

0. ALLGEMEINES

1. *Sicherheitsvorkehrungen und Toxikologie*

Ausgearbeitet von der Stabstelle Sicherheit ETHZ

1.1 Verhalten im Labor

- a) Versuche, die nicht in den Rahmen des Pensums fallen, dürfen nur mit spezieller Bewilligung des/der verantwortlichen Assistenten/in ausgeführt werden.
- b) Im Praktikumlabor darf man **nie allein arbeiten**.
- c) Wegen Gesundheits- und Brandgefahr ist im Labor das **Rauchen untersagt**.
- d) Ebenso ist es **nicht gestattet**, im Labor **Ess- und Trinkwaren** aufzubewahren oder **zu konsumieren**.
- e) **Besucher** haben nur mit ausdrücklicher **Bewilligung** des/der zuständigen Assistenten/in Zutritt zum Laboratorium. Sie sind in jedem Fall mit einer **Besucherbrille** auszustatten.
- f) Am Abend sind die Fenster und Kippflügel zu schliessen, sämtliche Medien (s. unten) abzustellen, die Hocker zu versorgen und die Waagen abzuschalten und mit der Haube abzudecken.

1.2 Körperschutzmittel

- a) Im Laboratorium ist stets eine **Schutzbrille** zu tragen.
- b) Es ist nicht erlaubt, ohne **Labormantel** zu arbeiten.
- c) Beim Arbeiten mit grösseren Mengen von ätzenden Flüssigkeiten sind eine **geschlossene Schutzbrille** und ein Gesichtsschutzschild zu tragen.

1.3 Chemikalien

Jede Chemikalienflasche muss eine Etikette tragen, die im Minimum folgende Angaben enthält:

- Name der Substanz
- Bruttoformel
- Einfülldatum
- Name des Besitzers

Für die Beschriftung sind nur schwarze Filzstifte oder Kugelschreiber zu verwenden (andere Stifte werden nach kurzer Zeit unlesbar). Am Chemikalienschalter sind auch Etiketten für eine Kennzeichnung der Giftklasse erhältlich.

Am Laborplatz ist jeweils die kleinstmögliche Menge von Chemikalien aufzubewahren. Der Bezug von Giften der Klassen 1 und 2 für private Zwecke sowie jegliche Weitergabe von Chemikalien an Dritte ist verboten.

Beim Bezug von Giften der Klasse 1 und 2 ist ein vom/von der Assistenten/in unterzeichneter Giftschein vorzuweisen.

Bevor ein Versuch begonnen wird, hat sich jede/r Student/in sorgfältig über die physikalischen Eigenschaften, die Giftigkeit und die gefährlichen Reaktionseigenschaften der entsprechenden Chemikalien zu informieren (Bücher liegen im Praktikum aus).

Chemikalienlösungen dürfen nicht mit dem Mund, sondern ausschliesslich mit einer Pipettierhilfe pipettiert werden.

Wird ein Stoff in einem offenen Gefäss erhitzt, so darf die Öffnung nicht gegen eine Person gerichtet sein.

Werden Siedesteine verwendet, ist dafür zu sorgen, dass beim Einwerfen derselben die Temperatur der Flüssigkeit noch WEIT unter dem Siedepunkt liegt.

Für die Versuche dürfen nur einwandfreie, saubere Gefässe verwendet werden. Insbesondere ist es strikte verboten, für irgendwelche Reaktionen Gefässe zu verwenden, die noch Chemikalienrückstände enthalten.

Die Versuche sind jeweils mit der kleinstmöglichen Menge durchzuführen.

Generell dürfen keine Chemikalien in den Ausguss gegossen werden. Sie müssen im bereitgestellten Kanister gesammelt werden. Eine Liste bei den Kanistern gibt Aufschluss über die Sortierung. Es dürfen niemals sämtliche Chemikalien in

denselben Kanister gefüllt werden. Die Ausgüsse der Labors sind an die zentrale Neutralisationsanlage angeschlossen. Sie können deshalb verdünnte Säuren und Laugen (bis ca. 1 M) aufnehmen, wobei mit genügend Wasser nachgespült werden muss.

1.4 Handhabung von Glas und Glasapparaturen

Bei jeder Handhabung von Glas und Glasapparaturen, besonders beim Einführen von Glasröhren in Gummischläuche o.ä., ist vor allem für den Schutz der Hände zu sorgen (Lederhandschuhe oder Stofflappen verwenden).

