

**Labor für Anorganische und Analytische Chemie**



**FB Chemieingenieurwesen**

Labor für Anorg. Chemie  
Angew. Materialwiss.

# *Vorkurs Laboratoriumstechnik*

## Waagen und Wiegen

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

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

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

## Volumetrische Messgeräte

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

### Büretten

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

Vor Gebrauch wird die Bürette entfettet und gereinigt. Dies geschieht mit Detergenzien (z.B. Extran) oder bei starker Verschmutzung mit verd. Säuren, Laugen. Die Trocknung der Geräte erfolgt mit Luft (mit Wasserstrahlpumpe Luft durchsaugen) oder schneller, indem man mit Alkohol durchspült. Auf keinen Fall dürfen volumetrische Messgeräte zur Trocknung in den Trockenschrank. (Geräte verziehen sich und werden ungenau!) Zum Gebrauch wird die Bürette senkrecht mit Hilfe einer Bürettenklammer in ein Stativ eingespannt. Die Befüllung erfolgt mit Hilfe eines kleinen Trichters. (blasenfreie Füllung erforderlich) Vor Gebrauch wird 2-3 mal mit

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

## Pipetten

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

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

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

## Umgang mit Pipetten

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

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

Der Rest darf auf keinen Fall ausgeblasen werden.

## Versuch: Vergleich volumetrischer Messgeräte

In diesem Versuch soll die Genauigkeit der Messgeräte Bürette, Mess- und Vollpipette verglichen werden.

Entnehmen Sie je 10 ml aus einer Vollpipette, einer Messpipette und einer Bürette. Das entnommene Wasser wird auf der Analysenwaage im 100 ml Becherglas zur Auswaage gebracht. Vorab wiegen Sie die Bechergläser leer!!

## Versuch: Säure - Base Titration

Literaturangaben: Biltz-Biltz, Ausführung quantitativer Analysen  
(10. Auflage), S. 35-48, 50-52  
Jander-Jahr, Maßanalyse  
(14. Auflage), S. 7-120, 154-155, 168  
G.O. Müller, Lehrbuch der angewandten Chemie, Band III  
(6. Auflage), S. 56-123  
Fluck-Mahr, Anorganisches Grundpraktikum  
(6. Auflage), S. 22-30

Einwaage 250 ml 0.1 mol/L NaOH

Wiegen Sie die errechnete Menge NaOH-Plätzchen auf der Präzisionswaage im Labor in ein Becherglas ein, lösen diese mit wenig H<sub>2</sub>O und überführen die Lösung in den 250 ml Messkolben. Dieser wird exakt aufgefüllt.

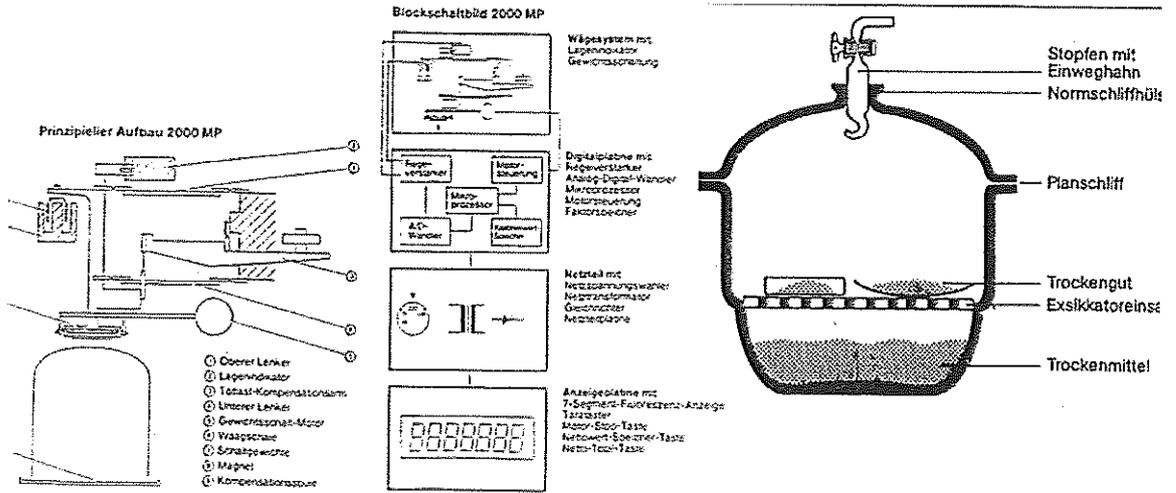
**Einstellung der Lösung mit Urtitersubstanz:  
NaOH mit Benzoesäure**

