $10 \times \text{H}$

Schritt 3: Molmasse berechnen

$$\left(10 \cdot 1,008 \frac{\text{g}}{\text{mol}}\right) + \left(9 \cdot 15,999 \frac{\text{g}}{\text{mol}}\right) + 32,06 \frac{\text{g}}{\text{mol}} + 63,54 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = \underline{249,68 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \quad (2.7)$$

$$\left(5 \cdot 18,015 \frac{\text{g}}{\text{mol}}\right) + \left(4 \cdot 15,999 \frac{\text{g}}{\text{mol}}\right) + 32,06 \frac{\text{g}}{\text{mol}} + 63,54 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = \underline{249,68 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \quad (2.8)$$

2.2.2 Gehaltsgrößen von Mischphasen

Lösungen, die einen Stoff in einem Lösungsmittel enthalten, benötigen Angaben darüber, wie hoch der Gehalt des gelösten Stoffes in der Lösung ist, damit die Lösungen portioniert werden können. Je nachdem, ob sich die Angabe für den gelösten Stoff x auf eine Masse $m(x)$, eine Stoffmenge $n(x)$ oder auf ein Volumen $V(x)$ bezieht, sind verschiedene Gehaltsangaben gebräuchlich (**Tab. 2.1**). Es werden Konzentrations- und Anteilsangaben unterschieden.

Konzentrationen beziehen die Größe der gelösten Komponente x auf das Volumen $V(\text{Lsg.})$ der Lösung. **Anteilsangaben** beziehen die Größe der gelösten Komponente x auf die Summe aller Komponenten, aus denen die Mischphase besteht. Im einfachsten Fall wird die Masse des gelösten Stoffes $m(x)$ auf die Summe aus der Masse des Lösungsmittels $m(y)$ und der Masse des gelösten Stoffes $m(x)$ bezogen. Da gleiche Einheiten aufeinander bezogen werden, haben Anteilsangaben keine Einheit, sondern sind Zahlenwerte zwischen 0 und 1. Häufig erfolgt die Angabe auch in Prozent %, indem der Zahlenwert mit 100 % multipliziert wird. Der Massenanteil $\omega(x)$ [auch $w(x)$, mit »w«] ist die am weitesten verbreitete Anteilsangabe. Wenn ein Anteil in Prozent ohne weitere Anmerkungen angegeben wird, ist meistens der Massenanteil gemeint.

Merke!Angaben in »%« ohne weitere Zusätze meinen in der Regel den Massenanteil $\omega(x)$.

Tab. 2.1 Gehaltsangaben von Mischphasen.

Konzentrationsangaben beziehen	Anteilsangaben beziehen	Verhältnisaangaben beschreiben Verhältnisse
die Größe der Komponente x auf das Volumen der Mischphase	die Größe der Komponente x auf die Größe der Mischphase	
Massenkonzentration $\beta(x) = \frac{m(x)}{V(\text{Lösung})} \left[\frac{\text{kg}}{\text{m}^3} \right]$ gebräuchliche Einheiten: g/l; g/ml	Massenanteil $\omega(x) = \frac{m(x)}{\sum m_i}$ gebräuchliche Einheiten: % (m/m); ppm; ppb	Massenverhältnis $\zeta = \frac{m(x)}{m(y)}$
Stoffmengenkonzentration $c(x) = \frac{n(x)}{V(\text{Lösung})} \left[\frac{\text{mol}}{\text{m}^3} \right]$ gebräuchliche Einheiten: mol/l	Stoffmengenanteil $\chi(x) = \frac{n(x)}{\sum n_i}$ gebräuchliche Einheiten: % (n/n)	Stoffmengenverhältnis $r = \frac{n(x)}{n(y)}$
Volumenkonzentration $\sigma(x) = \frac{V(x)}{V(\text{Lösung})} \left[\frac{\text{m}^3}{\text{m}^3} \right]$ gebräuchliche Einheiten: %; ‰	Volumenanteil $\varphi(x) = \frac{V(x)}{\sum V_i}$ gebräuchliche Einheiten: % (V/V); ppm; ppb	Volumenverhältnis $\psi = \frac{V(x)}{V(y)}$
	Molalität $b(x) = \frac{n(x)}{m(\text{Lösemittel})} \left[\frac{\text{mol}}{\text{kg}} \right]$ gebräuchliche Einheiten: mol/kg	

Beispiel 1 – Massenanteil einer Salzlösung

Aus 1,38 g Natriumchlorid und 1,72 g Kaliumchlorid wird eine Lösung in 89,0 g Wasser hergestellt. Der Massenanteil $\omega(\text{NaCl})$ berechnet sich in dieser Lösung aus insgesamt drei Komponenten:

$$\omega(\text{NaCl}) = \frac{m(\text{NaCl})}{m(\text{NaCl}) + m(\text{KCl}) + m(\text{H}_2\text{O})} = \frac{1,38 \text{ g}}{1,38 \text{ g} + 1,72 \text{ g} + 89,0 \text{ g}} \cong \underline{0,0150} \quad (2.9)$$

Beispiel 2 – Umrechnung in die Stoffmengenkonzentration

Die Dichte der Lösung oben beträgt $\rho(\text{Lsg.}) = 1020 \text{ g/l}$. Um die Stoffmengenkonzentration $c(\text{NaCl})$ zu berechnen, wird der Massenanteil über die Dichte und die Molmasse $M(\text{NaCl})$ umgerechnet:

$$c(\text{NaCl}) = \frac{\beta(\text{NaCl})}{M(\text{NaCl})} = \frac{\omega(\text{NaCl}) \cdot \rho(\text{Lsg.})}{M(\text{NaCl})} = \frac{0,0150 \cdot 1020 \text{ g l}^{-1}}{58,44 \text{ g mol}^{-1}} \cong \underline{0,262 \frac{\text{mol}}{\text{l}}} \quad (2.10)$$

Wie groß sind Massenanteil $\omega(\text{KCl})$ und Stoffmengenkonz. $c(\text{KCl})$ obiger Lösung?

Beispiel 3 – Volumenkontraktion einer Ethanol-Wasser-Mischung

In zwei 100-ml-Messzylindern werden jeweils 50 ml Ethanol und Wasser abgemessen. Die Inhalte beider Zylinder werden daraufhin miteinander vereinigt. Das Gesamtvolumen der Mischung beträgt 96 ml. Dieses Phänomen, das das Volumen der Mischphase kleiner als die Summe der einzelnen Volumina ist, heißt Volumenkontraktion und bewirkt, dass Volumenanteil $\varphi(\text{Ethanol})$ und Volumenkonz. $\sigma(\text{Ethanol})$ verschieden sind:

$$\varphi(\text{Ethanol}) = \frac{V(\text{Ethanol})}{V(\text{Ethanol}) + V(\text{H}_2\text{O})} = \frac{50 \text{ ml}}{50 \text{ ml} + 50 \text{ ml}} = \underline{0,50} \cong 50 \% \quad (2.11)$$

$$\sigma(\text{Ethanol}) = \frac{V(\text{Ethanol})}{V(\text{Lsg.})} = \frac{50 \text{ ml}}{96 \text{ ml}} \cong \underline{0,52} \cong 52 \% \quad (2.12)$$

Bei sehr kleinen Massenanteilen wird anstelle auch die Angabe in ppm »parts per million« (= 10^{-6}) anstelle von Prozent gewählt. Bsp.: Eine Lösung, die 5 mg Calcium pro Kilogramm enthält, hat den Massenanteil $\omega(\text{Ca}) = 0,000005 = 5 \cdot 10^{-6} = 5 \text{ ppm}$. Um zu verdeutlichen, wie gering dieser Massenanteil ist, hilft die Vorstellung, dass 1000 ppm einem Massenanteil von 0,1 % entsprechen. Bei derart stark verdünnten Lösungen wird die Dichte der Lösung gleich 1 Kilogramm pro Liter gesetzt, sodass auch Massenkonzentrationen in ppm, oder in noch kleineren Einheiten angegeben werden (■Tab. 2.2).

■Tab. 2.2 Vorsatzzeichen von Einheiten und ihre Abkürzungen.

Vorsatz		Zehnerpotenz	Dezimalzahl	Abkürzung
Terra-	T	10^{12}	1 000 000 000 000	
Giga-	G	10^9	1 000 000 000	
Mega-	M	10^6	1 000 000	
Kilo-	k	10^3	1 000	
Hekto-	h	10^2	100	
Deka-		10^1	10	
		10^0	1	
Dezi-	d	10^{-1}	0,1	
Centi-	c	10^{-2}	0,01	
Milli-	m	10^{-3}	0,001	
Mikro-	μ	10^{-6}	0,000 001	ppm »parts per million«
Nano-	n	10^{-9}	0,000 000 001	ppb »parts per billion«
Piko-	p	10^{-12}	0,000 000 000 001	ppt »parts per trillion«

2.2.3 Hinweise zur Waagenbenutzung

Laborwaagen sind Präzisionsinstrumente, die mehrere Hundert bis Tausend Euro kosten und entsprechend liebevoll behandelt werden möchten. Es lassen sich zwei grundsätzliche Bauformen unterscheiden: **Analysenwaagen**, erkennbar an dem Glasgehäuse (■Abb. 2.1), besitzen je nach Modell einen Wägebereich von ca. 200–300 g und wiegen auf ein Zehntel Milligramm (0,0001 g) genau. Sie werden nur für sehr genaue Einwaagen genutzt, die diese hohe Genauigkeit benötigen. **Präzisionswaagen** (»Oberschalenwaagen«) besitzen einen größeren Wägebereich bis zu mehreren Kilogramm, wiegen im Gegenzug hierfür aber nur auf Zehn Milligramm (0,01 g) genau. Sie werden Einwaagen mit weniger hohen Ansprüchen an die Genauigkeit verwendet, z. B. für Hilfsstoffe oder bei Synthesen.

Die Ziffernzahl, mit der Massen in den Versuchsvorschriften hier angegeben werden, gibt einen Hinweis darauf, welche Genauigkeit erforderlich ist. Es wird davon ausgegangen, dass diese Stellenzahl genau eingehalten sein soll; d. h. die jeweils verwendete Waage muss mindestens eine Stelle mehr haben.

Beispiel

Die Einwaage von ...

• 1 g	... erfolgt auf einer	Präzisionswaage
• 1,0 g		Präzisionswaage
• 1,00 g		Analysenwaage
• 1,000 g		Analysenwaage
<hr/>		
• 5 g	... erfolgt auf einer	Präzisionswaage
• 0,5 g		Präzisionswaage
• 0,05 g		Analysenwaage
• 0,005 g		Analysenwaage

Merke!

Analysenwaagen werden nur verwendet, wenn ihre hohe Genauigkeit erforderlich ist.

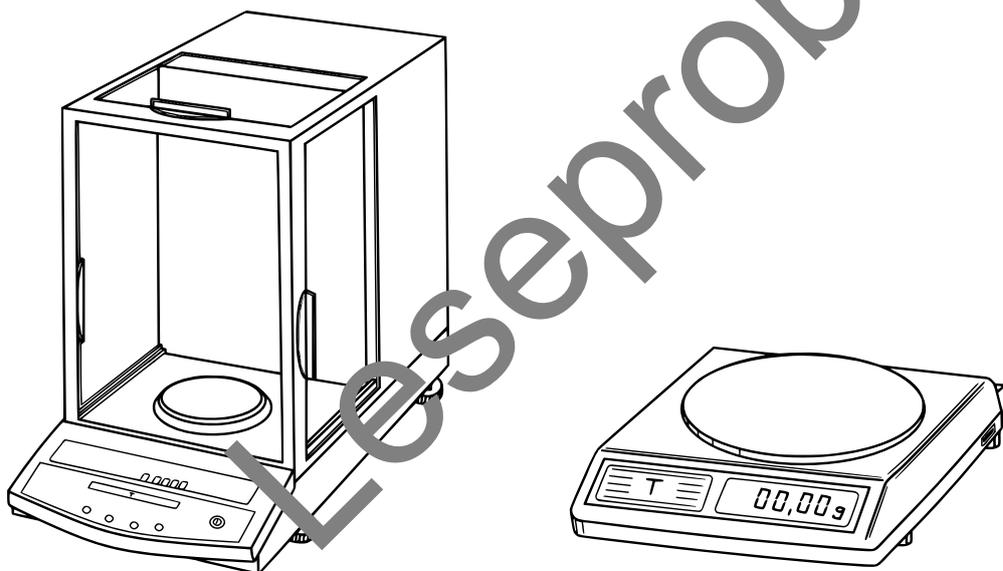


Abb. 2.1 Analysenwaage (links, $\pm 0,0001$ g) und Präzisionswaage (rechts, $\pm 0,01$ g).

Bei der täglichen Arbeit mit Laborwaagen sind folgende *Hinweise zur Benutzung und Pflege* einzuhalten und am gemeinsam genutzten Arbeitsplatz darauf zu achten, dass diese auch von anderen Personen eingehalten werden (siehe auch Literatur¹¹):

- Die horizontale Ausrichtung der Waage ist entscheidend für exakte Wägeregebnisse; sie wird über die angebrachte Rundwasserwaage (sog. »Libelle«) kontrolliert und ggf. über die Stellschrauben an den Auflagepunkten der Waage korrigiert.
- Das Wägegut wird *nicht* direkt auf den **Wägeteller**, sondern in ein für die Aufgabe geeignetes **Wägegefäß** gegeben. Geeignet sind Bechergläser, für kleine Einwaagen auch Wägeschiffchen, Wägeschiffchen und Wägepapiere.

①

¹¹ Lit. METTLER TOLEDO Informationsbroschüre: *Richtiges Wägen mit Laborwaagen (Wägefibel)*.

- Das Wägegefäß sollte möglichst klein sein, um den Wägebereich der Waage *nicht* zu überschreiten und um Schwankungen durch Luftströmungen zu minimieren.
- Durch Betätigung der **Tara-Taste** wird das Wägegefäß tariert («auf Null gestellt»), damit seine Masse *nicht* auf dem Display angezeigt wird.
- Pulver werden eingewogen, indem das Wägegefäß vom Wägeteller genommen und portionsweise mit der Substanz beschickt wird. Für die Zwischen- und Endwägung wird es wieder auf dem Wägeteller zurückgestellt.
- Aufgrund der Kontaminationsgefahr durch ggf. verschmutzte Löffelspatel werden Substanzen *nicht* direkt aus dem Vorratsgefäß entnommen, sondern zunächst in ein separates Gefäß gefüllt und von dort aus eingewogen.
- Substanzen, die den Wägeteller beschädigen können, werden *nicht* etwa abgewogen, sondern am Volumen abgemessen. Säuren sind immer auf diese Weise abzumessen. Hierzu wird die Masse $m(x)$ anhand der Dichte $\rho(x)$ ins Volumen $V(x)$ umgerechnet (Dichten konzentrierter Säuren siehe **Tab. 7.9**).

Hierfür gilt die Beziehung:

$$\rho(x) = \frac{m(x)}{V(x)} \rightarrow V(x) = \frac{m(x)}{\rho(x)} \quad (2.13)$$

Beispiel

Zur Herstellung von 400 g verd. Salzsäure, $\omega(\text{HCl}) = 0,02$, werden 25,0 g konz. Salzsäure, $\omega(\text{HCl}) = 0,32$, $\rho(\text{HCl, konz.}) = 1,16 \text{ g/ml}$, benötigt. Diese Masse lässt sich in ein Volumen von 21,6 ml umrechnen, die sich mit einer Messpipette abmessen lassen.

$$m(\text{HCl, konz.}) = \frac{m(\text{HCl, verd.}) \cdot \omega(\text{HCl, verd.})}{\omega(\text{HCl, konz.})} = \frac{400 \text{ g} \cdot 0,02}{0,32} = \underline{25,0 \text{ g}} \quad (2.14)$$

$$V(\text{HCl, konz.}) = \frac{m(\text{HCl, konz.})}{\rho(\text{HCl, konz.})} = \frac{25,0 \text{ g}}{1,16 \text{ g ml}^{-1}} \cong \underline{21,6 \text{ ml}} \quad (2.15)$$

Merke!

Korrosive Flüssigkeiten, insb. Säuren, dürfen *nicht* auf Waagen abgemessen werden.

- Der Wägeteller wird abschließend mit dem beiliegenden Pinsel von Pulverresten befreit, falls diese einmal versehentlich herunterfallen. Wird die Analysenwaage längere Zeit *nicht* benutzt bzw. am Ende eines jeden Arbeitstages, ist sie am besten mit einem Staubschutz abzudecken.

Die Einfachheit der Bedienung elektronischer Waagen lässt leicht vergessen, dass Waagen mit einer Empfindlichkeit von einem Zehntel Milligramm *keine* Selbstverständlichkeit sind und mit mechanischen Waagen früher jede Einzelwägung ein aufwendiger Vorgang war.¹² Daher waren **Volumenmessungen** ein sehr beliebter Weg zur Portionierung von Stoffen; z. B. kann anstelle von zehn Einzelwägungen nur eine größere Einwaage getätigt und daraus eine Stammlösung hergestellt werden, die sich dann beliebig portionieren lässt. Auch heute sind Volumenmessungen eines der wichtigsten Messverfahren. Bei richtiger Handhabung

①

12 Lit. Jeneman, H. R., *Phys. Bl.* **1982**, *38*, 316–322.

können mit entsprechenden Geräten Volumina mit einer Genauigkeit abgemessen werden, die der von Wägungen in nichts nachsteht.

Erfahren Sie im folgenden Abschnitt, was es damit auf sich hat ...

2.3 Volumenmessung

Eine der häufigsten Arbeiten im Labor ist das Herstellen (ugs. »Ansetzen«) von Lösungen. Dabei wird eine feste oder flüssige Substanz in einem Lösungsmittel, meist Wasser, gelöst. Oft ist das exakte Volumen des Lösungsmittels dabei *nicht* wichtig; es gibt aber auch Gründe, ein definiertes Flüssigkeitsvolumen exakt abzumessen: i) ein Reinstoff soll gelöst werden, um eine Lösung mit bekannter Konzentration zu erhalten; ii) bei einer Analyse soll nur ein Bruchteil der gesamten Probe untersucht werden. Analytiker:innen sprechen im zweiten Fall vom **Aliquotieren** der Probe [von lat. *aliquot* »einige, ein paar«]. In jedem Fall werden Gefäße, sog. **Volumenmessgeräte**, benötigt, um diese Volumina mit der erforderlichen bzw. gewünschten Genauigkeit abzumessen. Um das jeweils richtige Volumenmessgerät für eine Aufgabe auszuwählen, sind folgende Kenntnisse über diese erforderlich:

- Welche Volumenmessgeräte gibt es?
- Welche Genauigkeiten haben diese?
- Wie wird mit diesen gearbeitet und was ist dabei zu beachten?

2.3.1 Justierung auf Einguss (In) oder Ausguss (Ex)

Ein grundsätzliches Unterscheidungsmerkmal von Volumenmessgeräten ist die Justierung dieser auf **Einguss** (»In«) oder **Ausguss** (»Ex«). Auf Einguss justierte Gefäße enthalten das angegebene Nennvolumen, wenn sie bis zu einer angebrachten Markierung gefüllt werden. Auf Ausguss justierte Gefäße geben hingegen das angegebene Nennvolumen ab, wenn sie entleert werden. Eine Untergruppe bilden jeweils Gefäße, die nur eine ungefähre Skalierung besitzen und die geringsten Genauigkeiten aufweisen.