Dünnwandige Glasgefäße, besonders Messkolben und Erlenmeyer, dürfen nicht evakuiert werden. Vakuumexsikkatoren sind mit Para-Film zu überziehen. Sie dürfen nicht im evakuierten Zustand transportiert werden.

Grosse Glasflaschen dürfen beim Transport nie am Hals, sondern müssen immer unten am Boden angefasst werden. Sie dürfen nur auf tiefe Regale abgestellt werden.

Glasflaschen sind nie über 90 Prozent ihres Fassungsvermögens zu füllen.

Um feststehende Glasstopfen zu vermeiden, empfiehlt es sich, so weit wie möglich Flaschen mit Schraubverschluss zu verwenden.

Glasabfälle dürfen nur in die im Labor eigens dafür vorgesehenen Behälter und niemals in die Abfallkörbe am Laborplatz geworfen werden (Verletzungsgefahr für das Putzpersonal).

Im übrigen wird auf das entsprechende Merkblatt der Stabsstelle Sicherheit verwiesen.

1.5 Gasflaschen

Bei der Entgegennahme von Gasflaschen ist jeweils zu kontrollieren, ob der eingestanzte Name des Gases mit der Kennfarbe der Flasche übereinstimmt. Andernfalls ist die Gasflasche zu retournieren.

Gasflaschen sind am Laborplatz immer mit einer Kette zu sichern.

Sie dürfen nie vollständig entleert werden, sondern es ist immer ein Überdruck von mindestens 2 bar zurückzulassen. Leere Gasflaschen sind eindeutig als solche zu kennzeichnen.

Es dürfen nur die für das entsprechende Gas zugelassenen Reduzierventile verwendet werden. Nach Gebrauch ist das Flaschenventil zu schliessen, das Restgas abzulassen, die Druckregulierschraube zu öffnen und die Absperrschraube zu schliessen. Bei korrosiven Gasen ist zudem das Reduzierventil abzuschrauben und mit trockenem Stickstoff zu spülen.

Die Gasflaschen sind VOR Ablauf der Standzeiten an den Schalter zurückzubringen.

Im Übrigen wird auf die entsprechende Broschüre der Stabsstelle Sicherheit verwiesen.

1.6 Elektrische Apparate

Elektrische Apparate sind so aufzustellen, dass sie nicht im Bereich von Spritzwasser liegen.

Sie sind stets sauber und frei von korrosiven Substanzen zu halten. Dies gilt besonders für die Waagen. Nach Gebrauch sind sie sorgfältig zu reinigen (wobei zuerst der Stecker herausgezogen werden muss).

Defekte Apparate sowie solche mit defekten oder korrodierten Kabeln oder Steckern sind unverzüglich dem/der Assistenten/in zur Reparatur zu melden.

Bei den mit Fehlerstromschutzschaltern ausgerüsteten Laborplätzen darf der Strom nicht mit der Prüftaste des Schalters ausgeschaltet werden (übermässige Abnutzung des Fehlerstromschutzschalters).

1.7 Brandschutz

Jedermann muss die Standorte und die Funktion der Notduschen und der Löscheinrichtungen sowie die Fluchtwege kennen.

Die Menge der am Laborplatz aufbewahrten brennbaren Flüssigkeiten ist auf ein Minimum zu beschränken.

Soll für die Aufbewahrung von brennbaren Flüssigkeiten ein Kühlschrank verwendet werden, so darf man nur solche benützen, die zu diesem Zweck umgebaut wurden. Im Übrigen wird auf die Instruktionen, die Anschläge und die sonstigen Dokumentationen der Dienststelle für Brandschutz verwiesen.

1.8 Medien

Das Gashauptventil darf erst betätigt werden, nachdem man sich vergewissert hat, dass sämtliche angeschlossenen Apparate noch geschlossen sind, resp. schon geschlossen wurden.

Am Abend sind Gas, Wasser, Strom, Pressluft und Vakuum sowie die Kapellenventilation abzustellen.

Nachtversuche dürfen nur mit Bewilligung des/der Assistenten/in laufen gelassen werden, wobei sämtliche Schläuche mit Briden zu sichern sind.