Zur Titerstellung werden in zwei 250ml Erlenmeyerkolben je 190 – 210 mg (auf 0,1 mg genau) Benzoesäure (Urtitersubstanz) auf der Analysenwaage eingewogen, in 50 ml Alkohol + 50 ml H<sub>2</sub>O gelöst und mit 2-3 Tropfen **Phenolphthalein** versetzt. Man titriert die vorher hergestellte NaOH gegen die Benzoesäure bis zur schwachen Rosafärbung der Lösung. Aus den Titrationswerten ergibt sich der Gebrauchstiter der NaOH.

1 ml 0,1 mol/L NaOH = 12,2120 mg Benzoesäure

**Titration: NaOH - HCl**

Von einer zur Verfügung gestellten HCl-Lösung mit  $c = 0,1 \text{ mol/L}$  und einem Titer von 1,000 werden exakt 20 ml mit einer Vollpipette entnommen, in einen Erlenmeyerkolben überführt und auf ca. 100 ml aufgefüllt. Nach Zugabe von 2-3 Tropfen Phenolphthalein titriert man mit der hergestellten NaOH und kann anhand des erzielten Verbrauchs die Genauigkeit seiner Arbeitsweise überprüfen.



bb. Meßprinzip einer elektronischen Analysenwaage

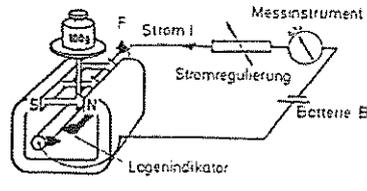
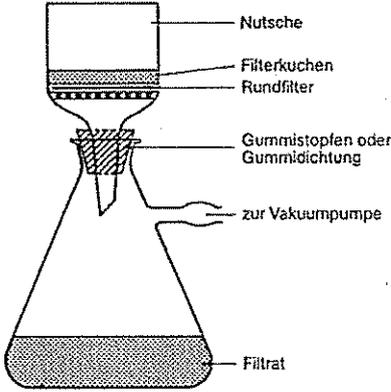
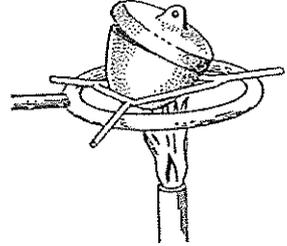
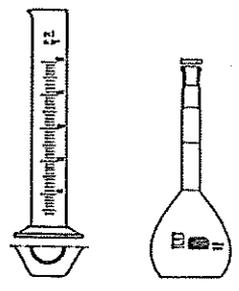
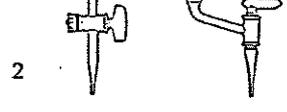
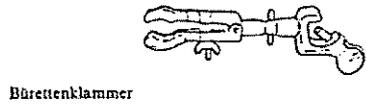
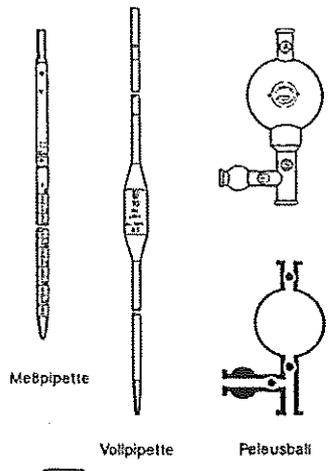
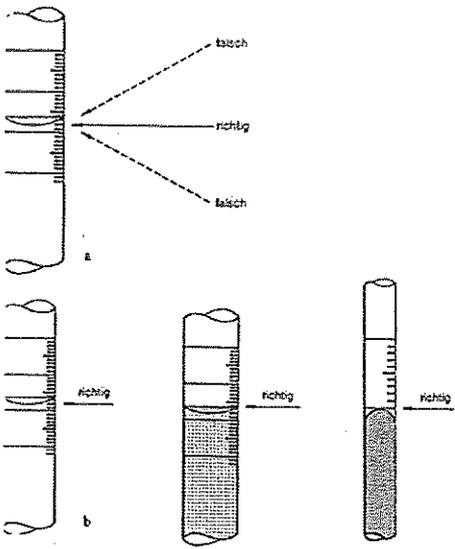
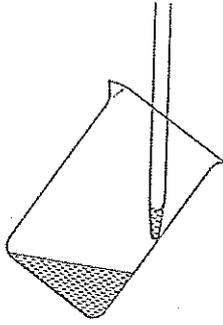