Gefäße, die auf Einguss (In) justiert sind:

- | | |
|---|------------------------|
| • Messzylinder | verschiedene Volumina |
| • Messkolben | nur ein festes Volumen |
| • Pyknometer | nur ein festes Volumen |
| • In-Gefäße, die eine ungefähre Skalierung besitzen | |
| ○ Bechergläser | |
| ○ Erlenmeyerkolben | |
| ○ Tropftrichter | |
| ○ Rundkolben | |

Gefäße, die auf Ausguss (Ex) justiert sind:

- | | |
|---|------------------------|
| • Vollpipetten | nur ein festes Volumen |
| • Messpipetten | verschiedene Volumina |
| • Büretten | verschiedene Volumina |
| • Kolbenhubpipetten (sog. »Eppendorfpipetten«) | verschiedene Volumina |
| • Ex-Gefäße, die eine ungefähre Skalierung besitzen | |
| ○ Einmalpipetten | |

Merke!

Justierung auf Einguss (In): enthält ein Volumen; auf Ausguss (Ex): gibt ein Volumen ab.

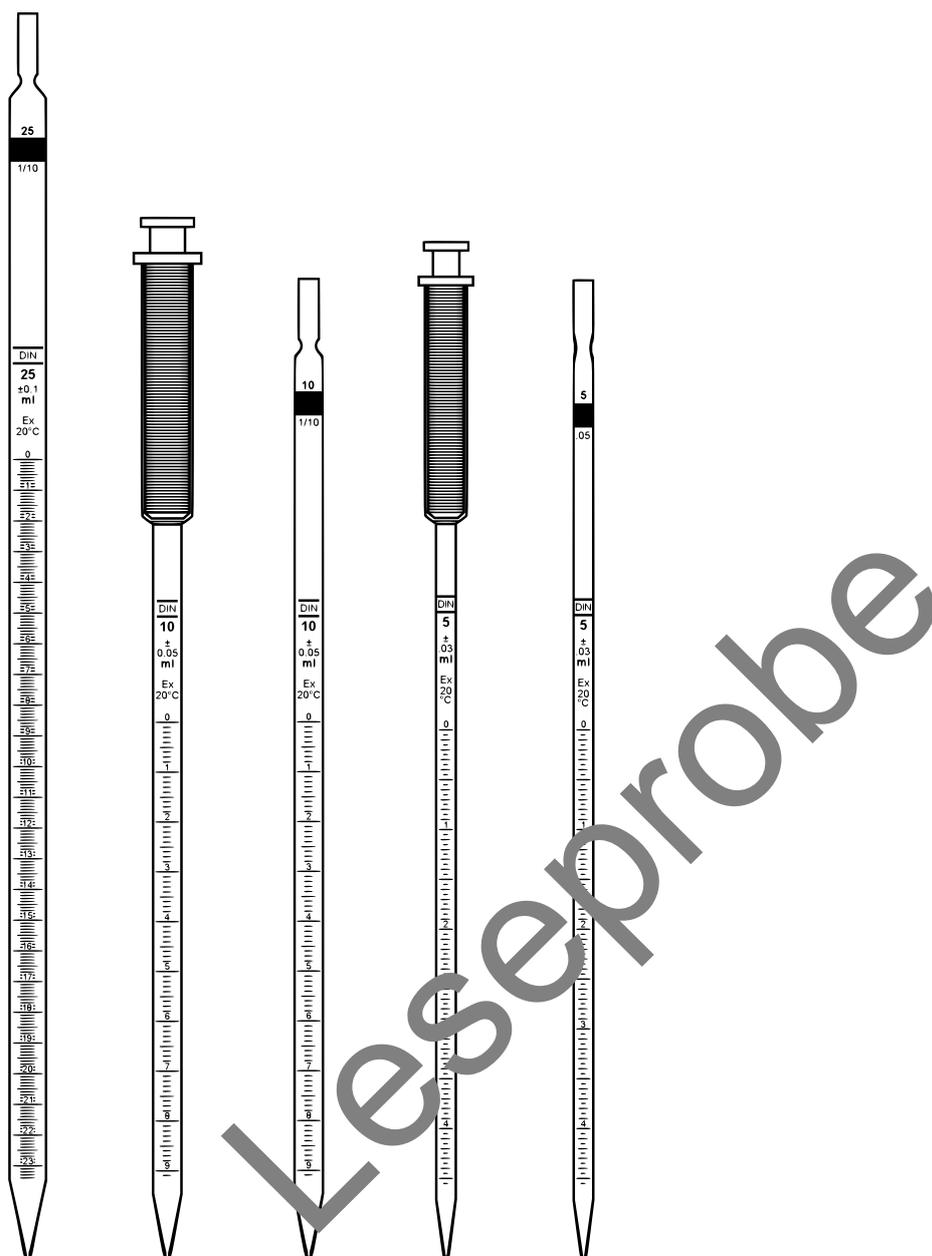
Gefäße, die auf Ausguss (Ex) justiert sind (▣Abb. 2.2 bis ▣Abb. 2.4)

Pipetten sind graduierte Glasrohre, die an einem Ende zu einer Spitze ausgezogen sind und dienen der Abgabe von Flüssigkeiten. Bei **Vollpipetten** ist der mittlere Teil zylindrisch erweitert und am oberen verjüngten Ende ist eine Ringmarke angebracht. Mit Vollpipetten lässt sich nur ein festgelegtes Volumen abmessen. Mit **Messpipetten** lassen sich hingegen unterschiedliche Volumina abmessen, allerdings zulasten der Genauigkeit, die schlechter als bei Vollpipetten gleicher Größe ist. **Büretten** kombinieren die hohe Genauigkeit einer Vollpipette mit der Möglichkeit, unterschiedliche Volumina abzumessen. Über einen Hahn am unteren Ende lässt sich die Flüssigkeitsabgabe regeln und auch unterbrechen, um die abgegebene Menge an der Skalierung abzulesen. Büretten gibt es in verschiedenen Größen, wobei 25 ml und 50 ml üblich sind, 10 ml und 100 ml eher selten. Die häufigste Bauform ist die Bürette nach SCHELLBACH mit dem eingebrannten blauen Streifen, der die Ablesung des Füllstandes erleichtert. Elektronische Büretten (sog. »Dosimaten«) haben heute vielerorts die Glasbüretten weitgehend verdrängt. Diese sind aber immer noch im Einsatz, auch weil sie deutlich günstiger in der Anschaffung sind.

Gefäße, die auf Einguss (In) justiert sind (▣Abb. 2.5 bis ▣Abb. 2.7)

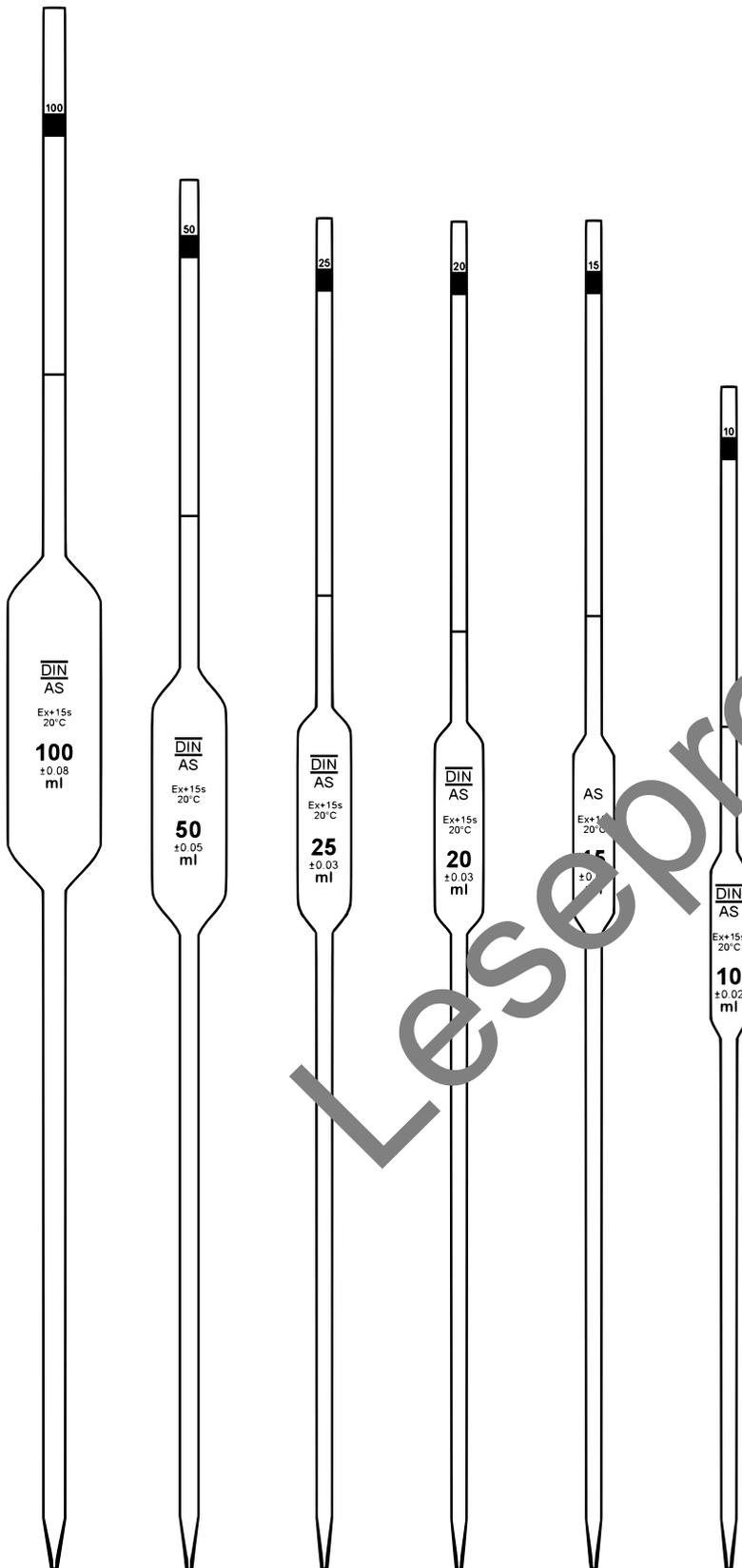
Messzylinder sind auf Einguss justierte, graduierte Standzylinder. Da sie in den meisten Fällen als Ausgussgefäße genutzt werden, entstehen jedoch *Fehler von mehreren Prozent*. Für analytische Messungen sind sie daher *nicht* geeignet. Mit Messzylindern werden in der Regel Hilfsstoffe abgemessen, deren exakte Menge unkritisch ist. Für analytische Arbeiten werden **Messkolben** verwendet. Das sind flaschenartige Gefäße mit langem Hals, auf denen eine Ringmarke angebracht ist. Wird ein Messkolben bis zu dieser Ringmarke aufgefüllt, enthält er exakt das Nennvolumen. Der Begriff »exakt« meint in diesem Zusammenhang, dass das Volumen innerhalb einer gewissen Fehlergrenze liegt. **Pyknometer** sind kleine Messkolben (bis max. 50 ml), die sich mit einem Kapillarstopfen so verschließen lassen, dass sie sich reproduzierbar mit einem Flüssigkeitsvolumen befüllen lassen, das allerdings durch eine Flüssigkeit mit bekannter Dichte (meist Wasser, genau ausgelitert) werden muss. Pyknometer werden zur Dichtebestimmung verwendet, indem das eingefüllte Flüssigkeitsvolumen gewogen wird, wobei Genauigkeiten von unter 0,1 % erreichbar sind. Pyknometer stellen damit die Volumemessgeräte mit der höchsten Genauigkeit dar.

Messpipetten



■ **Abb. 2.2** Volummessgeräte, die auf Ausguss (Ex) justiert sind I: Messpipetten.

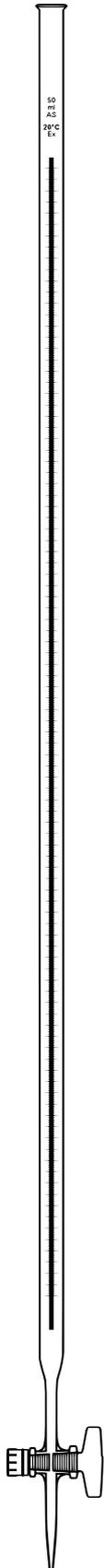
Vollpipetten



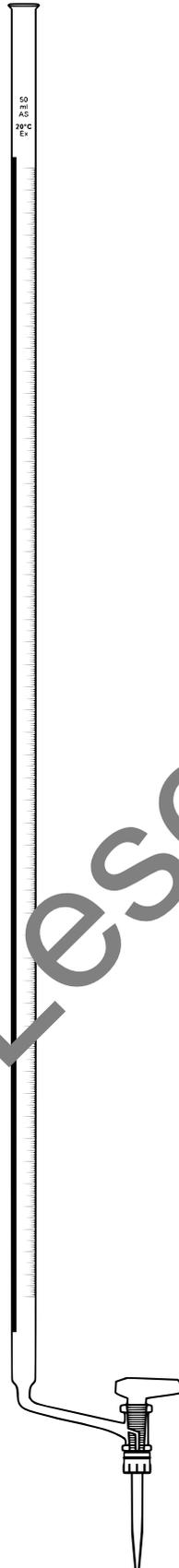
■ Abb. 2.3 Volumenmessgeräte, die auf Ausguss (Ex) justiert sind II: Vollpipetten.

Büretten

Bürette n. MOHR



Bürette n. SCHELLBACH



Titrierapparat mit Vorratsgefäß n. PELLET

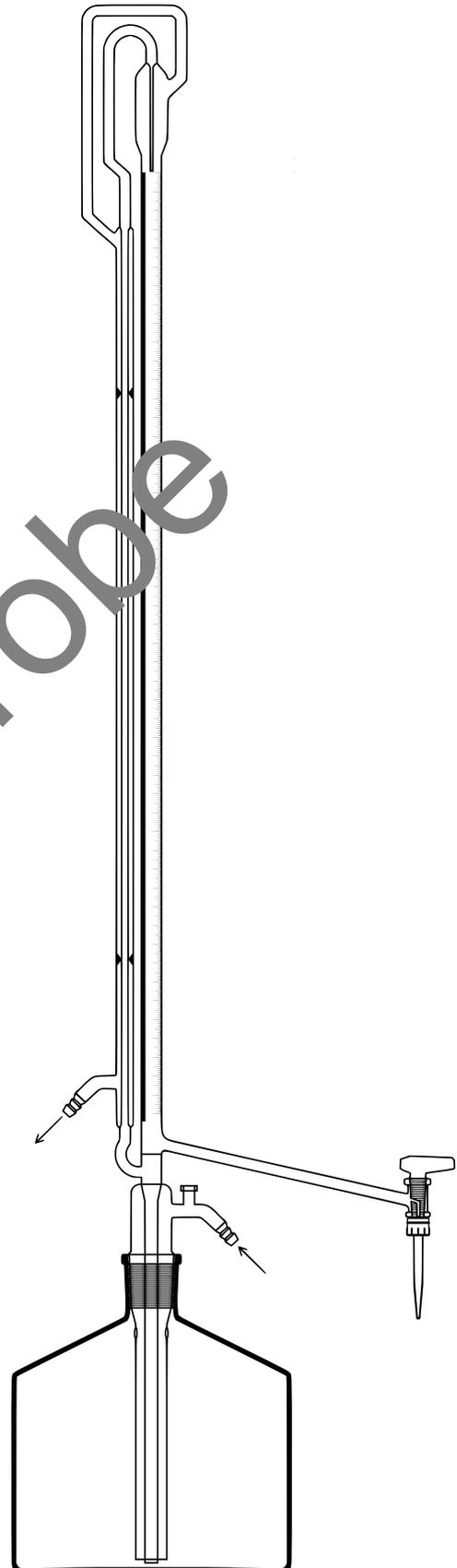
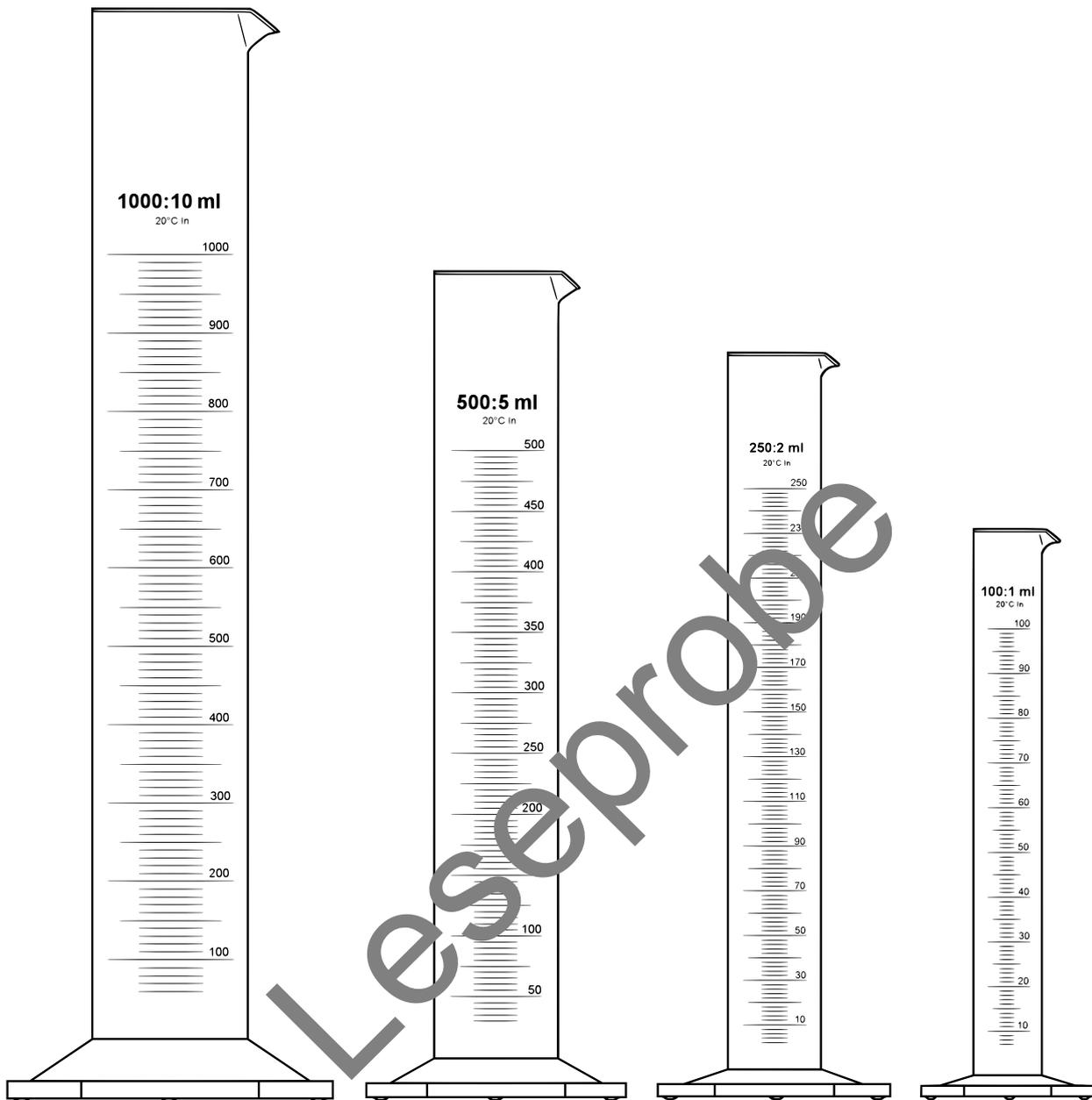


Abb. 2.4 Volumenmessgeräte, die auf Ausguss (Ex) justiert sind III: Büretten.