1.9 Verhalten bei Unfällen

Bei Unfällen, die eine ärztliche Behandlung erfordern, ist zuerst, sofern es die Lage gestattet, der/die Assistent/in oder der Verwalter (Herr Köberle, HCl D-Stock - Schalter) zu benachrichtigen. Hilfe kann auch unter Telefon 888 erhalten werden. Nach der ärztlichen Behandlung ist eine Unfallmeldung bei der Krankenkasse (HG F63.1-3, Tel. 632 20 66, intern: 22066) auszufüllen.

Hinsichtlich Erste-Hilfe-Hinweise, Anforderung von Krankenwagen, Notfallstation usw. wird auf die entsprechenden Anweisungen auf der Umschlagseite des Telefonbuches sowie in der grünen Broschüre der Stabsstelle Sicherheit verwiesen.

1.10 Kapellen

Alle Arbeiten, bei denen giftige, brennbare oder sonst wie gefährliche resp. übel riechende Gase, Dämpfe oder Aerosole entstehen oder frei werden können, sind in einer Kapelle auszuführen.

Die Apparaturen sind möglichst hinten bei der Kapellenrückwand aufzustellen.

Eine Kapelle ist kein Freipass für die Freisetzung von beliebigen Mengen von Substanzen und Chemikalien. Giftige und korrosive Gase und Dämpfe sind mittels der in der Literatur beschriebenen Apparaturen an Ort und Stelle zu absorbieren (da sonst die Umgebung belastigt wird und teure Schäden an der Ventilationsanlage entstehen können).

Bei den Kapellen, die mit einem Schalter für die Wahl der Absaugleistung ausgestattet sind, darf die höhere Stufe nur während der tatsächlichen Arbeit benützt werden, da sonst grosse und teure Wärmemengen verloren gehen, was nicht gerade im Sinne des Umweltschutzes liegt.

27.6.84/RC/lv/Ma

2. Definitionen einiger gebräuchlicher toxikologischer Begriffe

All' Ding' ist Gift und nichts ohn' Gift;

Allein die Dosis macht, dass ein Ding' kein Gift ist.

Paracelsus (1494 - 1541)

Die Toxikologie muss also eine Aussage zu den Schwellenkonzentrationen machen. Diese dürfen nicht überschritten werden. Unterhalb der Schwellenkonzentration durchläuft ein Fremdstoff den Organismus ohne eine feststellbare Wirkung zu hinterlassen. Für karzinogene (krebserregende) und mutagene (das Erbgut schädigende) Stoffe können allerdings keine Schwellenwerte angegeben werden.

Definition einiger gebräuchlicher Schwellenwerte:

MAK-Wert:

Maximale Arbeitsplatzkonzentration: Maximale Konzentration eines gas-, dampf- oder staubförmigen Arbeitsstoffes in der Luft. Bei einer Arbeitszeit von 8 bis 9 Stunden täglich und bis 45 Stunden pro Woche schädigt der Stoff auch über längere Perioden die Gesundheit nicht. Neben akuter und chronischer Giftigkeit berücksichtigt dieser Wert auch belästigende Eigenschaften wie Jucken, Allergie und Geruch.

Die MAK-Werte sind in einer Broschüre der SUVA tabelliert, die im Labor ausliegt.

ADI-Werte:

Acceptable Daily Intake: Maximal zulässige lebenslängliche Tagesdosis für einen Menschen, bezogen auf 1 kg Körpergewicht.

Diese Schwellenwerte sind zusätzlich ein Mass für die chronische Toxizität.

LD₅₀-Wert:

Dosis Letalis für 50 Prozent der Versuchstiere: Dosis, die - innerhalb von 24 Stunden verabreicht - bei der Hälfte der Versuchstiere innert 5 Tagen zum Tod führt.

Giftklassen gemäss Giftgesetz vom 21.3.69 und Giftverordnung vom 19.9.83:

Alle zum Verkehr zugelassenen Gifte werden vom Bundesamt für Gesundheitswesen in 5 Giftklassen eingeteilt, wobei Giftklasse 1 dem höchsten und Giftklasse 5 dem niedrigsten Gefährlichkeitsgrad entspricht. Giftklasse 5S darf auch in einem Selbstbedienungsladen angeboten werden.