Abb. Prinzip der elektromagnetischen Kraftkompensation



Veraschen eines Papierfilters

Saugflasche mit Nutsche



**Anorganisches Praktikum**  
**1. Semester**

**Fachhochschule**  
**Münster University of**  
**Applied Sciences**



**FB Chemieingenieurwesen**

Labor für Anorg. Chemie  
Angew. Materialwiss.

## **Versuchsvorschriften**

### **Gravimetrie**

## Bestimmung von Nickel

Sie erhalten eine Lösung, die 0.1 - 0.2 g Nickel enthält.

Arbeitsvorschrift:

Man pipettiert 20 ml der Probelösung in ein 400 ml Becherglas, verdünnt auf ca. 200 ml und erwärmt auf 80 °C (Becherglas dabei mit einem Uhrglas bedecken). Danach lässt man unter Rühren langsam 25 ml einer 1%-igen alkoholischen Dimethylglyoximlösung aus einer Pipette zutropfen. Anschließend wird verd. Ammoniaklösung hinzugefügt, bis der pH-Wert 8-9 beträgt. (mit pH-Papier prüfen!) Es wird auf Vollständigkeit der Fällung mit 0,5 ml Reagenz geprüft und zur Alterung des Niederschlags noch eine Stunde bei 80 °C stehengelassen. Anschließend wird die Lösung über einen vorher konstant gewogenen G3 Glasfildertiegel filtriert. Das Filtrat fängt man mit der Saugflasche auf: es wird zum quantitativen Einspülen der Niederschlagsreste in den Fildertiegel verwendet. Der Niederschlag wird mit 10 ml warmen und 20 ml kaltem Wasser (messen!) gewaschen. Der gewaschene Niederschlag wird ca. eine Stunde im Trockenschrank bei 110 °C getrocknet und danach in Abständen von etwa 30 Minuten bis zur Massenkonstanz gebracht. Nach Abkühlen auf Zimmertemperatur wird die Auswage bestimmt.

Ergänzend lässt sich zur Nickelbestimmung sagen, dass der Niederschlag in heißem Wasser merklich löslich ist, und deshalb nur mit möglichst wenig heißem Wasser gewaschen werden darf.

Wägeform  $\text{Ni}(\text{C}_4\text{H}_7\text{O}_2\text{N}_2)_2$  - gesuchte Form Ni  $F = 0,20319$

## Komplexometrie

### Bestimmung von Aluminium

Sie erhalten eine Probelösung, die 0,1 - 0,2 g Aluminium enthält und im Meßkolben auf 100 ml aufgefüllt wird.

Arbeitsvorschrift:

Man pipettiert 20 ml der Probelösung in einen 250 ml Erlenmeyerkolben, pipettiert 20 oder 25 ml 0.1 mol/l Titriplexlsg. und 1 ml 1 mol/l HCl dazu. Dann erhitzt man ca. 10 Min. lang bis zum Aufkochen der Lösung. Nach dem Abkühlen wird mit 2-3 vollen Spatelspitzen Natriumacetat auf einen pH-Wert von 5-6 eingestellt. (Die Lösung muss gut gepuffert werden) Nach Zugabe einer Spatelspitze (30 – 50 mg) Xylenorange - Indikatorverreibung wird mit 0,1 mol/l  $\text{ZnSO}_4$  - Lösung von Gelb nach Rot titriert.