Messzylinder



■ Abb. 2.5 Volumenmessgeräte, die auf Einguss (In) justiert sind I: Messzylinder.

Messkolben



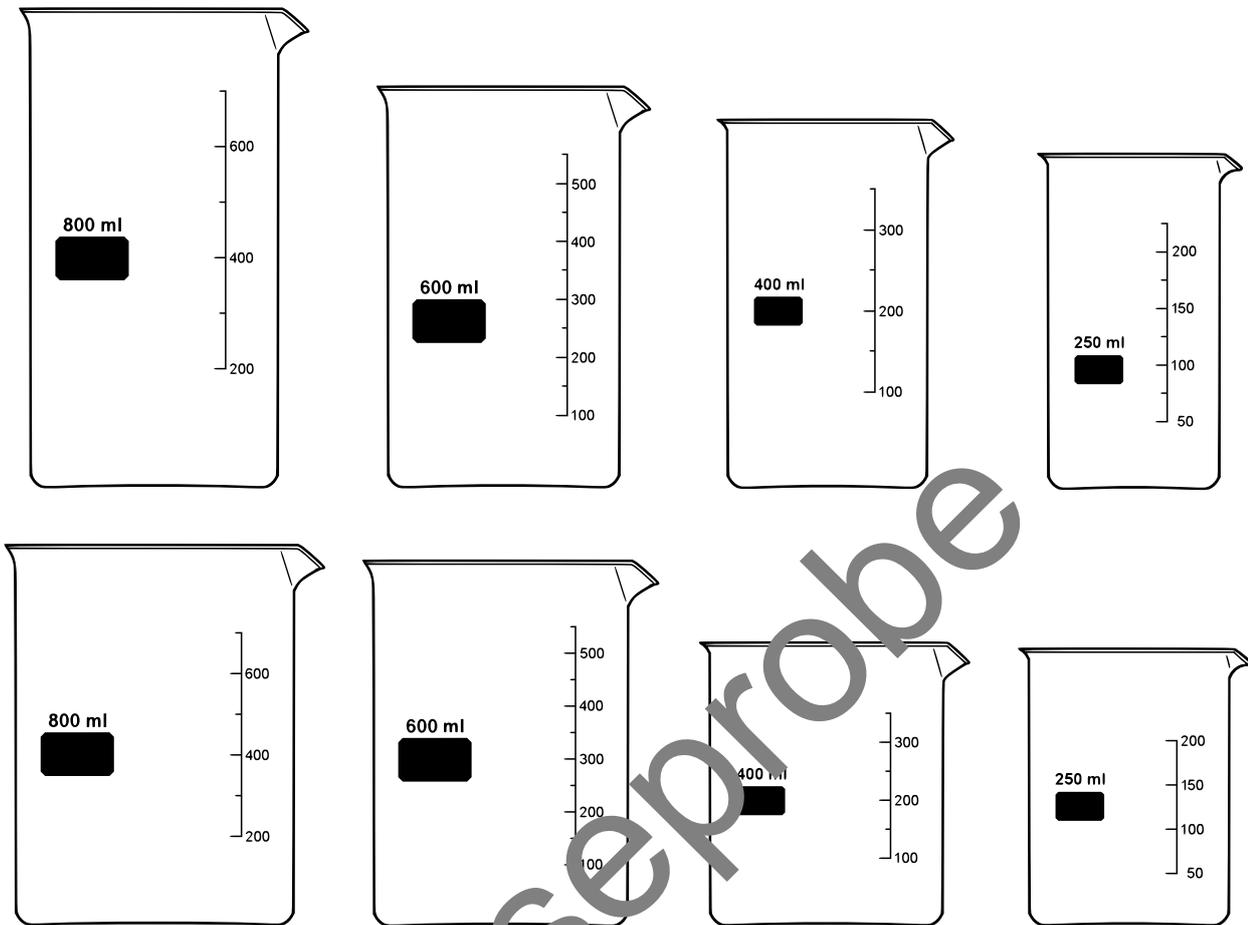
■ **Abb. 2.6** Volumenmessgeräte, die auf Einguss (In) justiert sind II: Messkolben.

■ **Tab. 2.3** Normschliffgrößen von Messkolben und anderen Glasgeräten.

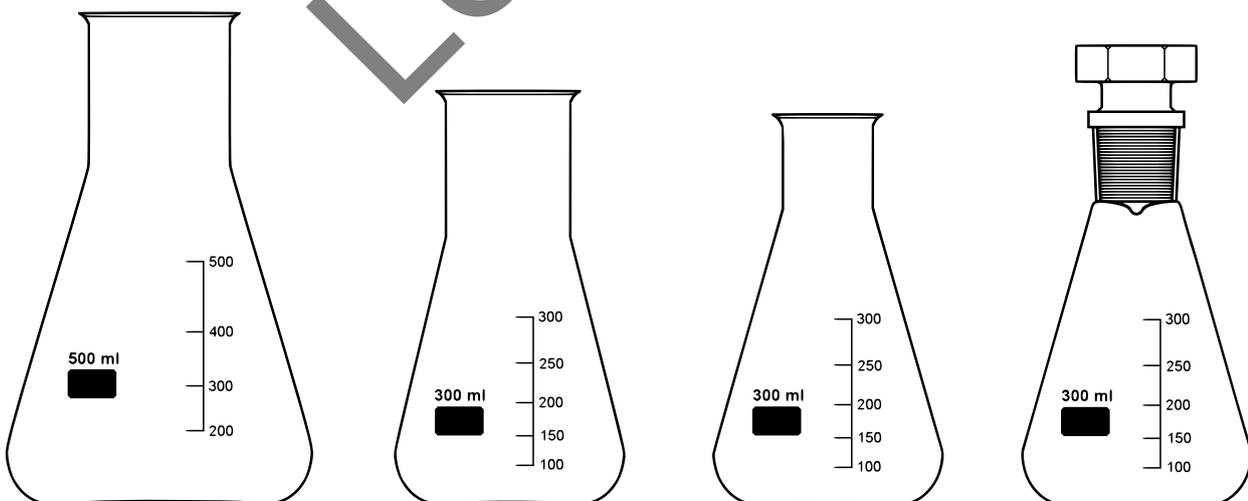
Bezeichnung	Messkolben	Durchmesser, oben [mm]	Länge [mm]	Durchmesser, unten [mm]
NS 10/19	25 ml	10	19	
NS 12/21	50 ml	12	21	
NS 12/21	100 ml	12	21	Die Verjüngung beträgt 1/10 des oberen Durchmessers
NS 14/23	250 ml	14	23	
NS 19/26	500 ml	19	26	
NS 29/32	1000 ml	29	32	
NS 45/40	-	45	40	

Gefäße mit ungefährer Skalierung

Bechergläser, (hohe Form oben, weite Form unten):



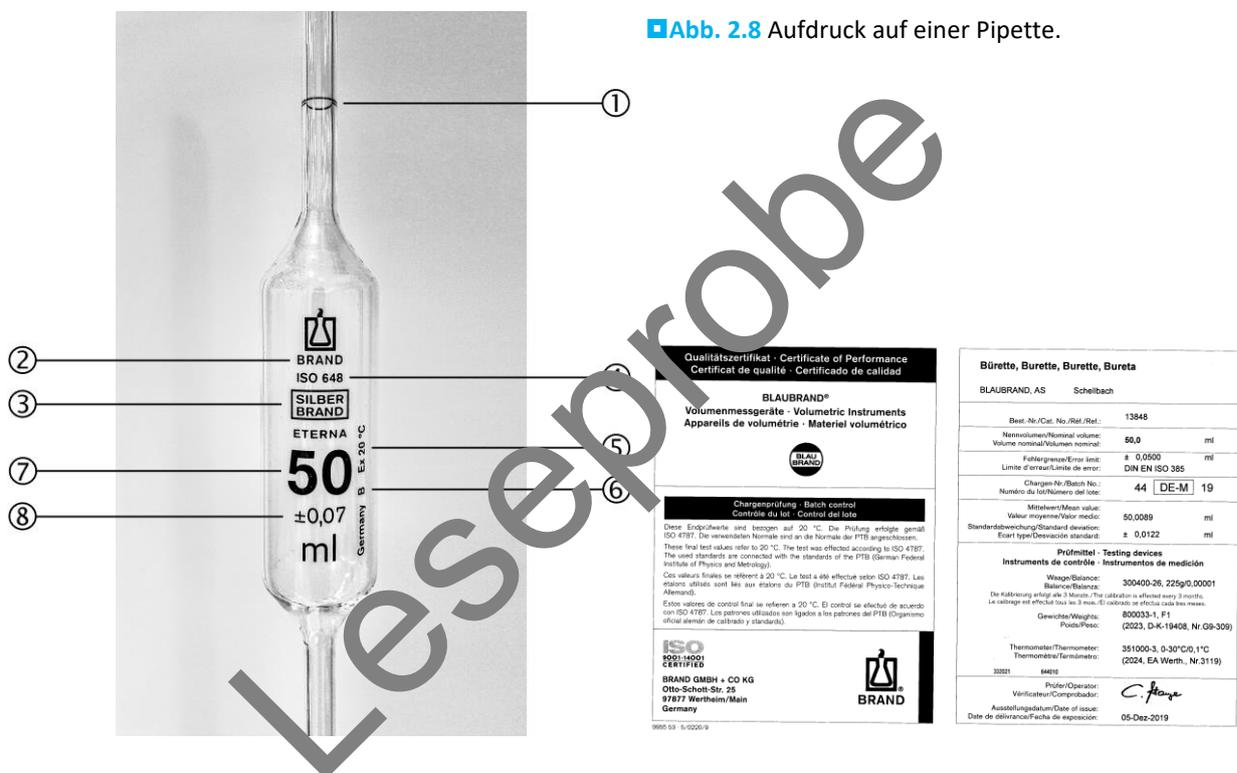
Erlenmeyerkolben:



■ **Abb. 2.7** Volumenmessgeräte, die auf Einguss (In) justiert sind III: Bechergläser & Erlenmeyerkolben.

2.3.2 Genauigkeitsklassen

Nachdem die Genauigkeiten der Volumenmessgeräte bereits qualitativ eingeordnet wurde (z. B. Vollpipette > Messpipette > Einmalpipette), stellt sich die Frage, *wie* genau diese sind. Diese Frage beantworten die darauf aufgedruckten Herstellerinformationen (■ **Abb. 2.8**). Hierzu gehören Angaben zum Nennvolumen, zur Genauigkeit und zur Bezugstemperatur, bei der das Gerät justiert wurde, also bei der die Ringmarke angebracht wurde. Der Hinweis auf eine ISO-Norm gibt an, dass das Gerät nach den Fertigungsmaßen produziert wurde und die **Fehlertoleranzen** einhält, die in der jeweiligen Norm festgelegt sind. Das gilt natürlich nur im Neuzustand, denn durch die Verwendung kommt es zu Abnutzungserscheinungen. Bei guter Pflege (z. B. *keine* aggressiven Reiniger) können die Geräte Jahre halten; andernfalls ist die Lebensdauer deutlich kürzer. Eine regelmäßige **Kalibrierung** zur Überprüfung der Genauigkeit ist daher unerlässlich.



Bezeichnung der wichtigsten Angaben:

- ① Ringmarke
- ② Hersteller
- ③ Produktserie
- ④ Konformitätshinweis
- ⑤ Bezugstemperatur
- ⑥ Genauigkeitsklasse, AS oder B
- ⑦ Nennvolumen in Millilitern
- ⑧ Fehlertoleranz in Millilitern

Auch bei einwandfreien Geräten können die Fehlertoleranzen nur dann eingehalten werden, wenn diese reproduzierbar in der vom Hersteller vorgesehenen Weise verwendet werden. Alle in den Fotostories zu den Versuchen beschriebenen Handlungsabläufe beruhen auf den Empfehlungen der Fa. BRAND und sind insofern als verbindlich anzusehen.¹³

①

13 Lit. BRAND Informationsbroschüre: *Informationen zur Volumenmessung*.

Merke!

Beim Umgang mit Volumenmessgeräten existieren festgelegte Handlungsabläufe.

Die Fehlertoleranzen von Volumenmessgeräten hängen neben der Art des Gerätes auch von der Größe und der jeweiligen **Genauigkeitsklasse** ab. Geräte der Genauigkeitsklasse »A« sind von der höchsten Qualitätsstufe und erreichen die kleinsten Fehlertoleranzen. Bei der Genauigkeitsklasse »AS« steht das »S« für »Schnellablauf«. Nach dem Auslaufen muss eine Wartezeit (sog. »Ex-Zeit«) eingehalten werden, in der Flüssigkeit nachlaufen kann bzw. soll. Diese Zeit ist auf der Pipette aufgedruckt, z. B. als »Ex+15s«. Bei der Genauigkeitsklasse »B« gibt es *keine* Wartezeit, dafür aber doppelt so große Fehlertoleranzen. Die Fehlertoleranzen sind in verschiedenen ISO-Normen festgelegt (■Tab. 2.4).

2.3.3 Bezugstemperatur

Volumenmessgeräte werden bei der Produktion bei einer Temperatur von 20 °C justiert, indem eine entsprechende Wassermenge von 20 °C eingefüllt und die Ringmarken anhand des Flüssigkeitsstandes angebracht werden. Abweichungen von dieser Bezugstemperatur spielen aufgrund des geringen Temperatúrausdehnungskoeffizienten von Glas in der Praxis *keine* große Rolle. Die Fehler, die hierdurch entstehen, sind meist kleiner als die Fehlertoleranz der Geräte. An Tagen, an denen starke Temperaturschwankungen zu erwarten sind, kann es bei Messkolben allerdings sinnvoll sein, Kolben und Inhalt vor dem Auffüllen auf 20 °C zu temperieren, da sich das Volumen wegen der Temperaturabhängigkeit der Dichte der enthaltenen Flüssigkeit verändern kann. Auch hier spielen die zu erwartenden Abweichungen *keine* große Rolle; sie liegen für wässrige Lösungen bei ca. 0,1 % pro 5 °C.

Beispiel

Ein 100-ml-Messkolben, der mit Wasser von 15 °C aus der Hausleitung aufgefüllt wird, enthält nach der Erwärmung auf 28 °C an einem Sommertag 100,3 ml, da die Dichte des Wassers durch die Erwärmung abnimmt, von $\rho_{15^\circ\text{C}} = 0,9991 \text{ g/ml}$ auf $\rho_{28^\circ\text{C}} = 0,9962 \text{ g/ml}$, und sich die Flüssigkeit entsprechend ausdehnt.

$$V_{28^\circ\text{C}}(\text{H}_2\text{O}) = V_{15^\circ\text{C}}(\text{H}_2\text{O}) \cdot \frac{\rho_{15^\circ\text{C}}(\text{H}_2\text{O})}{\rho_{28^\circ\text{C}}(\text{H}_2\text{O})} = 100,0 \text{ ml} \cdot \frac{0,9991 \text{ g ml}^{-1}}{0,9962 \text{ g ml}^{-1}} \cong \underline{100,3 \text{ ml}} \quad (2.16)$$

2.3.4 Ablesung von Flüssigkeitsständen

Flüssigkeitsoberflächen sind *nicht* plan, sondern gewölbt, da sich die Flüssigkeiten aufgrund der Anziehungskräfte zwischen Glas und Flüssigkeit an der Gefäßwandung »hochziehen« und einen **Meniskus** bilden. In Glasröhrchen mit geringen Durchmessern (Pipette) ist diese Meniskusbildung besonders ausgeprägt. Für die Praxis stellt sich die Frage, an welcher Stelle der Flüssigkeitsstand abgelesen wird. Dies wird bei der Justierung berücksichtigt und festgelegt, dass der Flüssigkeitsstand immer an der tiefsten Stelle, dem »unteren« Meniskus, abzulesen ist (■Abb. 2.9). Büretten besitzen als Ablesehilfe den sog. **Schellbachstreifen**. Dieser bildet aufgrund der Lichtbrechung an der Grenzfläche zwischen Glas und Flüssigkeit eine Einschnürung, an der die Skalierung abgelesen wird.

Tab. 2.4 Fehlertoleranzen von Volumenmessgeräten.