Als Grundlage dient dem Bundesamt die nachstehende Skala der an wenigen Tieren, in der Regel der Ratte, ermittelten akut-oralen Letaldosis:

- Giftklasse 1	-	5 mg/kg
- Giftklasse 2	-	50 mg/kg
- Giftklasse 3	-	500 mg/kg
- Giftklasse 4	-	2000 mg/kg
- Giftklasse 5	-	5000 mg/kg

In Bezug auf den Tierschutz sind die folgenden Verbesserungen erreicht worden: In 99 Prozent der Fälle kann die Giftigkeit der Produkte (Substanzmischungen) aufgrund toxikologischer Daten berechnet werden. Für die übrigen Fälle werden in der Schweiz nur noch je 3 bis 5 männliche und weibliche Tiere verwendet, was viel weniger ist, als in der Richtlinie der OECD zur Ermittlung des LD₅₀-wertes verlangt wird. Deshalb ist in der Verordnung auch nicht der LD₅₀-Wert, sondern die an wenigen Tieren - in der Regel an der Ratte - ermittelte akut-orale Letaldosis, die sich natürlich dem LD₅₀-Wert annähert, die Grundlage der Klassifizierung.

3. *Praktikumspensum, Leistungsanforderungen*

3.1 Organisation

Praktikumsleiter chemischer Teil:

Dr. Wolfram Uhlig
Department Chemie und Angewandte Biowissenschaften (D-CHAB)
ETH Hönggerberg, HCI H 105
Tel. 044-6334505, Fax. 044-6321149
uhlig@inorg.chem.ethz.ch

Verwaltung chemischer Teil:

Herr B. Vogt
Department Chemie und Angewandte Biowissenschaften (D-CHAB)
ETH-Hönggerberg, HCI D 292 (Schalter)
Tel. 044-6322917
vogt@inorg.chem.ethz.ch

Gesamtleitung:

Dr. Marco Toigo
Institut für Bewegungs- und Sportwissenschaften
ETH Zürich
Tel. 044-6355062, Fax. 044-6356814
mtoigo@biol.ethz.ch

3.2 Ablaufplan und Termine

Das Praktikum beginnt mit der **Übernahme der Laborplätze**. Dafür finden sich alle Studierende nach der Begrüssungsveranstaltung in ihren Laborräumen ein. Die Laboreinteilung wird bei der Vorbesprechung bekannt gemacht und durch Aushänge im Schalterbereich des HCI-Gebäudes (D-Stock), im Bereich des Informationszentrums (G-Stock, Vorlesungsgebäude HCI) und im Laborbereich (G-, H- und J-Stock, HCI-Gebäude) veröffentlicht.

Nach einer **Sicherheitsbelehrung** und **kurzen Einführung** durch die Assistenten beginnt für alle Studierende zunächst der chemische Teilabschnitt (5 Wochen). Ab Woche 6 absolviert die Gruppe **A** für vier Wochen den physiologisch / biomechanischen Teil, um anschliessend den chemischen Teil abzuschliessen. Weitere Details werden in der Begrüssungsveranstaltung und in einer separaten Wegleitung bekannt gegeben.

Bis zum Beginn der praktischen Arbeiten hat sich jeder Studierende mit den Sicherheitsbestimmungen, den Verhaltensregeln im Labor und dem Umgang mit Giften vertraut zu machen (Sicherheitsbelehrung durch die Assistenten und Unterlagen vom Schalter).

Zur Sicherheit im Labor gehört, dass jeder Studierende grundsätzlich eine Schutzbrille zu tragen hat und mit einem Labormantel bekleidet ist.

Am ersten Praktikumstag kontrollieren Sie bitte Ihren kompletten Glassatz anhand eines Kontrollscheins. Reklamationen (Ersatz/Austausch) können nur am ersten Tag entgegengenommen werden. Die Assistenten werden Ihnen bei der Durchsicht zur Seite stehen.

Bei Abbruch des Studiums oder Wechsel:

- 1) Assistenten und Oberassistenten der Chemie informieren und
- 2) Chemie-Verwaltung und Gesamtleitung in Kenntnis setzen.

Aus Sicherheitsgründen besteht die Pflicht, dass Sie Ihren Assistenten oder die Praktikumsleitung im Falle Ihrer Abwesenheit (z.B. Krankheitsfall) umgehend informieren.