1 ml 0.1 mol/l Titriplex III-Lsg. entspricht x mg Al

Xylenorange Indikatorverreibung: 1 g Xylenorange + 99 g  $\text{KNO}_3$

## Bestimmung von Magnesium

Sie erhalten eine Lösung, die 15 - 30 mg Magnesium enthält. Diese Lösung wird im 100 ml Messkolben auf genau 100 ml aufgefüllt.

Arbeitsvorschrift:

Man pipettiert 20 ml der Probelösung in einen 250 ml Erlenmeyerkolben und verdünnt auf ca. 100 ml. Die Probelösung wird mit 2 Indikatorpuffertabletten versetzt. Weiter werden 1 - 2 ml konz. Ammoniak zugegeben. Danach wird mit 0,01 mol/l EDTA Lösung bis zum Farbumschlag von Rot nach Graugrün titriert. Aufgrund der geringen Geschwindigkeit der Komplexbildung muss in der Nähe des Äquivalenzpunktes sehr langsam titriert werden.

1 ml 0,01 mol/l EDTA entspricht x mg Mg

## Volumetrie

### Bestimmung von Borsäure

Sie erhalten eine Lösung, die 0,4 - 0,7 g  $H_3BO_3$  enthält und verdünnen diese im Messkolben auf 100 ml.

Arbeitsvorschrift:

Da die Borsäure eine so kleine Säurekonstante hat, die die Farbe von Methylorange nicht verändert, wird durch Zusatz von mehrwertigen Alkoholen die Säurekonstante durch Komplexbildung gesteigert, so daß sie sich wie eine mittelstarke Säure gegen Phenolphthalein titrieren läßt. Man gibt ca. 20 ml Glycerin und 5 ml Wasser mit Hilfe eines Standzylinders in einen 250 ml Erlenmeyerkolben, gibt 2-3 Tropfen Phenolphthalein hinzu und neutralisiert mit 0,1 mol/l NaOH (schwache Rosafärbung). Danach pipettiert man 20 ml der Analysenlösung hinzu und titriert mit der eingestellten NaOH ohne weitere Verdünnung bei Raumtemperatur, bis die Rosafärbung 60 s bestehen bleibt.

1 ml 0,1 mol/l NaOH entspricht x mg  $H_3BO_3$

### Bestimmung von Kupfer

Sie erhalten im Meßkolben eine Lösung, die 0,3 - 0,6 g Kupfer enthalten kann. Füllen Sie den Messkolben mit dest. Wasser auf exakt 100 ml auf.

Arbeitsvorschrift:

Man pipettiert 20 ml der Probe in einen Erlenmeyerkolben und verdünnt auf ca. 100 ml. Nach dem Ansäuern mit 10 ml konz. Schwefelsäure und Erkalten der Lösung wird mit 10 ml 1%-iger KJ und 10%-iger KSCN (ist als eine Lösung fertig angesetzt) versetzt. Sofort im Anschluss wird das ausgeschiedene Jod solange mit 0,1 mol/l  $Na_2S_2O_3$  titriert, bis die Lösung nur noch schwach gefärbt ist. Nach Zusatz von 2 ml Stärkelösung wird schließlich langsam zum hellgrau-blauen Endpunkt titriert. (maximale Helligkeit)

1 ml 0,1 mol/l  $Na_2S_2O_3$  entspricht x mg Cu

Stärkelösung: 3 g lösliche Stärke werden mit wenig  $H_2O$  zu einem Brei verrieben, mit ca. 600 ml  $H_2O$  versetzt und einige Minuten gekocht. Ungelöste Anteile lässt man absitzen.

### **Bestimmung von Chlorid als Silberchromat**

Sie erhalten eine Lösung, die 20 - 40 mg Chlorid enthält. Die Lösung wird im 100 ml Messkolben exakt aufgefüllt.