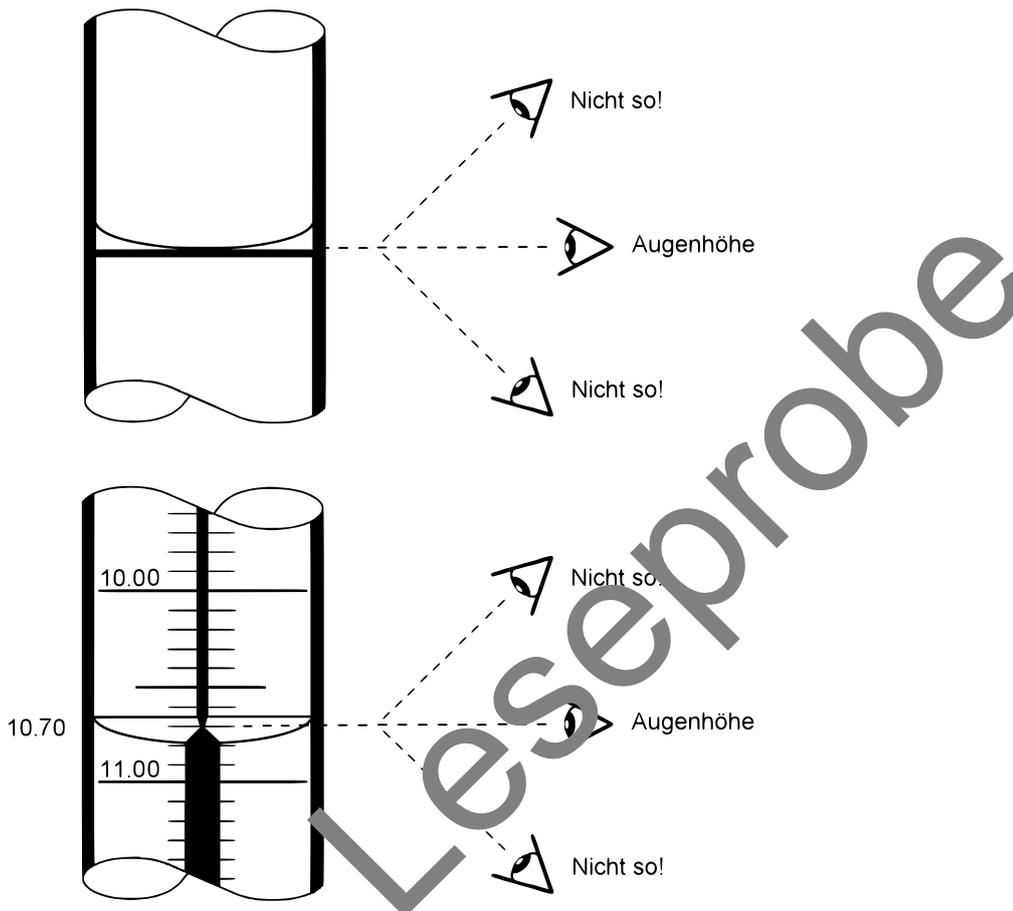
		Klasse A/AS max. Fehler		Klasse B max. Fehler	
Größe	Teilung	[ml]	[%]	[ml]	[%]
Messpipetten nach DIN ISO 835					
1 ml	0,01 ml			±0,008 ml	
2 ml	0,02 ml			±0,015 ml	
5 ml	0,05 ml	±0,03 ml	≥0,6 %	±0,04 ml	≥0,8 %
10 ml	0,1 ml	±0,05 ml	≥0,5 %	±0,08 ml	≥0,8 %
25 ml	0,2 ml	±0,10 ml	≥0,4 %	±0,15 ml	≥0,6 %
Vollpipetten nach DIN ISO 648					
1 ml		±0,007 ml	±0,70 %		
2 ml		±0,010 ml	±0,50 %		
5 ml		±0,015 ml	±0,30 %	±0,025 ml	±0,50 %
10 ml		±0,02 ml	±0,20 %	±0,03 ml	±0,30 %
15 ml	*	±0,03 ml	±0,20 %		
20 ml		±0,03 ml	±0,15 %	±0,04 ml	±0,20 %
25 ml		±0,03 ml	±0,13 %	±0,04 ml	±0,16 %
50 ml		±0,05 ml	±0,10 %	±0,07 ml	±0,14 %
100 ml		±0,08 ml	±0,08 %	±0,11 ml	±0,12 %
Büretten nach DIN ISO 385					
10 ml	0,02 ml	±0,02 ml		±0,030 ml	
25 ml	0,05 ml	±0,03 ml		±0,045 ml	
50 ml	0,1 ml	±0,05 ml		±0,075 ml	
100 ml	0,1 ml *	±0,08 ml			
Größe	Teilung	[ml]	[%]	[ml]	[%]
Messzylinder nach DIN ISO 4788					
10 ml	0,2 ml	±0,1 ml		±0,15 ml	
25 ml	0,5 ml	±0,25 ml		±0,4 ml	
50 ml	1 ml	±0,5 ml		±0,8 ml	
100 ml	1 ml	±0,50 ml		±0,8 ml	
250 ml	2 ml	±1,0 ml		±1,5 ml	
500 ml	5 ml	±2,5 ml		±4,0 ml	
1000 ml	10 ml	±5,0 ml		±15 ml	
Messkolben nach DIN ISO 1042					
10 ml		±0,025 ml	±0,25 %	±0,06 ml	±0,60 %
25 ml		±0,04 ml	±0,16 %	±0,06 ml	±0,24 %
50 ml		±0,06 ml	±0,12 %	±0,09 ml	±0,18 %
100 ml		±0,10 ml	±0,10 %	±0,15 ml	±0,15 %
250 ml		±0,15 ml	±0,06 %	±0,25 ml	±0,10 %
500 ml		±0,25 ml	±0,05 %	±0,4 ml	±0,08 %
1000 ml		±0,4 ml	±0,04 %	±0,6 ml	±0,06 %
2000 ml		±0,6 ml	±0,03 %	±0,9 ml	±0,045 %
5000 ml	*	±1,2 ml	±0,024 %	±1,8 ml	±0,036 %
10000 ml	*	±2,0 ml	±0,020 %		
Pyknometer nach DIN ISO 3507					
10		±0,004 ml	±0,040 %		
25		±0,006 ml	±0,024 %		
50		±0,008 ml	±0,016 %		

*Nicht genormt nach DIN ISO

Die Ablesung muss in allen Fällen auf Augenhöhe erfolgen, da es sonst zu einer scheinbaren Verschiebung des Füllstandes kommt, die aber nur durch den veränderten Blickwinkel hervorgerufen wird (sog. »Parallaxenfehler«). Wird von schräg oben geschaut, erscheint z. B. ein korrekt gefüllter Messkolben *nicht* weit genug gefüllt. Wird von schräg unten geschaut, erscheint derselbe Messkolben zu weit gefüllt. Nur mit dem Blick horizontal zur Ringmarke kann der Füllstand ohne Abbildungsfehler beobachtet werden.

Merke!

Flüssigkeitsstände werden am »unteren« Meniskus auf Augenhöhe abgelesen.



■ Abb. 2.9 Ablesung von Flüssigkeitsständen an Ringmarken und Büretten (unten).

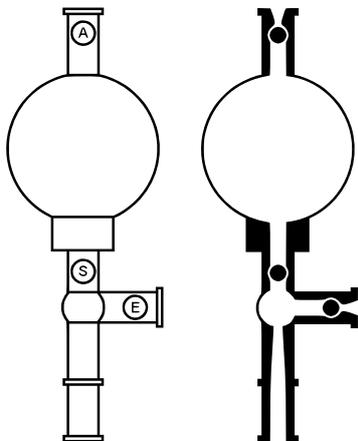
2.3.5 Pipettierhilfen

Pipetten dürfen niemals durch das Ansaugen der Flüssigkeit mit dem Mund gefüllt werden; es besteht die Gefahr, giftige und/oder ätzende Stoffe zu verschlucken! Stattdessen werden Pipettierhilfen verwendet. Die meistgenutzte Pipettierhilfe ist der **Peleusball**.¹⁴ Dieser ist ein aus Gummi gefertigter Ball mit drei daran angebrachten Ventilen, die im Normalzustand geschlossen sind und sich durch Ausübung von Druck mit zwei Fingerspitzen öffnen lassen. Die Bezeichnung der Ventile lautet: (A), (S) und (E). Wird Ventil (A) (»Ausblasen«) betätigt und der Ball gleichzeitig zusammengedrückt, lässt sich in diesem ein Unterdruck erzeugen. Wird der Ball auf das obere Ende einer Pipette gesteckt, kann mit diesem Unterdruck eine

①

¹⁴ Der Peleusball wird im Laborjargon »Pe-le-us-ball« gesprochen. Erfunden wurde er von Friedrich PELS LEUSDEN, müsste also richtigerweise »Pe-leus-ball« gesprochen werden.

Flüssigkeit angesaugt werden, indem Ventil (S) (»Saugen«) betätigt wird. Wird Ventil (E) (»Entleeren«) betätigt, strömt Luft nach und die zuvor angesaugte Flüssigkeit in der Pipette kann auslaufen.



■ **Abb. 2.10** Peleusball als Draufsicht und im Querschnitt (rechts).

Der häufigste Anfängerfehler im Umgang mit dem Peleusball ist das unvermeidliche Einsaugen von Flüssigkeit in den Ball. Im Pipettenkorpus steigt die Flüssigkeit zunächst noch langsam. Bei unverminderter Saugkraft kommt es im verjüngten Teil einer Vollpipette zum sprunghaften Anstieg der Steiggeschwindigkeit. Ein kontaminierter Ball wird am »schlürfenden« Geräusch erkannt und darf *nicht* weiterverwendet werden.

Merke!

Es darf *keine* Flüssigkeit in den Peleusball eingesaugt werden.

2.3.6 Reinigung der Volumennessgeräte

Der meistgenutzte Werkstoff für Laborgeräte ist Glas. Es ist durchsichtig, besitzt eine glatte Oberfläche, hohe chemische Widerstandsfähigkeit, lässt sich bei hohen Temperaturen leicht verformen und in jede gewünschte Form bringen und besitzt anders als Kunststoffe einen geringen Temperaturdehnungskoeffizienten. Die Hauptbestandteile von Glas sind Quarz (Siliciumdioxid), Soda (Natriumcarbonat) und Kalk (Calciumcarbonat). Normales Glas ist allerdings empfindlich gegenüber plötzlichen Temperaturänderungen, bei denen es leicht »springen« bzw. »reißen« kann. **Borosilikatglas** ist ein Spezialglas für Laboranwendungen, das meist 12–13 % Bortrioxid enthält und unempfindlicher gegen Temperatursprünge ist. Die Fertigung vieler Glasgeräte ist heute ein weitgehend automatisierter Prozess und nur Spezialanfertigungen oder die Reparatur teurer Bauteile werden noch bei spezialisierten Laborglasbläsern in Auftrag gegeben.

Jedes Laborpraktikum beginnt und endet mit der Reinigung der Glasgeräte, da sich nur mit sauberen Glasgeräten exakte Analysenergebnisse erzielen lassen. In den meisten Fällen ist die Reinigung mit Leitungswasser und Spülmittel, mit Schwamm und ggf. unter Zuhilfenahme einer Flaschenbürste bereits ausreichend. Die erfolgreiche Reinigung ist bei Pipetten daran erkennbar, dass diese »fettfrei« ablaufen, d. h., beim Auslaufen des Wassers einen gleichmäßigen Flüssigkeitsfilm auf der Glaswandung bilden. Die Tropfenbildung zeigt hingegen an, dass die Pipette *nicht* gesäubert ist. Fette lassen sich durch ein Bad in warmer Sodalösung entfernen. Das Spülen der Geräte mit ca. 2 %-iger Natronlauge als letzter Weg

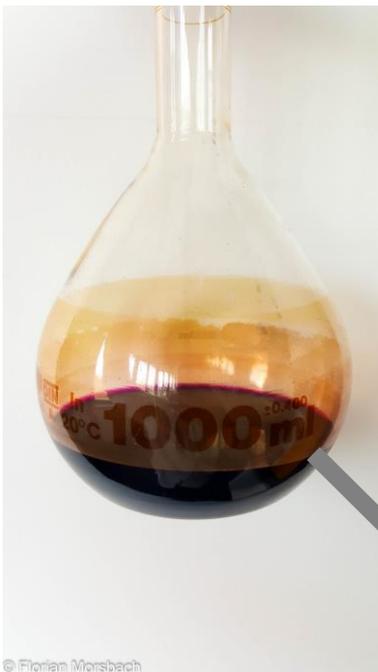
bei hartnäckigen Verunreinigungen darf nur kurzzeitig erfolgen, da die Lauge mit der Zeit zu **Glaskorrosion** führt und das Volumen dauerhaft verändert.¹⁵ Ältere Pipetten, deren Glas bereits angegriffen ist, laufen evtl. überhaupt *nicht* mehr gleichmäßig ab. Inwiefern das abgegebene Volumen noch innerhalb der Fehlertoleranz liegt, ist dann im Einzelfall zu prüfen. Der letzte Schritt ist immer das mehrmalige Nachspülen mit deionisiertem Wasser, um die Entstehung hässlicher Wasserflecken zu vermeiden (Fehlerquelle bei Komplextitrationen). Beschriftungen, die mit wasserunlöslichem Filzschreiber angebracht wurden, lassen sich mit einem in Alkohol getränkten Papiertuch entfernen.

Bestimmte Verunreinigungen erfordern spezielle Reinigungsschritte bzw. -mittel:

Verunreinigung	Reinigungsmittel
• Organische Verunreinigungen	Aceton
• Braunsteinablagerungen	Salzsäure (halbkonz.)
• Silbernitratflecken	SILVOSOL®
• Hartnäckige Verunreinigungen	RBS®-35 oder Extran® (stark alkalisch)

Merke!

Analysenglas darf *nicht* mit stark alkalischen Reinigern in Kontakt kommen.



© Florian Morsbach

■ **Abb. 2.11** Braunsteinablagerungen an einem Messkolben mit Kaliumpermanganatlösung.

Leseprobe

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

V01**Gasbrenner und Glasbearbeitung**

2

01

Eingesetzte Chemikalien:	Konzentration	Piktogramme	Nummern der	
			H-Sätze	P-Sätze
Wasser, deionisiert		---	---	---
Brenngas		 		

Durchführung:

⌚ ca. 45 min



Der Gasbrenner wird mittels dickwandigem Schmelzschlauch mit der Hauptleitung verbunden. Luft- und Gaszufuhr werden geschlossen. Nach der Öffnung des Haupthahnes wird der Gasbrenner gezündet, indem die Gaszufuhr geöffnet und eine Feuerzeugflamme an das ausströmende Brenngas herangeführt wird. Die Luftzufuhr wird nun ebenfalls geöffnet, wobei die Flamme erst »entzündet« wird und dann zu rauschen beginnt. Mittels eines Magnesiastäbchens werden die verschiedenen Zonen der Flamme »abgetastet« und die Temperaturverteilung auf diese Weise sichtbar gemacht (hierbei gilt: je heißer das Stäbchen, desto heller das Glühen); vgl. **Abb. 2.14**).

Ein Reagenzglas wird etwa finger breit mit Wasser gefüllt. Mit einer Holzklammer wird das Glas schräg in die entzündete Flamme gehalten, wobei es ständig zu schütteln ist. Das Wasser kann auf diese Weise verdampft werden. Das Reagenzglas wird nun zur Hälfte mit Wasser gefüllt. Beim weiteren Erhitzen ist es unvermeidbar, dass das Wasser nach kurzer Zeit herausspritzt (sog. »Siedeverzug«). Die Reagenzglasöffnung darf daher *niemals auf Personen* gerichtet werden! Sicherer ist das Erhitzen im Siedewasserbad, ein wasser gefülltes Becherglas, das mittels Gasbrenner auf einem Vierfuß mit Ceranfeld angefacht wird und in das Reagenzgläser hineingestellt werden können.

Ausziehen eines Glasrohres zur Pasteurpipette:

Von einem Glasrohr (\varnothing 6 mm) wird ein
ca. 10 cm langes Stück abgeschnitten. Hierzu wird es zunächst mit einem Glasschneider angeritzt, in ein Geschirrtuch eingewickelt und an der Sollbruchstelle vorsichtig durchgebrochen. Die Bruchstelle wird in der Brennerflamme rund geschmolzen. Nun wird das Rohrstück am unteren Ende bis zur Erweichung erhitzt. Mit einer Tiegelflange wird es an dieser Stelle zusammengedrückt und gleichzeitig gezogen, bis sich der verjüngte Teil in Form einer dünnen Kapillare vom oberen Stück trennt. Die Kapillare wird nach dem Abkühlen auf die gewünschte Länge gekürzt.

Besondere Hinweise:

Mit der Pasteurpipette kann die durchschnittliche Masse eines Wassertropfens ermittelt werden (vgl. V-Frage).

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

Gefahren für Mensch und Umwelt, die von den Substanzen ausgehen:

H-Sätze	Hier den Text der H-Sätze eintragen, oder sinngemäß wiedergeben
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	

Besondere Gefahren bei der Versuchsdurchführung:



Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln/Erste Hilfe:

P-Sätze	Hier den Text der P-Sätze eintragen, oder sinngemäß wiedergeben
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	

Persönliche Schutzausrüstung (Kittel und Schutzbrille, ggf. Schutzhandschuhe) tragen!

Verhalten im Gefahrfall:

Ruhe bewahren ⇒ ALARMPLAN beachten! Unbeteiligte warnen! Verletzten Erste Hilfe leisten!	Feuerwehr alarmieren! Laboraufsicht informieren! Brandgase <i>nicht</i> einatmen!
--	---

Sachgerechte Entsorgung:

	Ausguss	A	B	Cl	Hg-frei	Hg-haltig
	<input type="checkbox"/>					
	<input type="checkbox"/>					
	<input type="checkbox"/>					

Besondere Entsorgungsvorschriften:



Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

Exkurs: Aufbau und Wirkungsweise von Gasbrennern

Gasbrenner werden in Laboratorien zum Erhitzen kleinerer Flüssigkeitsvolumina genutzt, was deutlich schneller als mit Heizplatten funktioniert. Voraussetzung ist dabei, dass die Flüssigkeit *keine* entzündlichen Dämpfe bildet. Gasbrenner sind daher das Mittel der Wahl zum Erhitzen wässriger Lösungen. Als Brenngase werden Erdgas und Propangas verwendet, welche über eine fest installierte Hausleitung (mit gelben Armaturen) zugeführt werden. Den allgemeinen Aufbau von Gasbrennern zeigt **Abb. 2.12**. Damit lassen unterschiedliche Flammentypen erzeugen: Die *leuchtende* Flamme (ca. 700–900 °C) entsteht bei vollständig geschlossener Luftzufuhr. Das Gas verbrennt darin nur unvollständig und die gebildeten Rußpartikel beginnen in der Flamme zu leuchten. Wird nun Luft zugemischt, entsteht eine heißere *rauschende* Flamme, in der zwei Bereiche unterscheidbar sind (vgl. **Abb. 2.13**): Der dunklere Innenkegel ist in seinem Inneren verhältnismäßig kühl (ca. 400 °C). Die über das Mischrohr zugeführte Primärluft reicht zur vollständigen Verbrennung *nicht* aus; das überschüssige Gas des Innenkegels wirkt daher reduzierend. Das restliche Gas verbrennt mit der von außen hinzutretenden Sekundärluft, wobei die heißere Spitze der Flamme am Kegelrand liegt (ca. 1200–1500 °C). Da hier ein Luftüberschuss herrscht, wirkt der hellere Außenkegel oxidierend. Beim *Teclubrenner* ist der Kamin nach unten hin konisch erweitert, um höhere Verbrennungstemperaturen zu erreichen als beim *Bunsenbrenner*.

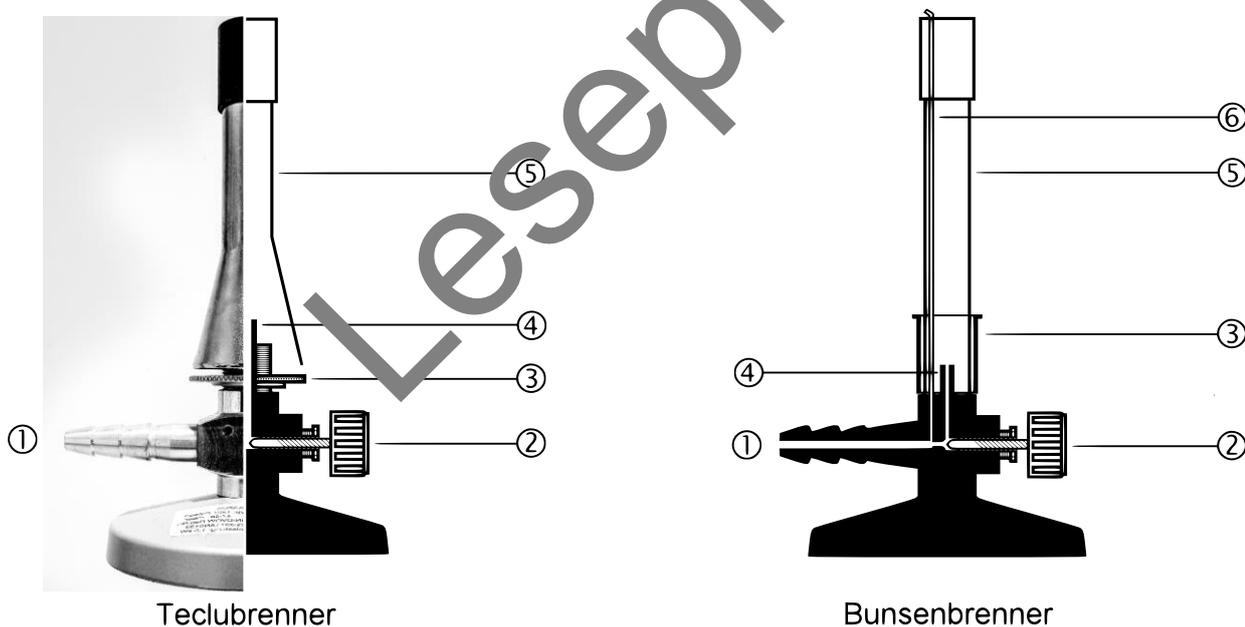


Abb. 2.12 Schnittzeichnungen durch Teclubrenner und Bunsenbrenner.

Bezeichnung der wichtigsten Bauteile:

- ❶ Schlauchanschluss
- ❷ Gasregulierungsschraube
- ❸ Luftregulierungsschraube
- ❹ Gasdüse
- ❺ Mischrohr
- ❻ Leitung für die Sparflamme

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

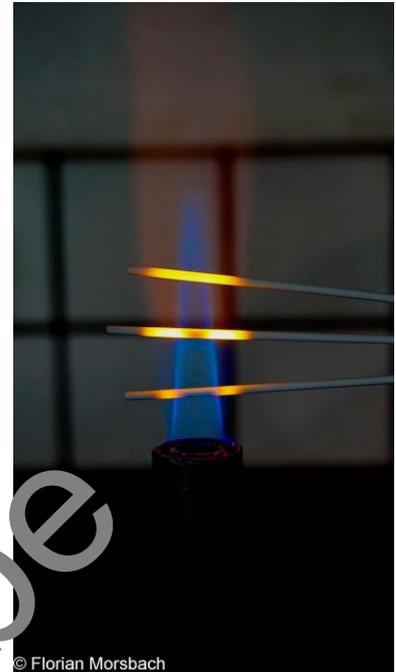
Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.



■ **Abb. 2.13** Leuchtende Flamme.



■ **Abb. 2.14** Rauschende Flamme.



■ **Abb. 2.15** Temperaturverteilung.



■ **Abb. 2.16** Kieselgel mit verschiedenen Feuchteindikatoren, jeweils regeneriert und mit Wasser beladen.

Positionen von links nach rechts:

- ❶ Blaugel, regeneriert
- ❷ Blaugel, beladen
- ❸ Orangegel, regeneriert
- ❹ Orangegel, beladen
- ❺ Blaugel (cobaltfrei), regeneriert
- ❻ Blaugel (cobaltfrei), beladen

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

V02**Wasseraufnahme durch Kieselgel**

Eingesetzte Chemikalien:	✎ Nummern der			
	Konzentration	Piktogramme	H-Sätze	P-Sätze
Kieselgel, mit Feuchteindikator		---	---	---

Durchführung: ¹⁶	⌚ ca. 90 min
<p>3,00 g Die Masse eines Porzellantiegels wird auf einer Analysenwaage ermittelt und Kieselgel eingewogen, das nach 72-stündiger Lagerung an Luft mit Wasser gesättigt ist. Der Tiegel wird außerhalb der Waage befüllt bzw. entleert, falls zu viel eingefüllt wurde. Für die Zwischen- und Endwägung wird er wieder auf dem Wägeteller platziert.</p> <p>130 °C Nach der Einwaage wird der Tiegel mit dem Kieselgel darin in einen auf vorgeheizten Trockenschrank gestellt und 45 min dort belassen. Danach wird der Tiegel mit einer Tiegelflange in einen Exsikkator überführt und dort 10 min über Trockenmittel erkalten gelassen (warum?). Anschließend wird die Gesamtmasse von Tiegel und dem regenerierten Kieselgel auf derselben Analysenwaage ermittelt.</p>	

Gefahren für Mensch und Umwelt, die von den Substanzen ausgehen:

Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln/Erste Hilfe:

Sachgerechte Entsorgung:

Verhalten im Gefahrfall:	
Ruhe bewahren ⇔ ALARMPLAN beachten! Unbeteiligte warnen! Verletzten Erste Hilfe leisten!	Feuerwehr alarmieren! Laboraufsicht informieren! Brandgase <i>nicht</i> einatmen!

①

16 Grundlage des Verfahrens: Kieselgel ist eine amorphe Form von Siliciumdioxid, die stark hygroskopisch (wasseranziehend) ist und in Laboratorien in Form kleiner Perlen als Trockenmittel zur Anwendung kommt. Kieselgel ist für sich genommen farblos, meistens werden jedoch Feuchtigkeitsindikatoren zugesetzt: Bei sog. »Blaugel« verursacht CoCl_2 (blau) bei Wasseraufnahme einen Farbumschlag durch die Bildung von $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (rosa) (vgl. **Abb. 2.16**); bei sog. »Orangegel« verursachen Eisensalze einen Farbumschlag von orange nach farblos. Bei Temperaturen über 100 °C kann das Kieselgel regeneriert und beliebig oft wiederverwendet werden.

Lit. Moreton, S., *Mat. Res. Innovat.* **2002**, 5, 226–229.

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

Fotostory: Feststoffeinwaage auf der Analysenwaage



© Florian Morsbach

- Die horizontale Ausrichtung der Waage wird über die Rundwasserwaage (sog. »Libelle«) kontrolliert und ggf. über die angebrachten Stellschrauben an den Auflagepunkten der Waage nachgestellt
- Um richtige Wägeregebnisse sicherzustellen, sollte die Waage *täglich* kalibriert werden, wie im nächsten Schritt beschrieben

■ Abb. 2.17



© Florian Morsbach

- Bei Waagen mit interner Kalibriermasse kann die Kalibrier-/Justierfunktion per Knopfdruck ausgelöst werden
- Bei Waagen ohne diese Funktion wird eine externe Kalibriermasse aufgelegt und die Übereinstimmung geprüft. Werden zu große Abweichungen festgestellt, muss die Waage gemäß Anleitung justiert werden

■ Abb. 2.18



© Florian Morsbach

- Durch Betätigung der »Tara-Taste« wird die Anzeige auf »Null« gestellt
- Ein Gefäß wird auf dem Wägeteller platziert
- Das Gefäß soll *nicht* größer als nötig gewählt werden, um instabile Werte aufgrund von Luftströmungen zu vermeiden und um den Wägebereich *nicht* zu überschreiten, der bei den meisten Modellen 200–300 g beträgt

■ Abb. 2.19



© Florian Morsbach

- Die seitlichen Türen werden geschlossen, um das Gefäß zu »tarieren«, d. h. die Leermasse zu ermitteln, bevor etwas eingewogen wird
- ACHTUNG! Die Waage wird grundsätzlich bei *geschlossenem* Windschutz abgelesen

■ Abb. 2.20



© Florian Morsbach

- Die Leermasse des Gefäßes wird abgelesen, sobald sich die Anzeige stabilisiert hat
- Durch erneute Betätigung der »Tara-Taste« wird die Anzeige auf »Null« gestellt
- Die Waage und das Gefäß sind nun bereit für die Feststoffeinwaage

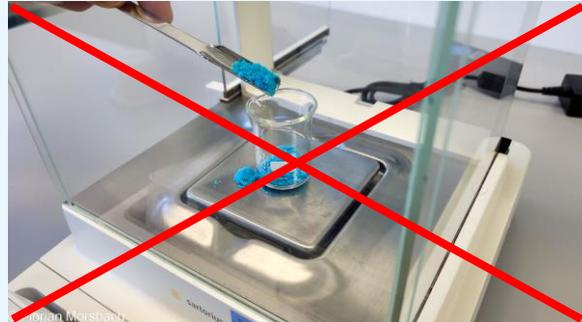
■ Abb. 2.21

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

- Wägegefäße werden generell *nicht* auf dem Wägeteller der Analysenwaage befüllt bzw. entleert, da Pulver bzw. Tropfen ins Innere der Waage gelangen und diese verschmutzen oder beschädigen können

Abb. 2.22



- Das Gefäß wird vom Wägeteller genommen und außerhalb der Waage befüllt

Abb. 2.23



- Für die Zwischenwägungen wird das Gefäß zurück auf den Wägeteller gestellt
- Falls zu viel eingefüllt wurde, wird das Gefäß ebenfalls außerhalb der Waage entleert

Abb. 2.24



- Die Ermittlung der benötigten Masse erfolgt wiederum bei geschlossenen Türen
- Das Wäegergebnis wird abgelesen, sobald sich die Anzeige stabilisiert hat
- ACHTUNG! Elektrostatische Aufladung von Wägegut/-gefäß können schwankende oder »laufende« Werte verursachen, ebenso wie die Verdunstung von Feuchtigkeitsresten

Abb. 2.25



- Falls an irgendeiner Stelle doch Pulverreste auf den Wägeteller gelangt sind, wird dieser mit dem beiliegenden Pinsel gereinigt

Abb. 2.26



Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

Protokoll:– **Durchführung und Feststellung der erforderlichen Rohdaten:**

A. Bestimmung der Einwaage an beladenem Kieselgel:

 $m(\text{Porzellantiegel}) : \dots\dots\dots \text{g}$
 $m(\text{Kieselgel, beladen}) : \dots\dots\dots \text{g}$

B. Bestimmung der Auswaage an regeneriertem Kieselgel:

 $m(\text{Porzellantiegel + Kieselgel, regeneriert}) : \dots\dots\dots \text{g}$
 $m(\text{Porzellantiegel}) : \dots\dots\dots \text{g}$
 $m(\text{Kieselgel, regeneriert}) : \dots\dots\dots \text{g}$
– **Berechnung der Wasseraufnahme** in g Wasser pro g Kieselgel, auf zwei Nachkommastellen:
 $m(\text{Kieselgel, beladen}) : \dots\dots\dots \text{g}$
 $m(\text{Kieselgel, regeneriert}) : \dots\dots\dots \text{g}$
 $m(\text{Wasser}) = \dots\dots\dots \text{g}$
 $m(\text{Wasser}) : \dots\dots\dots \text{g}$
 $m(\text{Kieselgel, regeneriert}) : \dots\dots\dots \text{g}$
 $\div \dots\dots\dots$
 $\text{Wasseraufnahme} = \dots\dots\dots \text{g/g Kieselgel}$

Note für das Ergebnis: Pkte./100

Note für das Protokoll: Pkte./100

Gesamtnote: Pkte./100

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

V03

a) Dichtebestimmung eines Lösemittels im Pyknometer

Eingesetzte Chemikalien:	Konzentration	Piktogramme	Nummern der	
			H-Sätze	P-Sätze
Wasser, deionisiert		---	---	---
Ethanol				

Durchführung:¹⁷

⌚ ca. 30 min



Für das erhaltene Lösemittel (Ethanol oder ein anderes, z. B. Aceton) wird zunächst die BA ausgefüllt, d. h. die GHS-Piktogramme, sowie die H- und P-Sätze werden aus einem Sicherheitsdatenblatt herausgesucht und auf der BA dokumentiert.

Ausführung der Bestimmung:

Die Leermasse eines *trockenen* Pyknometers wird mitsamt dem Kapillarstopfen auf einer Analysenwaage ermittelt. Der Stopfen darf jetzt *nicht* mehr gegen einen anderen ausgetauscht werden! Das Pyknometer wird bis zum Schliff mit Wasser gefüllt und der Stopfen eingesetzt. Hierbei muss Wasser aus der Kapillare austreten und diese füllen. Das luftblasenfrei gefüllte Pyknometer wird mit einem Papiertuch von außen sorgfältig abgetrocknet und die Masse erneut ermittelt. Das Pyknometer wird nun mit dem zu untersuchenden Lösemittel ausgespült, um Wasserreste zu entfernen, dann wie oben beschrieben mit dem Lösemittel gefüllt und die Gesamtmasse ermittelt.

Besondere Hinweise:

Das Ethanol kann zum Spülen von Glasgeräten wiederverwendet werden (Entfernung von Edding).

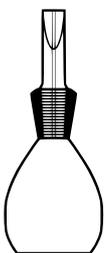


Abb. 2.27 Pyknometer in der Bauform nach GAY-LUSSAC.

①

17 Grundlage des Verfahrens: Das Pyknometer ist ein kleiner Kolben, der sich mit einem durchbohrten Schliffstopfen so verschließbar ist, dass er sich immer mit demselben Flüssigkeitsvolumen befüllen lässt. Mit dem Pyknometer lässt sich durch Wägung dieses Flüssigkeitsvolumens die Dichte der eingefüllten Flüssigkeit berechnen, wenn das Volumen des Pyknometers bekannt ist. Das Nennvolumen des Pyknometers ist nur eine ungefähre Angabe. Zur genauen Bestimmung wird Wasser benutzt und zur Berechnung die Dichte von Wasser bei 20 °C eingesetzt, *nicht* bei der tatsächlichen Temperatur. Wird die Lösemittelmasse unter gleichen Bedingungen ermittelt, kürzt sich dieser Fehler bei der Berechnung mit dem »falschen« Pyknometervolumen heraus und man erhält die Lösemitteldichte bei 20 °C. Die Ausdehnungskoeffizienten beider Flüssigkeiten müssen allerdings gleich sein. Bei Temperaturen, die *nicht* stark von 20 °C abweichen, ist diese Bedingung in guter Näherung erfüllt.

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

Gefahren für Mensch und Umwelt, die von den Substanzen ausgehen:

H-Sätze	Hier den Text der H-Sätze eintragen, oder sinngemäß wiedergeben
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	

Besondere Gefahren bei der Versuchsdurchführung:



Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln/Erste Hilfe:

P-Sätze	Hier den Text der P-Sätze eintragen, oder sinngemäß wiedergeben
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	

Persönliche Schutzausrüstung (Kittel und Schutzbrille, ggf. Schutzhandschuhe) tragen!

Verhalten im Gefahrfall:

Ruhe bewahren ⇒ ALARMPLAN beachten! Unbeteiligte warnen! Verletzten Erste Hilfe leisten!	Feuerwehr alarmieren! Laboraufsicht informieren! Brandgase <i>nicht</i> einatmen!
--	---

Sachgerechte Entsorgung:

	Ausguss	A	B	Cl	Hg-frei	Hg-haltig
	<input type="checkbox"/>					
	<input type="checkbox"/>					
	<input type="checkbox"/>					

Besondere Entsorgungsvorschriften:



Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

Protokoll:

– **Bestimmung des Pyknometervolumens:**

A. Ausführung der notwendigen Wägungen:

$m(\text{Pyknometer} + \text{Wasser})$: g

$m(\text{Pyknometer})$: g

$m(\text{Wasser})$ = g

Dichte des Wassers bei 20 °C: : 0,9982 g/ml

B. Berechnung des Pyknometervolumens: : ml

– **Bestimmung der Dichte eines Lösemittels, auf vier Nachkommastellen:**

C. Ausführung der notwendigen Wägungen:

$m(\text{Pyknometer} + \text{Lösemittel})$: g

$m(\text{Pyknometer})$: g

$m(\text{Lösemittel})$ = g

D. Berechnung der Lösemitteldichte: : g/ml

Zur Berechnung benötigte Formel(n):

$$\rho(\text{H}_2\text{O}) = \frac{m(\text{H}_2\text{O})}{V(\text{Pyk.})}; \rho(\text{Lsm.}) = \frac{m(\text{Lsm.})}{V(\text{Pyk.})}$$

Leseprobe

Ergebnis: g/ml

↓ Ab hier vom Lehrpersonal auszufüllen! ↓

Sollwert: g/ml

Abweichung (rel.): %

Note für das Ergebnis: Pkte./100

Note für das Protokoll: Pkte./100

Gesamtnote: Pkte./100

BPM Die statistische Auswertung von bisher 99 Messwerten ergab:

Mittlere Abweichung in %	: ±0,00 %	V = ±0,05
Standardabweichung	: 0,14	S = 0,15

CTA Die statistische Auswertung von bisher 438 Messwerten ergab:

Mittlere Abweichung in %	: -0,06 %	V = ±0,05
Standardabweichung	: 0,27	S = 0,375

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

V03

b) Dichtebestimmung eines Feststoffes im Pyknometer

Eingesetzte Chemikalien:	Nummern der			
	Konzentration	Piktogramme	H-Sätze	P-Sätze
Wasser, deionisiert		---	---	---
Feststoffprobe		---	---	---

Durchführung: ¹⁸	⌚ ca. 30 min
<p>Ein 25-ml-Pyknometer wird auf einer Analysenwaage auf »Null« tariert und so viel des zu untersuchenden Feststoffes eingewogen, dass es zu etwa einem Fünftel gefüllt ist. Bei dieser Vorgehensweise haben eventuelle Feuchtigkeitsreste <i>keinen</i> Einfluss auf die ermittelte Feststoffeinwaage. Das Pyknometer wird zur Hälfte mit Wasser gefüllt und die Luftblasen durch Schwenken bestmöglich verdrängt. Danach wird das Pyknometer <i>ohne</i> Stopfen in einem Exsikkator 5 min evakuiert (vgl. Abb. 2.28), um die verbliebene Luft zu entfernen. Nach dem Belüften werden sichtbare Luftblasen nochmals verdrängt, dann mit Wasser aufgefüllt und die Gesamtmasse ermittelt.</p>	

Besondere Hinweise:
Das Pyknometervolumen wird aus 03 übernommen, oder wie dort beschrieben ermittelt.

Gefahren für Mensch und Umwelt, die von den Substanzen ausgehen:

Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln/Erste Hilfe:

Sachgerechte Entsorgung:
Die Feststoffproben werden aufgefangen, im Trockenschrank getrocknet und wiederverwendet.

Verhalten im Gefahrfall:	
Ruhe bewahren ⇒ ALARMPLAN beachten! Unbeteiligte warnen! Verletzten Erste Hilfe leisten!	Feuerwehr alarmieren! Laboraufsicht informieren! Brandgase <i>nicht</i> einatmen!

①

18 Grundlage des Verfahrens: Der zu untersuchende Feststoff wird in ein Pyknometer eingewogen und anschließend mit einer Flüssigkeit bekannter Dichte aufgefüllt, in der sich der Feststoff *nicht* löst. Durch erneute Wägung lässt sich bei bekanntem Pyknometervolumen das Volumen und damit auch die Dichte des eingewogenen Feststoffes berechnen. Als Probe werden wasserunlösliche Feststoffe ausgegeben, sodass Wasser zum Auffüllen geeignet ist. Bei wasserlöslichen Proben eignet sich zum Auffüllen Xylol, *nicht* aber Ethanol (auch nicht wasserfrei), in dem viele Salze zumindest teilweise löslich sind.