Arbeitsvorschrift:

Man pipettiert 20 ml Probelösung in einen 250 ml Erlenmeyerkolben und versetzt mit 2 ml 5%-iger Kaliumchromatlösung (nicht weiter verdünnen). Die gelbe Lösung wird dann mit 0,01 mol/l Silbernitrat titriert, bis die entstehende rotbraune Silberchromatfällung einige Minuten bestehen bleibt.

1 ml 0,01 mol/l  $\text{AgNO}_3$  entspricht x mg Chlorid

### **Abfallaufbereitung: Entsorgung Ag - Chromat Lösung:**

Zu der austitrierten Lösung werden im Erlenmeyerkolben 0.15 g  $\text{BaCl}_2$  gegeben. Es wird leicht erwärmt und danach über ein sehr feines Filterpapier abfiltriert. Die Filterreste (Silberchromat u. Bariumchromat) werden in den Abfallbehälter gegeben. Das Filtrat wird mit wenig  $\text{BaCl}_2$  auf Chromatfreiheit geprüft!

**Wichtig:** Sofort nach der Titration  $\text{BaCl}_2$  zugeben und abfiltrieren, da sonst kolloidale, schwer filtrierbare Niederschläge entstehen

### **Bestimmung von Oxalsäure**

Sie erhalten eine Lösung, die 300 – 600 mg Oxalsäure enthält. Die Lösung wird im 100 ml Meßkolben exakt aufgefüllt.

Arbeitsvorschrift:

Man pipettiert 20 ml Probelösung in einen 250 ml Erlenmeyerkolben und verdünnt auf ca. 100 ml. Danach wird mit 10 ml  $\frac{1}{4}$  konz. Schwefelsäure versetzt und auf 75 – 85 °C erwärmt. Es wird tropfenweise auf den Endpunkt der Titration, einer bleibenden schwach rotvioletten Färbung mit  $\text{KMnO}_4$  0,02 mol/l titriert.

1 ml 0.02 mol/l  $\text{KMnO}_4$  entspricht x mg Oxalsäure

## Herstellung der Maßlösungen für die Analysen

(je 1 Liter für jede Bank herstellen)

0,1 mol/l NaOH  
0,01 mol/l AgNO<sub>3</sub>  
0,02 mol/l KMnO<sub>4</sub>  
0,1 mol/l ZnSO<sub>4</sub>  
0,1 mol/l Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
0,1 mol/l EDTA

Stärkelösung

1%-ige Dimethylglyoximlösung

Die jeweiligen Herstellungsmethoden, sowie die Titer-bestimmung der Maßlösungen mit Ursubstanzen sind der Literatur zu entnehmen.

## Inventar der Laborschranke

- Bechergläser: 100 ml, 250 ml, 2x 400 ml
- Erlenmeyerkolben: 3x 250 oder 300 ml
- Messzylinder: 100 ml
- Messkolben: 2x 100 ml mit Stopfen
- Vollpipette: 20 ml
- Messpipette: 10 ml oder 20 ml
- Bürette
- Bürettenklammer
- Gummiwischer
- Howorkaball
- Glasfritten: 2x G3
- Glastrichter
- Schnellauftrichter
- Uhrgläser 2x
- Bunsenbrenner mit Anschlußschlauch
- Dreifuß
- Drahtnetz
- Spritzflasche

# Musterprotokoll

Datum:.....

volumetrische / gravimetrische **Bestimmung von**.....(Wiederholung)

## I. a) Reaktionsprinzip:

wichtigste Stichpunkte.(z.B. Fällungsform, spezielle Lösungen)

## b) Gleichung:

.....  
\_\_ + \_\_  $\Rightarrow$  ...\_\_...+...\_\_.....

## II. Berechnung :

Rechnung :  $m = V * F * T * N$

Titer  $T$  (wie ermittelt?).....

Vorlage : .....ml

Entnahmefaktor  $N$  : 4 oder 5 (20 / 25 ml)

Faktor  $F$  : .....mg/ml

Masse  $m$  : der zu bestimmenden Probe in mg

Verbrauch : 1. Titration : \_\_\_\_\_ ml \*  $F * T * N =$  \_\_\_\_\_ mg

2. Titration : .....

3. Titration : .....

Mittelwert : .....

## IV. Ergebnis :

XXX mg / 100 ml