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

Protokoll:

– **Bestimmung der Dichte eines Feststoffes**, auf drei Nachkommastellen:

A. Ausführung der notwendigen Wägungen:

$m(\text{Feststoff})$: g
 $m(\text{Pyknometer})$: g [siehe V03 a)
 +
 $m(\text{Pyknometer} + \text{Feststoff})$ = g
 $m(\text{Pyknometer} + \text{Feststoff} + \text{Wasser})$: g
 $m(\text{Pyknometer} + \text{Feststoff})$: g
 –
 $m(\text{Wasser, aufgefüllt})$: g

 Dichte des Wassers bei 20 °C: : 0,9982 g/ml

B. Berechnung des Wasservolumens: : ml
 C. Pyknometervolumen: : ml [siehe V03 a)
 D. Berechnung der Feststoffdichte: : g/cm³

Zur Berechnung benötigte Formel(n):

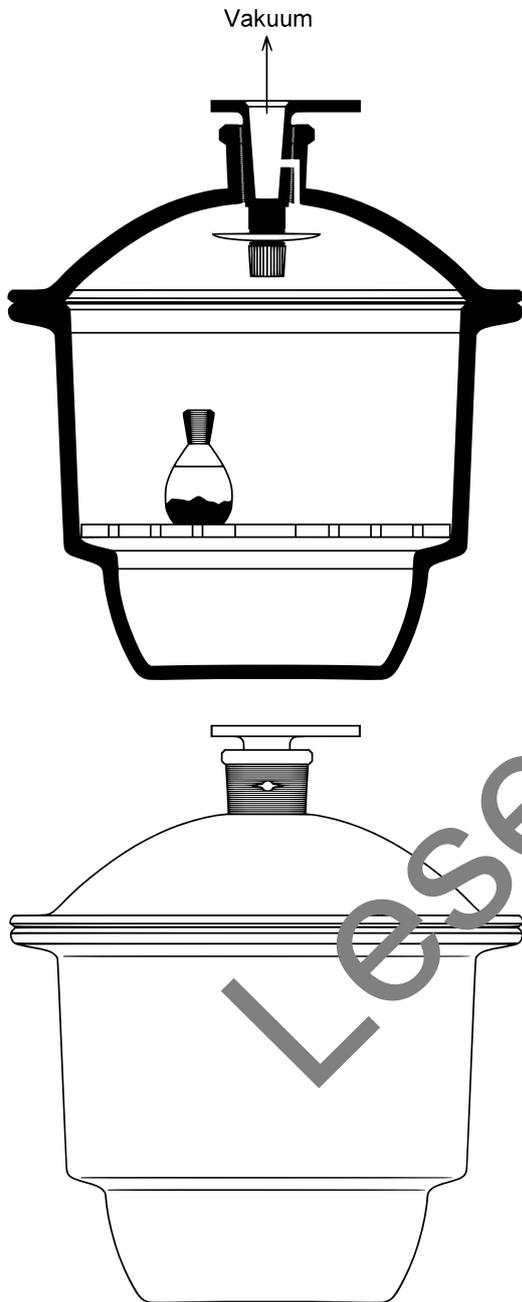
$$\rho(x) = \frac{m(x)}{V(x)} = \frac{m(\text{Pyk.}) - m(\text{H}_2\text{O})}{V(\text{Pyk.}) - V(\text{H}_2\text{O})}$$

Leseprobe

<p>BPM Die statistische Auswertung von bisher 82 Messwerten ergab: Mittlere Abweichung in g/cm³ : -0,05 g/cm³ V = ±0,04 Standardabweichung : 0,12 S = 0,15</p> <p>CTA Die statistische Auswertung von bisher 0 Messwerten ergab: Mittlere Abweichung in g/cm³ : -, - g/cm³ V = ±0,04 Standardabweichung : -, - S = 0,375</p>	Ergebnis: g/cm ³ ↓ Ab hier vom Lehrpersonal auszufüllen! ↓
	Sollwert: g/cm ³
	Differenz (abs.): g/cm ³
	Note für das Ergebnis: Pkte./100
	Note für das Protokoll: Pkte./100
	Gesamtnote: Pkte./100

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

Versuchsaufbau

■ **Abb. 2.28** Exsikkator zur Entlüftung des eingefüllten Feststoffes im Querschnitt und als Draufsicht (unten).

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

V04**Bestimmung des Salzgehaltes von Meerwasser**

Eingesetzte Chemikalien:	✎ Nummern der			
	Konzentration	Piktogramme	H-Sätze	P-Sätze
Meerwasser		---	---	---

Durchführung:¹⁹

🕒 ca. 2 h

Eine Porzellanschale (\varnothing 125 mm) wird mit einem Filzstreifen mit dem eigenen Namen beschriftet und die Masse der Schale auf $\pm 0,01$ g genau ermittelt, bevor sie unter einem Filtriergestell platziert wird. Ein Trichter (\varnothing 70 mm) wird ins Filtriergestell gehängt und mit einem Faltenfilter versehen. Der Trichterstiel soll sich knapp über dem Boden der Schale befinden, um Spritzer beim Filterieren zu vermeiden.

Von der erhaltenen Meerwasserprobe werden
 50 ml in einem Messzylinder abgemessen und durch das Faltenfilter in die Schale gegossen.
 Die Masse der gefüllten Schale wird ermittelt und diese dann in einen auf
 150 °C vorgeheizten Trockenschrank gestellt. Bei Trockenschränken mit aktiver Umluft dauert es ca. 1 h, bis das Wasser vollständig verdunstet ist; ohne braucht es länger. Die Schale wird aus dem Trockenschrank genommen und auf dem Labortisch abkühlen gelassen, bevor die Masse der Schale mit dem Salzurückstand ermittelt wird.

Gefahren für Mensch und Umwelt, die von den Substanzen ausgehen:

Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln/Erste Hilfe:

Sachgerechte Entsorgung:

Der Salzurückstand lässt sich unter fließendem Wasser leicht wieder entfernen.

Verhalten im Gefahrfall:

Ruhe bewahren \Rightarrow ALARMPLAN beachten!
 Unbeteiligte warnen!
 Verletzten Erste Hilfe leisten!

Feuerwehr alarmieren!
 Laboraufsicht informieren!
 Brandgase *nicht* einatmen!

①

19 Grundlage des Verfahrens: Meerwasser enthält gelöstes Salz hauptsächlich in Form von Natriumchlorid. Der Salzgehalt unterscheidet sich teilweise erheblich je nachdem, von welchem Ort auf der Welt die Salzwasserprobe stammt. Durch die Verdampfung des Wassers kann der Salzgehalt bestimmt werden. Da es beim Verdampfen mit dem Gasbrenner unvermeidlich zu Spritzverlusten von ca. 0,5 g Salz/100 g Probe kommt, wird der Trockenschrank als Wärmequelle gewählt, um die Genauigkeit der Bestimmung zu verbessern.

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

Protokoll:– **Durchführung und Feststellung der erforderlichen Rohdaten:**

A. Bestimmung der Einwaage an Meerwasser:

 $m(\text{Porzellanschale} + \text{Meerwasser})$: g

 $m(\text{Porzellanschale})$: g

 $m(\text{Meerwasser})$ = g

B. Bestimmung der Auswaage an Salz:

 $m(\text{Porzellanschale} + \text{Salz})$: g

 $m(\text{Porzellanschale})$: g

 $m(\text{Salz})$ = g
– **Berechnung des Salzgehaltes in %, auf zwei Nachkommastellen:**
 $m(\text{Salz})$: g

 $m(\text{Meerwasser})$: g

 \div

 $\omega(\text{Salz})$ = = %

<p>BPM Die statistische Auswertung von bisher 22 Messwerten ergab: Mittlere Abweichung in % abs. : -0,03 % abs. $V = \pm 0,05$ Standardabweichung : 0,11 $S = 0,15$</p> <p>CTA Die statistische Auswertung von bisher 7 Messwerten ergab: Mittlere Abweichung in % abs. : +0,01 % abs. $V = \pm 0,05$ Standardabweichung : 0,13 $S = 0,15$</p>	Ergebnis: %
	↓ Ab hier vom Lehrpersonal auszufüllen! ↓
	Sollwert: ²⁰ %
	Differenz (abs.): %
	Note für das Ergebnis: Pkte./100
	Note für das Protokoll: Pkte./100
Gesamtnote: Pkte./100	



20 Die Sollwertbestimmung erfolgt durch das Lehrpersonal anhand der Dichte der Meerwasserprobe. Das darin enthaltene Salz besteht größtenteils aus NaCl, sodass die Annahme als Kochsalzlösung zur Bestimmung des Salzgehaltes anhand der Dichte auf $\pm 0,1$ % genau geeignet ist. Die tabellierten Dichtewerte wässriger Kochsalzlösungen finden sich im Anhang. Der Brechungsindex n_D^{20} ist zur Kontrolle *weniger* gut geeignet, ein n_D^{20} -Fehler von $\pm 0,0005$ entspricht ca. $\pm 0,26$ % NaCl, ein ρ_{20} -Fehler von $\pm 0,0005$ g/ml nur ca. $\pm 0,07$ % NaCl.

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

V05

Herstellen einer Kochsalzlösung mit festgelegtem Massenanteil und Kontrolle des Massenanteils durch Bestimmung der Dichte

Der Massenanteil der herzustellenden Kochsalzlösung beträgt $\omega(\text{NaCl}) = \dots\dots\dots$ %.

Eingesetzte Chemikalien:	Nummern der			
	Konzentration	Piktogramme	H-Sätze	P-Sätze
Wasser, deionisiert		---	---	---
Natriumchlorid	p. a.	---	---	---

Durchführung:	🕒 ca. 45 min
<p>Herstellung der Kochsalzlösung: Nach der Festlegung des individuellen Massenanteils $\omega(\text{NaCl})$ durch das Lehrpersonal werden die erforderlichen Massen an NaCl und Wasser zur Herstellung von 165,0 g der Kochsalzlösung berechnet. Beide Einwaagen werden auf einer Präzisionswaage in einen 300-ml-Erlenmeyerkolben mit Schliff NS 29/32 vorgenommen und das Salz durch Umschwenken des Kolbens im Wasser gelöst. [Der Massenanteil $\omega(\text{NaCl})$ soll zwischen 7,0 % und 14,0 % liegen.]</p> <p>Kontrolle der Dichte der hergestellten Lösung: Die Dichte dieser hergestellten Natriumchloridlösung ist in bekannter Weise mit dem Pychnometer zu bestimmen. Die Kontrolle des Massenanteils (und der Dichte) erfolgen durch das Lehrpersonal z. B. mittels Biegeschwinger.</p>	

Gefahren für Mensch und Umwelt, die von den Substanzen ausgehen:

Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln/Erste Hilfe:

Sachgerechte Entsorgung:
Die Lösungen werden im verschlossenen Erlenmeyerkolben für den nächsten Versuch aufbewahrt.

Verhalten im Gefahrenfall:	
Ruhe bewahren \Rightarrow ALARMPLAN beachten! Unbeteiligte warnen! Verletzten Erste Hilfe leisten!	Feuerwehr alarmieren! Laboraufsicht informieren! Brandgase <i>nicht</i> einatmen!

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

V06

**a) Verdünnen einer Kochsalzlösung
mit $\omega_m(\text{NaCl}) = \dots\dots\dots\%$ und Kontrolle des Massenanteils**

aus einer Ausgangslösung mit dem Massenanteil $\omega_1(\text{NaCl}) = \dots\dots\dots\%$ durch Verdünnen mit Wasser.

Eingesetzte Chemikalien:	Nummern der			
	Konzentration	Piktogramme	H-Sätze	P-Sätze
Wasser, deionisiert		---	---	---

Durchführung:	ca. 45 min
<p>Verdünnen der Kochsalzlösung: Zunächst werden die Massen an Ausgangslösung und Wasser zur Herstellung von 55,0 g der verdünnten Lösung berechnet. Beide Einwaagen werden auf einer Präzisionswaage in ein 100-ml-Becherglas vorgenommen. [Der Massenanteil $\omega_m(\text{NaCl})$ der verdünnten Lösung soll 2,0 % <i>weniger</i> betragen als in der Ausgangslösung.]</p> <p>Kontrolle der Dichte der (weiten) hergestellten Lösung: Die Dichte dieser hergestellten Natriumchloridlösung ist in bekannter Weise mit dem Pyknometer zu bestimmen. Der Rest der Lösung wird dem Lehrpersonal zur Kontrolle des Massenanteils (und der Dichte) übergeben.</p>	

Gefahren für Mensch und Umwelt, die von den Substanzen ausgehen:

Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln/Erste Hilfe:

Sachgerechte Entsorgung:

Verhalten im Gefahrfall:	
Ruhe bewahren \Rightarrow ALARMPLAN beachten! Unbeteiligte warnen! Verletzten Erste Hilfe leisten!	Feuerwehr alarmieren! Laboraufsicht informieren! Brandgase <i>nicht</i> einatmen!

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

V06

b) Verstärken einer Kochsalzlösung mit $\omega_m(\text{NaCl}) = \dots\dots\dots\%$ und Kontrolle des Massenanteils

aus einer Ausgangslösung mit dem Massenanteil $\omega_1(\text{NaCl}) = \dots\dots\dots\%$ durch Zuwaage von NaCl.

Eingesetzte Chemikalien:	Nummern der			
	Konzentration	Piktogramme	H-Sätze	P-Sätze
Natriumchlorid	p. a.	---	---	---

Durchführung:	ca. 45 min
<p>Verstärken der Kochsalzlösung: Zunächst werden die Massen an Ausgangslösung und NaCl zur Herstellung von 55,0 g der verstärkten Lösung berechnet. Beide Einwaagen werden auf einer Präzisionswaage in ein 100-ml-Becherglas vorgenommen. [Der Massenanteil $\omega_m(\text{NaCl})$ in der verstärkten Lösung soll 2,0 % <i>mehr</i> betragen als in der Ausgangslösung.]</p> <p>Kontrolle der Dichte der (weiten) hergestellten Lösung: Die Dichte dieser hergestellten Natriumchloridlösung ist in bekannter Weise mit dem Pyknometer zu bestimmen. Der Rest der Lösung wird dem Lehrpersonal zur Kontrolle des Massenanteils (und der Dichte) übergeben.</p>	

Gefahren für Mensch und Umwelt, die von den Substanzen ausgehen:

Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln/Erste Hilfe:

Sachgerechte Entsorgung:

Verhalten im Gefahrenfall:	
Ruhe bewahren \Rightarrow ALARMPLAN beachten! Unbeteiligte warnen! Verletzten Erste Hilfe leisten!	Feuerwehr alarmieren! Laboraufsicht informieren! Brandgase <i>nicht</i> einatmen!

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

V07

a) Bestimmung der Lösungswärme eines Salzes

Eingesetzte Chemikalien:	Konzentration	Piktogramme	Nummern der	
			H-Sätze	P-Sätze
Wasser, deionisiert		---	---	---
Kaliumnitrat	p. a.			

Durchführung: ²¹	ca. 1 h
 <p>Ein 250-ml-Becherglas wird durch einen Styroporkork gegen Wärmeverluste isoliert. Das Glas selbst nimmt bei Erwärmung oder Abkühlung aber ebenfalls etwas Wärme auf bzw. gibt Wärme ab. Diese sog. »Gefäßkonstante« (C) wird mit Kaliumnitrat ermittelt. Hierzu werden ins 250-ml-Becherglas 200,0 g Wasser (m_w) von RT eingewogen, das Glas mit einem Magnetrührstäbchen und einem Thermometer mit 1/10-°C-Teilung ausgestattet und auf eine Magnetrührplatte gestellt. Auf einer Präzisionswaage werden 6,0 g Kaliumnitrat (m_s) auf $\pm 0,1$ genau abgewogen, d. h. die genaue Einwaage wird notiert. Die Temperatur (T_1) des Wassers wird kurz vor der Zugabe auf $\pm 0,1$ °C genau gemessen und das Salz unter Rühren zugegeben. Der Abkühlungsvorgang wird beobachtet und die tiefste erreichte Temperatur (T_2) zur Auswertung herangezogen. Durch Umformung der Formel im Protokollvordruck wird C ermittelt. Die Messung wird mit neuem Wasser und dem zu untersuchenden Salz wiederholt, wobei die Einwaage entsprechend der Angabe im Protokollvordruck gewählt wird. Mit dem ermittelten Wert für C kann L für das Salz berechnet werden.</p>	

Besondere Hinweise:
Thermometer mit 1/10-°C-Teilung kosten ca. 70 €/Stück und sind entsprechend liebevoll zu behandeln.

①

21 Grundlage des Verfahrens: Beim Lösen eines Salzes in Wasser muss dessen Kristallgitter abgebaut werden, wofür die »Gitterenergie« aufgebracht werden muss, d. h. es wird Wärme verbraucht. Gleichzeitig wird durch die Anlagerung von Wassermolekülen an die Ionen aber auch die »Hydratisierungsenergie« frei, d. h. es wird Wärme freigesetzt. Abhängig davon, welcher der entgegengesetzten Energiebeiträge größer ist, kühlt sich die Lösung ab, oder sie erwärmt sich. Die Summe dieser beiden Energiebeiträge wird als »Lösungswärme« L bezeichnet und kann durch Temperaturmessung ermittelt werden.

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

Gefahren für Mensch und Umwelt, die von den Substanzen ausgehen:

H-Sätze	Hier den Text der H-Sätze eintragen, oder sinngemäß wiedergeben
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	
H	

Besondere Gefahren bei der Versuchsdurchführung:



Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln/Erste Hilfe:

P-Sätze	Hier den Text der P-Sätze eintragen, oder sinngemäß wiedergeben
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	
P	

Persönliche Schutzausrüstung (Kittel und Schutzbrille, ggf. Schutzhandschuhe) tragen!

Verhalten im Gefahrfall:

Ruhe bewahren ⇒ ALARMPLAN beachten! Unbeteiligte warnen! Verletzten Erste Hilfe leisten!	Feuerwehr alarmieren! Laboraufsicht informieren! Brandgase <i>nicht</i> einatmen!
--	---

Sachgerechte Entsorgung:

	Ausguss	A	B	Cl	Hg-frei	Hg-haltig
	<input type="checkbox"/>					
	<input type="checkbox"/>					
	<input type="checkbox"/>					

Besondere Entsorgungsvorschriften:



Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

Protokoll:

– **Bestimmung der Gefäßkonstante C des Kalorimeters:**

m_w : 200,0 g

m_s : g

T_1 : °C

T_2 : °C

Ergebnis:

$L(\text{KNO}_3)$: 340 J/g

C : J/K

c_w : 4,19 J·(g·K)⁻¹ (spezifische Wärmekapazität des Wassers)

– **Bestimmung der Lösungswärme L eines Salzes, auf eine Nachkommastelle:**

m_w : 200,0 g

m_s : g

T_1 : °C

T_2 : °C

Ergebnis:

L : J/g

Nr.	Salz	Formel	Einwaage
1	Ammoniumchlorid	NH ₄ Cl	ca. 6 g
2	Ammoniumnitrat	NH ₄ NO ₃	ca. 6 g
3	Kaliumbromid	KBr	ca. 10 g
4	Kaliumchlorid	KCl	ca. 7 g
5	Kaliumiodid	KI	ca. 14 g
6	Natriumacetat-trihydrat	Na(O ₂ CCH ₃)·3H ₂ O	ca. 12 g
7	Natriumnitrat	NaNO ₃	ca. 7 g

Zur Berechnung benötigte Formel(n):

$$L = \frac{(m_w \cdot c_w + C) \cdot (T_1 - T_2)}{m_s}$$

Ergebnis: J/g

↓ Ab hier vom Lehrpersonal auszufüllen! ↓

Sollwert: J/g

Abweichung (rel.): %

Note für das Ergebnis: Pkte./100

Note für das Protokoll: Pkte./100

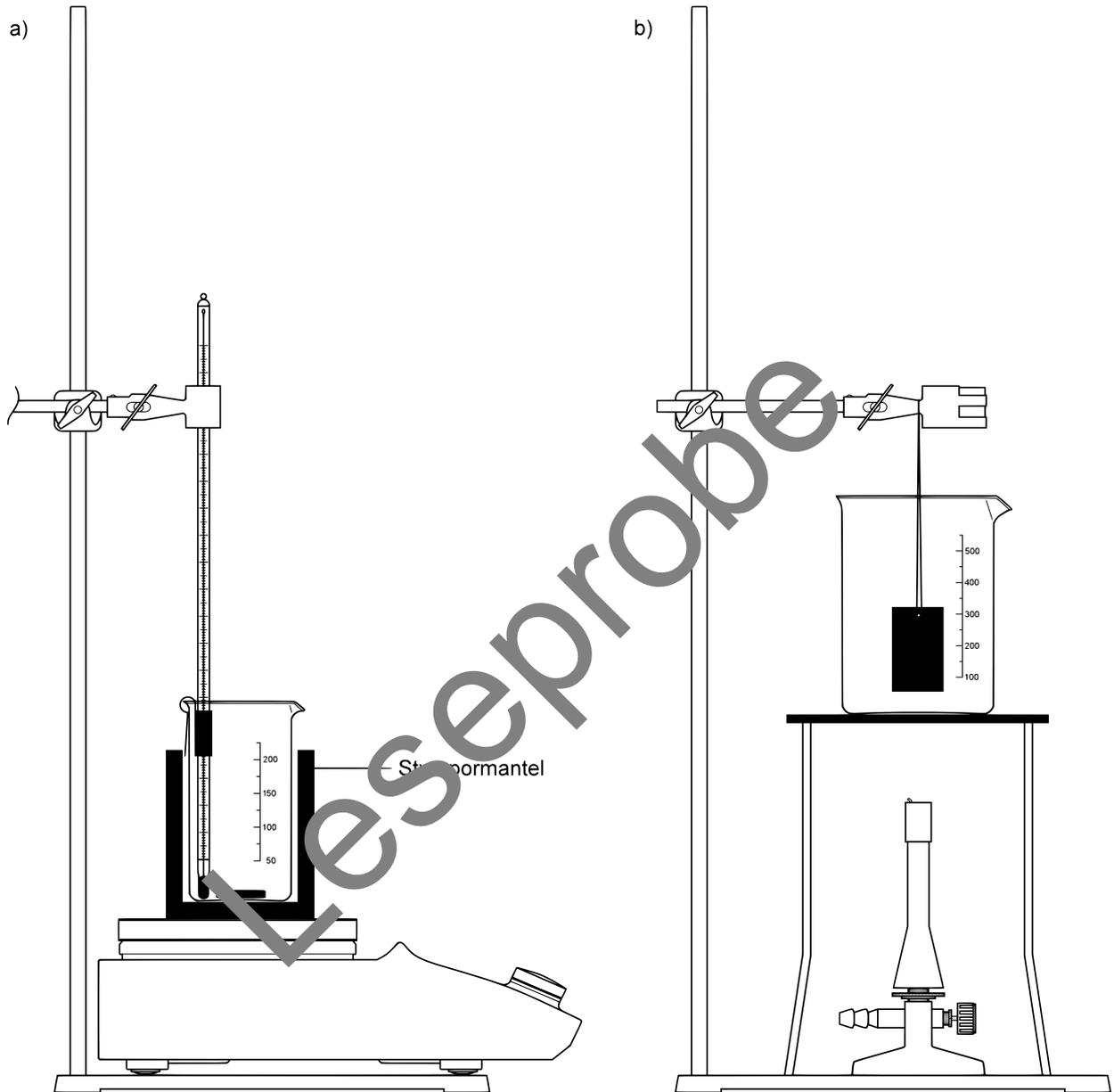
Gesamtnote: Pkte./100

BPM Die statistische Auswertung von bisher 59 Messwerten ergab:
 Mittlere Abweichung in % : +2,1 % | V = ±3,0
 Standardabweichung : 10,8 | S = 7,5

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

Versuchsaufbau



■ **Abb. 2.29** Aufbau von Becherglaskalorimeter (a) und zum Erhitzen eines Metallkörpers (vgl. **V07** b).

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

V07

b) Bestimmung der Wärmekapazität eines Metallkörpers

Eingesetzte Chemikalien:	✎ Nummern der			
	Konzentration	Piktogramme	H-Sätze	P-Sätze
Wasser, deionisiert		---	---	---
Metallkörper		---	---	---

Durchführung: ²²	Versuchsaufbau siehe Abb. 2.29	🕒 ca. 1 h
 	<p>Die Masse des erhaltenen Metallkörpers (m_K) wird auf einer Präzisionswaage ermittelt. In einem 600-ml-Becherglas wird mittels Gasbrenner ein siedendes Wasserbad bereitet und der Körper vollständig darin eingetaucht. Dort wird dieser 5 min belassen und auf die Temperatur (T_1) des siedenden Wassers erhitzt.</p> <p>Zwischenzeitlich wird ein 250-ml-Becherglaskalorimeter vorbereitet, in das 200,0 g Wasser (m_w) eingewogen werden. Die Temperatur (T_2) des Wassers wird nach Ablauf der Zeit auf $\pm 0,1$ °C genau gemessen, der erhitzte Körper schnellstmöglich ins Wasser eingetaucht und darin umherbewegt. Der Erwärmungsvorgang wird beobachtet und die höchste erreichte Temperatur (T_m) zur Auswertung herangezogen.</p>	

Besondere Hinweise:
Die Gefäßkonstante C wird aus V07 a) übernommen, oder wie dort beschrieben ermittelt.

Gefahren für Mensch und Umwelt, die von den Substanzen ausgehen:

Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln/Erste Hilfe:

Sachgerechte Entsorgung:

Verhalten im Gefahrfall:	
Ruhe bewahren ⇨ ALARMPLAN beachten! Unbeteiligte warnen! Verletzten Erste Hilfe leisten!	Feuerwehr alarmieren! Laboraufsicht informieren! Brandgase <i>nicht</i> einatmen!

①

22 Grundlage des Verfahrens: Die spezifische Wärmekapazität c ist die Wärmemenge Q die benötigt wird, um ein Gramm eines Stoffes um ein Grad Celsius zu erwärmen. Wird ein heißer Metallkörper in Wasser gebracht, gibt dieser Wärme an das Wasser ab und erwärmt dieses, während er selbst abkühlt, bis beide dieselbe Mischungstemperatur annehmen. Da die spezifische Wärmekapazität des Wassers bekannt ist, kann die vom Metallkörper abgegebene Wärmemenge und somit seine spezifische Wärmekapazität durch Messung der Mischungstemperatur ermittelt werden (vgl. RICHMANNsche Mischungsregel).

Bekannte VERFAHRENSFEHLER: Mit dem hier vorgeschlagenen Becherglaskalorimeter, wurden die Literaturwerte der verschiedenen Metalle von uns nur zu ca. 90 % wiedergefunden. Die Sollwerte müssen daher vom Lehrpersonal unbedingt selbst bestimmt werden.

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

Protokoll:– **Bestimmung der Gefäßkonstante C des Kalorimeters:** m_W : 200,0 g m_S : g T_1 : °C T_2 : °C

Ergebnis:

 $L(\text{KNO}_3)$: 340 J/g

C : J/K

 c_W : 4,19 J·(g·K)⁻¹ (spezifische Wärmekapazität des Wassers)– **Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität eines Metal körpers, auf drei Nachkommastellen:** m_K : g m_W : 200,0 g T_1 : 99 °C T_2 : °C T_m : °C

Ergebnis:

C : J/K

 c_K : J·(g·K)⁻¹

Zur Berechnung benötigte Formel(n):

$$L = \frac{(m_W \cdot c_W + C) \cdot (T_1 - T_2)}{m_S}; \quad c_K = \frac{(m_W \cdot c_W + C) \cdot (T_m - T_2)}{m_K \cdot (T_1 - T_m)}$$

BPM Die statistische Auswertung von bisher 76 Messwerten ergab:
 Mittlere Abweichung in J·(g·K)⁻¹ : +0,006 J·(g·K)⁻¹ | V = ±0,01
 Standardabweichung : 0,032 | S = 0,0375

Ergebnis: J·(g·K)⁻¹

↓ Ab hier vom Lehrpersonal auszufüllen! ↓

Sollwert: J·(g·K)⁻¹Differenz: J·(g·K)⁻¹

Note für das Ergebnis: Pkte./100

Note für das Protokoll: Pkte./100

Gesamtnote: Pkte./100

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

V08**Übungen mit Volumenmessgeräten**

2

08

Eingesetzte Chemikalien:	✎ Nummern der			
	Konzentration	Piktogramme	H-Sätze	P-Sätze
Wasser, deionisiert		---	---	---

Durchführung:	🕒 2 × ca. 1 h
<p>Übungen mit der Pipette: In einem 400-ml-Becherglas werden ca. 300 ml Wasser bereitgestellt und dessen Temperatur mit einem Taerthermometer ermittelt. Durch mehrmaliges Pipettieren dieses Wassers mit einer --- ml- Vollpipette in einen trockenen (!) --- ml- Messkolben, wird die Übereinstimmung zwischen Vollpipette und Messkolben geprüft (z. B. 5 × 20,0 ml in einen 100-ml-Messkolben). Wurde <i>keine</i> Übereinstimmung erzielt, wird das zu viel oder zu wenig pipettierte Wasser auf einer Präzisionswaage entfernt bzw. ergänzt und der Volumenfehler anhand der Dichte des Wassers bei der jeweiligen Messtemperatur berechnet. Die maximal zulässige Abweichung pro Abfüllung ist dem Aufdruck des Herstellers auf der Pipette zu entnehmen.</p> <p>Übungen mit der Bürette: Eine 25- oder 50-ml-Bürette wird senkrecht an einem Stativ eingespannt, mit Wasser gefüllt und auf »Null« eingestellt. Es wird insgesamt dreimal Wasser aus der Bürette in einen tarierten (!) 300-ml-Erlenmeyerkolben mit Schliff NS 29/32 abgemessen und die Wassermasse anschließend auf einer Präzisionswaage ermittelt. Die mit der Bürette abgemessenen Volumina werden auf die zweite Nachkommastelle genau abgelesen und sollen jeweils mehr als die Hälfte des Nennvolumens betragen, d. h. nach jeder Abfüllung muss die Bürette erneut aufgefüllt und wieder auf »Null« eingestellt werden. Die maximal zulässige Abweichung pro Abfüllung ist dem Aufdruck des Herstellers auf der Bürette zu entnehmen.</p>	

Gefahren für Mensch und Umwelt, die von den Substanzen ausgehen:

Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln/Erste Hilfe:

Sachgerechte Entsorgung:

Verhalten im Gefahrfall:	
Ruhe bewahren ⇨ ALARMPLAN beachten! Unbeteiligte warnen! Verletzten Erste Hilfe leisten!	Feuerwehr alarmieren! Laboraufsicht informieren! Brandgase <i>nicht</i> einatmen!

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

Fotostory: Pipettieren mit der Vollpipette



- Der Peleusball wird auf das obere Ende der Vollpipette aufgesteckt, sodass er sich leicht wieder entfernen lässt
- Der Ball wird zusammengedrückt, um einen Unterdruck zu erzeugen, mit dem Flüssigkeit angesaugt werden kann

■ Abb. 2.30



- Die Vollpipette wird in die zu pipettierende Flüssigkeit getaucht und durch leichten Druck mit Daumen und Zeigefinger auf das Ventil, das den Ball mit der Pipette verbindet, etwas Flüssigkeit angesaugt
- Die Flüssigkeit wird in der Pipette umherbewegt, um die Pipette hiermit zu spülen, und anschließend verworfen

■ Abb. 2.31



- Das Spülen entfällt bei trockenen Pipetten, die die Konzentration der zu pipettierenden Flüssigkeit *nicht* verfälschen
- Beim Ansaugen wird der Messkolben ggf. mit der Hand gegen das Umfallen gesichert ...

■ Abb. 2.32



- ... und die Pipette zunächst zwei Finger breit über die Ringmarke gefüllt
- ACHTUNG! Die Flüssigkeit steigt im Korpus zunächst langsam, im verjüngten Teil steigt die Geschwindigkeit allerdings sprunghaft an. Es darf *keine* Flüssigkeit in den Ball gelangen, wodurch dieser unbrauchbar wird

■ Abb. 2.33



- Beim Herausziehen der Pipette wird diese mit einem Papiertuch außen abgetrocknet, um *keine* außen anhaftende Flüssigkeit mit ins Zielgefäß zu übertragen

■ Abb. 2.34

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

- Die Pipette wird *immer senkrecht* gehalten
- Um den Flüssigkeitsstand einzustellen, wird diese daher im 45-Grad-Winkel an den schräg gehaltenen Kolben angesetzt und die Lösung durch leichten Druck auf das seitliche Ventil, welches Luft nachströmen lässt, genau bis zur Ringmarke abgelassen

Abb. 2.35



- Hierbei werden Pipette und Kolben in einer Höhe gehalten, bei der sich der Füllstand auf Augenhöhe ablesen lässt, um Ablesefehler zu vermeiden (sog. »Parallaxenfehler«)
- Entscheidend für die Ablesung ist die *tiefste* Stelle der gewölbten Flüssigkeitsoberfläche, der sog. »untere Meniskus«
- Es dürfen *keine* Luftblasen vorhanden sein

Abb. 2.36



- Die eingestellte Pipette wird ins Zielgefäß übertragen, *ohne* dass Luft eingesaugt wird, die den Füllstand verfälscht
- Der Peleusball wird entfernt und die Pipette auslaufen gelassen, während diese wiederum im 45-Grad-Winkel an die Gefäßwand des Zielgefäßes angesetzt wird

Abb. 2.37



- Bei Klasse-AS-Pipetten wird die aufgedruckte Nachlaufzeit abgewartet, in der noch Tropfen nachlaufen, z. B. »Ex+15s«. Klasse-B-Pipetten besitzen *keine* Nachlaufzeit
- Die Pipettenspitze wird an der Gefäßwand abgestreift. Es verbleibt ein Flüssigkeitsrest in der Pipette, der vom Hersteller beabsichtigt und berücksichtigt ist

Abb. 2.38



- Zuletzt wird die Gefäßwand mit etwas Wasser aus einer Spritzflasche abgespült
- **ACHTUNG!** Wenn das pipettierte Volumen gewogen werden soll und bei bestimmten weiteren Arbeiten, darf selbstverständlich *nicht* nachgespült werden

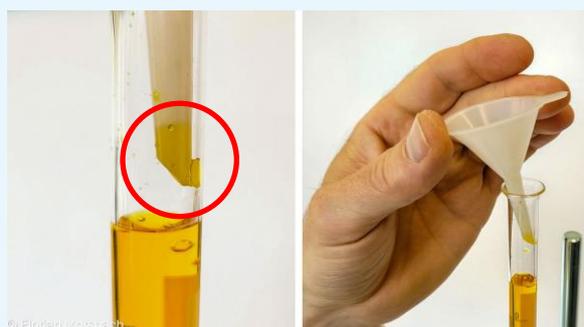
Abb. 2.39



Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

Fotostory: Volumenmessung mit der Bürette



- Die Bürette wird senkrecht an einem Stativ eingespannt. Am besten geeignet ist hierfür eine Bürettenklemme, die die Bürette mit Gummierollen an zwei Punkten fixiert, sodass diese *nicht* schief hängen kann

■ Abb. 2.40

- Der Hahn der Bürette (sog. »Küken«) wird eingesetzt und verschraubt. Bei Glasküken wird der Schliff mit Silikonfett gefettet, *ohne* dass Fett in die Bohrung gelangt
- Schliff fett auf Wasserbasis ist *nicht* geeignet, da es vor jeder abzumessenden Flüssigkeit bei jeder Abfüllung ausgewaschen wird, wodurch die Bürette undicht wird

■ Abb. 2.41

- Ein Auffangglas wird unterm Auslauf platziert
- Ein kleiner Trichter wird eingesetzt und das Rohr bei geöffnetem Hahn mit ca. 10–20 ml der abzumessenden Flüssigkeit durchgespült
- Eine zurechtgebogene Büroklammer oder ein Papierföhnchen zwischen Glas und Trichter verhindert die Entstehung von Überdruck

■ Abb. 2.42

- Die Spülflüssigkeit wird verworfen

■ Abb. 2.43

- Der Hahn wird geschlossen und die Bürette drei Finger breit über die Nullmarke gefüllt
- Der Trichter wird entfernt und Spritzer am Glasrohr ggf. mit einem zusammengedrehten Papiertuch entfernt, damit Tropfen *nicht* nachlaufen und den Füllstand verfälschen

■ Abb. 2.44

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

- Der Hahn wird kurz vollständig geöffnet, um die Luft aus diesem zu verdrängen
- Um den Füllstand auf Augenhöhe abzulesen kann ein Tritt (kleiner Hocker) hilfreich sein, oder die Bürette wird tiefer eingespannt und erst anschließend hochgesetzt

Abb. 2.45



- Entscheidend für die Ablesung ist hier *nicht* der untere Meniskus, sondern der Punkt, an dem der blaue Streifen an der Rückwand der Bürette (sog. »Schellbachstreifen«) aufgrund der Lichtbrechung eine Einschnürung bildet, die wie zwei Pfeilspitzen aufeinander zeigen

Abb. 2.46



- Das benötigte Volumen wird abgemessen
- ACHTUNG! Klasse-AS-Büretten besitzen eine Nachlaufzeit. Bei bestimmten Arbeiten, wie dem Titrieren, wird gegen Ende meist nur noch tropfenweise dosiert, sodass hierdurch die Nachlaufzeit bereits eingehalten wird

Abb. 2.47



- Ein Flüssigkeitstropfen, der ggf. am Auslauf der Bürette hängen, wird »mitgenommen«, indem dieser am Gefäß abgestreift wird

Abb. 2.48



- Das Volumen wird an der Skala abgelesen
- Die Unsicherheit z. B. einer 50-ml-Bürette liegt bei $\pm 0,05$ ml. Daher wird Genauigkeit »verschenkt«, wenn das Volumen nur auf eine Nachkommastelle abgelesen wird.
- **Die zweite Nachkommastelle wird geschätzt;** Bsp. Das Volumen liegt zwischen 5,6 ml und 5,7 ml. Der Schätzwert beträgt 5,63 ml.

Abb. 2.49



Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

Protokoll:– **Übungen mit der Pipette:**

5 × 50,0 ml in einen 250-ml-Messkolben:	<250 ml	250 ml	>250 ml
4 × 25,0 ml in einen 100-ml-Messkolben:	<100 ml	100 ml	>100 ml
5 × 20,0 ml in einen 100-ml-Messkolben:	<100 ml	100 ml	>100 ml

– **Übungen mit der Bürette:**

A. Ableseübung an der Bürette:

Füllstand der Bürette 1: : ml
 Füllstand der Bürette 2: : ml
 Füllstand der Bürette 3: : ml

B. Volumenmessung mit der Bürette:

$V_{\text{ges}} = (\dots + \dots + \dots) \text{ ml} = \dots \text{ ml}$

$m(\text{Kolben mit Stopfen + Wasser}) : \dots \text{ g}$

$m(\text{Kolben mit Stopfen}) : \dots \text{ g}$

$m(\text{Wasser}) = \dots \text{ g}$

C. Berechnung des Volumens des gewogenen Wassers:

$T(\text{Wasser}) : \dots \text{ °C}$

$\rho(\text{Wasser}) \text{ bei der ermittelten Temperatur} : \dots \text{ g/ml}$

$V(\text{Wasser}) : \dots \text{ ml}$

Zur Berechnung benötigte Formel(n):

$$\rho(\text{H}_2\text{O}) = \frac{m(\text{H}_2\text{O})}{V(\text{H}_2\text{O})}$$

Note für das Ergebnis: Pkte./100
Note für das Protokoll: Pkte./100
Gesamtnote: Pkte./100

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

V09**Kalibrierung von Volumenmessgeräten nach DIN EN ISO 4787**

Eingesetzte Chemikalien:	✎ Nummern der			
	Konzentration	Piktogramme	H-Sätze	P-Sätze
Wasser, deionisiert		---	---	---

Durchführung: ²³	Verfahren ähnlich DIN EN ISO 4787	🕒 2 x ca. 1 h
ca. 400 ml	<p>In einem 600-ml-Becherglas werden Wasser bereitgestellt und dessen Temperatur mit einem Rührthermometer ermittelt. Die zu überprüfenden Geräte sind auf sichtbare Beschädigungen zu prüfen und solche Pipetten mit beschädigter Spitze sofort auszusortieren.</p> <p>Mittels __-ml-Pipette wird vorschriftsmäßig Wasser in ein tariertes (!) 400-ml-Becherglas abgemessen. Nach <i>jedem</i> Abmessvorgang ist die Wassermasse zu ermitteln und auf $\pm 0,01$ g genau zu notieren.</p> <p>Mittels __-ml-Bürette wird vorschriftsmäßig Wasser in ein tariertes (!) 400-ml-Becherglas abgemessen. Nach <i>jedem</i> Abmessvorgang ist die Wassermasse zu ermitteln und auf $\pm 0,001$ g genau zu notieren. Die abgemessene Wassermenge soll jeweils dem Nennvolumen der Bürette entsprechen.</p> <p>Die erhaltenen Messwerte sind im Protokollvordruck auszuwerten. Die Überprüfung gilt als bestanden, wenn die Abweichung des erzielten Mittelwertes vom Nennvolumen die auf dem Gerät aufgedruckte Fehler toleranz höchstens um $\pm 0,01$ ml überschreitet. Wurde <i>keine</i> Übereinstimmung erreicht, so ist die Kalibrierung zunächst zu wiederholen, bevor das Gerät in Absprache mit der Lehrpersonal aussortiert wird.</p>	

Besondere Hinweise:
Die Kalibrierung kann im Lehlabor auch mit Präzisionswaagen erfolgen, um mehr Arbeitsplätze zu bestücken.

Gefahren für Mensch und Umwelt, die von den Substanzen ausgehen:

Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln/Erste Hilfe:

Sachgerechte Entsorgung:

Verhalten im Gefahrfall:	
Ruhe bewahren \Rightarrow ALARMPLAN beachten! Unbeteiligte warnen! Verletzten Erste Hilfe leisten!	Feuerwehr alarmieren! Laboraufsicht informieren! Brandgase <i>nicht</i> einatmen!



23 Grundlage des Verfahrens: Nicht nur offensichtliche Beschädigungen einer Pipette können zu falschen Pipettierergebnissen führen, sondern auch regelmäßige Benutzung und Reinigung führen zu irreversiblen Glasabtrag, wodurch theoretisch zu viel pipettiert werden müsste. Allerdings bildet sich auch *kein* gleichmäßiger Flüssigkeitsfilm mehr, weshalb abgenutzte Pipetten meist zu wenig Flüssigkeit abgeben. Auch wenn eine Pipette *nicht* mehr gleichmäßig abläuft, kann diese trotzdem noch innerhalb der erwarteten Toleranzgrenzen arbeiten. Die Einhaltung dieser Toleranzgrenzen muss daher regelmäßig überprüft werden. Ist dies *nicht* mehr der Fall, darf die Pipette, oder ein anderes Volumenmessgerät, *nicht* weiterverwendet werden, sondern muss ersetzt werden.

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

Protokoll:

– **Kalibrierung eines Volumenmessgerätes:**

A. Art des überprüften Gerätes:

Seriennummer/Kennzeichnung:

Genauigkeitsklasse:

Nennvolumen/Fehlertoleranz: ± ml

B. Prüfbedingungen:

Wassertemperatur: °C

Luftdruck im Prüfraum: hPa

Umrechnungsfaktor Z unter Prüfbedingungen: ml·g⁻¹ (siehe **Tab. 2.5**)

– **Berechnungen:**

m_i	Ausreißer:	m_i
m_1 g	<input type="checkbox"/> ja	m_1 g
m_2 g	<input checked="" type="checkbox"/> ja	m_2 g
m_3 g	<input type="checkbox"/> ja	m_3 g
m_4 g	<input type="checkbox"/> ja	m_4 g
m_5 g	<input type="checkbox"/> ja	m_5 g
m_6 g	<input type="checkbox"/> ja	m_6 g
m_7 g	<input type="checkbox"/> ja	m_7 g
m_8 g	<input type="checkbox"/> ja	m_8 g
m_9 g	<input type="checkbox"/> ja	m_9 g
m_{10} g	<input type="checkbox"/> ja	m_{10} g
Werte, die <i>nicht</i> als Ausreißer identifiziert wurden, in die rechte Spalte übertragen!		
m_\emptyset g		$m_{\emptyset, \text{neu}}$ g
$s(m_\emptyset)$ g		V_\emptyset ml
		$s(V_\emptyset)$ ml

Ausreißer werden gemäß $|m_i - m_\emptyset| > 2s$ als vereinfachtes Ausreißerkriterium ermittelt.

– **Prüfergebnis:**

Das überprüfte Gerät ist [verwendbar / nicht verwendbar ($|V_\emptyset - V_{\text{Soll}}| > \text{Fehlertoleranz}$)].

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

Protokoll:

– **Kalibrierung eines Volumenmessgerätes:**

A. Art des überprüften Gerätes:

Seriennummer/Kennzeichnung:

Genauigkeitsklasse:

Nennvolumen/Fehlertoleranz: ± ml

B. Prüfbedingungen:

Wassertemperatur: °C

Luftdruck im Prüfraum: hPa

Umrechnungsfaktor Z unter Prüfbedingungen: ml·g⁻¹ (siehe **Tab. 2.5**)

– **Berechnungen:**

m_i	Ausreißer?	m_i
m_1 g	<input type="checkbox"/> ja	m_1 g
m_2 g	<input type="checkbox"/> ja	m_2 g
m_3 g	<input type="checkbox"/> ja	m_3 g
m_4 g	<input type="checkbox"/> ja	m_4 g
m_5 g	<input type="checkbox"/> ja	m_5 g
m_6 g	<input type="checkbox"/> ja	m_6 g
m_7 g	<input type="checkbox"/> ja	m_7 g
m_8 g	<input type="checkbox"/> ja	m_8 g
m_9 g	<input type="checkbox"/> ja	m_9 g
m_{10} g	<input type="checkbox"/> ja	m_{10} g
m_\emptyset g		$m_{\emptyset, \text{neu}}$ g
$s(m_\emptyset)$ g		V_\emptyset ml
		$s(V_\emptyset)$ ml

Werte, die *nicht* als Ausreißer identifiziert wurden, in die rechte Spalte übertragen!

Ausreißer werden gemäß $|m_i - m_\emptyset| > 2s$ als vereinfachtes Ausreißerkriterium ermittelt.

– **Prüfergebnis:**

Das überprüfte Gerät ist verwendbar / nicht verwendbar ($|V_\emptyset - V_{\text{Soll}}| > \text{Fehlergrenze}$).

Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

Faktoren zur Umrechnung der Masse ins Volumen bei 20 °C**Tab. 2.5** Z-Werte für die Kalibrierung von Volumenmessgeräten aus Glas nach DIN EN ISO 4787.²⁴

Temperatur [°C]	unterer Luftdruckbereich 980 bis 1000 hPa		mittlerer Luftdruckbereich 1000 bis 1020 hPa		oberer Luftdruckbereich 1020 bis 1040 hPa	
	Werkstoff: Glas		Werkstoff: Glas		Werkstoff: Glas	
	Boro 3.3 Z [ml·g ⁻¹]	AR-GLAS® Z [ml·g ⁻¹]	Boro 3.3 Z [ml·g ⁻¹]	AR-GLAS® Z [ml·g ⁻¹]	Boro 3.3 Z [ml·g ⁻¹]	AR-GLAS® Z [ml·g ⁻¹]
15	1,00200	1,00208	1,00202	1,00211	1,00204	1,00213
15,5	1,00207	1,00215	1,00209	1,00217	1,00211	1,00219
16	1,00214	1,00221	1,00216	1,00223	1,00218	1,00225
16,5	1,00222	1,00228	1,00224	1,00230	1,00226	1,00232
17	1,00230	1,00235	1,00232	1,00237	1,00234	1,00239
17,5	1,00238	1,00242	1,00240	1,00245	1,00242	1,00247
18	1,00246	1,00250	1,00248	1,0025	1,00251	1,00254
18,5	1,00255	1,00258	1,00257	1,0026	1,00260	1,00262
19	1,00264	1,00266	1,00266	1,00268	1,00268	1,00270
19,5	1,00274	1,00275	1,00276	1,0027	1,00278	1,00279
20	1,00283	1,00283	1,00285	1,0028	1,00287	1,00287
20,5	1,00293	1,00292	1,00295	1,00294	1,00297	1,00296
21	1,00303	1,00301	1,00305	1,00303	1,00307	1,00305
21,5	1,00313	1,00311	1,00316	1,00313	1,00318	1,00315
22	1,00321	1,00318	1,00323	1,00320	1,00325	1,00322
22,5	1,00335	1,00331	1,00337	1,00333	1,00339	1,00335
23	1,00346	1,00341	1,00348	1,00343	1,00350	1,00345
23,5	1,00358	1,00357	1,00360	1,00354	1,00362	1,00356
24	1,00369	1,00362	1,00371	1,00364	1,00373	1,00366
24,5	1,00381	1,00377	1,00383	1,00375	1,00385	1,00377
25	1,00393	1,00384	1,00395	1,00386	1,00397	1,00389
25,5	1,00405	1,00398	1,00408	1,00398	1,00410	1,00400
26	1,00418	1,00408	1,00420	1,00410	1,00422	1,00412
26,5	1,00431	1,00420	1,00433	1,00422	1,00435	1,00424
27	1,00444	1,00432	1,00446	1,00434	1,00448	1,00436
27,5	1,00457	1,00444	1,00459	1,00447	1,00461	1,00449
28	1,00471	1,00457	1,00473	1,00459	1,00475	1,00461
28,5	1,00485	1,00470	1,00487	1,00472	1,00489	1,00474
29	1,00499	1,00483	1,00501	1,00485	1,00503	1,00487
29,5	1,00513	1,00497	1,00515	1,00499	1,00517	1,00501
30	1,00527	1,00510	1,00529	1,00512	1,00531	1,00514

*Mess- und Vollpipetten sind aus AR-Glas® gefertigt; Büretten und Messkolben aus Boro 3.3.



Vorlage für Betriebsanweisung nach § 14 GefStoffV und Arbeitsanweisung

Name:		Vorname:	
Klasse:	Gruppe:	Datum:	Probe Nr.

Exkurs: Herleitung der Berechnungsformel für die Z-Werte

Auf Wasser der Masse m_W und der Dichte ρ_W , das in Luft der Dichte ρ_L gewogen wird, wirken

- a) die nach unten gerichtete **Gewichtskraft** F_G aufgrund der Erdbeschleunigung g :

$$F_G = m_W g \quad (2.17)$$

- b) die nach oben gerichtete **Auftriebskraft** F_A aufgrund der verdrängten Luftmasse m_L :

$$F_A = m_L g = \rho_L V g = \frac{\rho_L m_W g}{\rho_W} \quad (2.18)$$

Auf die Waagschale wirkt folglich die Gesamtkraft F als Differenz beider Ausdrücke:

$$F = F_G - F_A = m_W g - \frac{\rho_L m_W g}{\rho_W} = m_W g \left(1 - \frac{\rho_L}{\rho_W}\right) \quad (2.19)$$

Dieselbe Überlegung gilt für die Vergleichsmasse m_G der Waage mit der Dichte ρ_G :

$$F = m_G g \left(1 - \frac{\rho_L}{\rho_G}\right) \quad (2.20)$$

Befindet sich die Waage im Gleichgewicht, sind diese beiden Kräfte gleich groß:

$$m_W \left(1 - \frac{\rho_L}{\rho_W}\right) = m_G \left(1 - \frac{\rho_L}{\rho_G}\right) \quad (2.21)$$

Die **Auftriebskorrektur** der abgelesenen Masse m_G nachfolgend Wägewert W , ist:

$$m_W = W \cdot \left(1 - \frac{\rho_L}{\rho_G}\right) \cdot \left(1 - \frac{\rho_L}{\rho_W}\right)^{-1} \quad (2.22)$$

Das Volumen V des Wassers ist der Quotient aus der Masse m_W und der Dichte ρ_W :

$$V = \frac{m_W}{\rho_W} = W \cdot \left(1 - \frac{\rho_L}{\rho_G}\right) \cdot \left[\left(1 - \frac{\rho_L}{\rho_W}\right) \cdot \rho_W\right]^{-1} \quad (2.23)$$

$$V = W \cdot \left(1 - \frac{\rho_L}{\rho_G}\right) \cdot \left(\frac{1}{\rho_W - \rho_L}\right) \quad (2.24)$$

Das Pipettierergebnis bei 20 °C wird unter Berücksichtigung der **Glasausdehnung**²⁵ erhalten:

$$V_{20^\circ\text{C}} = V \cdot [1 - \gamma (T - 20^\circ\text{C})] \quad (2.25)$$

Die Dichten ρ_W und ρ_L sind temperatur- und druckabhängig. Z ist eine Funktion von T und p :

$$V_{20^\circ\text{C}} = W \cdot \left(1 - \frac{\rho_L}{\rho_G}\right) \cdot \left(\frac{1}{\rho_W - \rho_L}\right) \cdot [1 - \gamma (T - 20^\circ\text{C})] = W \cdot Z(T, p) \quad (2.26)$$

①

²⁵ γ : Ausdehnungskoeffizient von Glas [Boro 3.3: $9,9 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$; AR-GLAS®: $27 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$]; $\rho_G = 8 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$.

2.4 Vertiefungsfragen

Vertiefungsfragen zu Kapitel 2

V01

1. Welche Gefahr besteht beim Zünden von Gasbrennern, die Propangas verwenden?

V02

2. Warum sollte Blaugel *nicht* mehr verwendet und lieber zu Orangegel gegriffen werden?
3. Warum sollte bei Differenzwägungen stets dieselbe Analysenwaage verwendet werden?
4. Heiße Gefäße erfahren durch Luftströmungen einen Auftrieb, durch den sie scheinbar zu wenig wiegen. Zwei Porzellantiegel ($m_1 = 12,9266$ g; $m_2 = 9,8637$ g), die auf 130 °C erhitzt und auf einer Analysenwaage platziert wurden, ergaben bei Abkühlen folgende Beeinflussung durch den Luftauftrieb:

t [min]	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Δm_1 [mg]	-5,7	-4,3	-3,2	-2,3	-1,7	-1,2	-0,8	-0,5	-0,3	-0,1	-0,0
Δm_2 [mg]	-5,4	-4,0	-2,8	-2,0	-1,3	-0,9	-0,6	-0,4	-0,2	-0,1	-0,0

Wie groß wäre der Messfehler in »%«, wenn das Kieselgel sofort gewogen worden wäre?

V03

5. Warum ist es *nicht* sinnvoll, die Dichte eines Körpers, der auf $6,22$ g und $0,74$ cm³ bestimmt wurde, mit dem rechnerischen Zahlenwert von $8,416892$ g/cm³ anzugeben?
6. Zur Bestimmung der Dichte von Zucker wurde dieser in ein Pyknometer eingewogen und der Rest des Volumens mit Xylol aufgefüllt. Bei gleicher Temperatur wurde das Pyknometer auch mit Wasser gefüllt. Berechnen Sie die Dichte des Zuckers aus den folgenden Angaben:

Leermasse:	24,1033 g
$m(\text{Pyk.} + \text{Xylol})$:	40,3273 g
$m(\text{Pyk.} + \text{Wasser})$:	46,3273 g
$m(\text{Pyk.} + \text{Zucker})$:	37,4231 g
$m(\text{Pyk.} + \text{Zucker} + \text{Xylol})$:	52,0333 g

V05

7. Eine bei 20 °C gesättigte Kochsalzlösung hat den Massenanteil $\omega(\text{NaCl}) = 0,26$. Berechnen Sie hieraus die Wasserlöslichkeit $L(\text{NaCl})$ von Natriumchlorid in der Einheit »g/100 g H₂O«!

V06

8. Welche Massen zweier Kochsalzlösungen mit den Massenanteilen $\omega_1(\text{NaCl}) = 0,05$ und $\omega_2(\text{NaCl}) = 0,11$ sind zu mischen, um 150 g Kochsalzlösung mit $\omega_m(\text{NaCl}) = 0,07$ zu erhalten?

V07

9. Wird Calciumchlorid, CaCl₂, in Wasser gelöst, erwärmt sich die Lösung. Wird CaCl₂·6H₂O in Wasser gelöst, kühlt sich die Lösung hingegen ab. Begründen Sie diese Beobachtung über die Hydratisierungsenergie!

V08

10. Wie groß ist der Volumenfehler in »ml« und in »%«, wenn ein 250-ml-Messkolben, dessen Hals einen Innendurchmesser von 15 mm besitzt, 2 mm zu weit über die Ringmarke aufgefüllt wird?

Experimentelle Übungen

V01

1. Bestimmen Sie mit der hergestellten Pasteurpipette die durchschnittliche Masse eines Wassertropfens, indem Sie auf einer Analysenwaage insgesamt 10 Wassertropfen in ein 50 -ml-Becherglas pipettieren und die Wassermasse durch die Zahl der Tropfen dividieren.