3.3 Leistungskontrolle

Das Hauptziel dieses Praktikums besteht darin, Ihnen die gängigen präparativen und experimentellen Methoden im Bereich der Chemie nahe zu bringen. Sie werden sich mit verschiedenen Experimenten zu Stoffeigenschaften, qualitativen und quantitativen Analysemethoden sowie präparativer Synthesechemie beschäftigen. In erster Linie sollen Sie den Spass am Experimentieren kennenlernen. Es wird ein hoher Grad an **Selbstständigkeit** gefordert, wobei Sie immer auf die fachliche Beratung durch die betreuenden Assistenten zurückgreifen können.

Die einzelnen Versuche im chemischen Teil sind von Ihnen erfolgreich abzuschliessen (Versuchsergebnisse, Qualität). **Alle Versuche** werden in einem mit Ihrem Namen beschrifteten, gebundenen Laborjournal (A4 Buch vom Schalter) festgehalten und hinreichend dokumentiert. Dabei ist es **nicht notwendig**, ganze Passagen aus der Praktikumsanleitung zu rezitieren. Ihre Assistenten werden Sie in das korrekte Dokumentieren von Experimenten einführen. Von Zeit zu Zeit werden Ihre Assistenten die Laborjournale kontrollieren, wobei die Qualität in Ihre Gesamtbewertung für den praktischen Teil einfließt.

Das Praktikum ist bestanden, wenn alle Versuche erfolgreich abgeschlossen und das Laborjournal in genügender Qualität vom Assistenten abgezeichnet wurde. Dabei ist **ein schriftlicher Bericht** als ein ausführliches Praktikumsprotokoll abzufassen (Details sind beim Assistenten zu erfahren). Weiterhin gehen zwei kleine schriftliche Kontrollen in Verbindung mit der allgemeinen Praktikumseinschätzung in die Bewertung des Praktikums ein. Am Ende des Praktikums müssen die Laborplätze ordnungsgemäss übergeben werden. Jeder Studierende muss beim Aufräumen des Labors anwesend sein. Die Kriterien für den Praktikumsabschluss sind unter „**Abschlussbedingung**“ im Folgenden (Punkt 3.7) detailliert zusammengefasst.

3.4 Praktikumsablauf

Ein Labortag beginnt mit einer Einführung der Experimente. Diese wird jeweils von dem jeweiligen Assistenten durchgeführt und mit allen Teilnehmern diskutiert. Somit ist es unbedingt erforderlich, dass Sie sich im Vorfeld und nicht erst am Praktikumstag mit den entsprechenden Versuchen vertraut machen. Nur dann können spezifische Fragen zu den Versuchen beantwortet werden. Die Assistenten informieren die Studierenden am Ende eines Praktikumstages, welche Versuche zum nachfolgenden Termin vorzubereiten sind.

Versuchsbeschreibungen und Protokolle (Laborjournal) werden parallel zu den Versuchen verfasst und müssen am Ende des Versuchstages vollständig niedergeschrieben sein. Ungenügende Protokolle müssen nachgebessert werden.

Der oben bereits erwähnte ausführliche Bericht wird von Ihrem Assistenten korrigiert und bewertet. Formal und inhaltlich ungenügende Protokolle müssen nachgebessert werden.

Können aufgrund von triftigen Gründen (z.B. Krankheit) bestimmte Versuche nicht durchgeführt werden, muss ein theoretischer Kurzbericht abgegeben werden, der den Inhalt des Versuchs beschreibt.

Labordienste: Zu Beginn des Praktikums wird eine Liste mit Datum und Platznummer in den Laboratorien ausgehängt. Der Saaldienst muss von den bezeichneten Personen durchgeführt werden. Sie sorgen beispielsweise am Ende eines Praktikumstages dafür, dass alle Praktikanten die Arbeit zügig beenden und ihren Platz aufräumen. Der Labordienst verlässt daher den Saal nach allen anderen Praktikanten!

Am Abend ist jeder Laborplatz ordentlich und aufgeräumt zu hinterlassen. Aufgebaute Apparaturen müssen klar beschriftet werden (Name, Platznummer, Reaktion, Chemikalien, gegebenenfalls Sicherheitshinweise); defekte Glaswaren o.ä. sind noch am selben Praktikumstag zu ersetzen.

Die Chemikalien werden nur an den Platz genommen, wenn sie unmittelbar benötigt werden. Sonst sind sie an den dafür vorgesehenen Plätzen zu deponieren. Gefäße haben immer einen Deckel!

3.5 Material und Chemikalien

Häufig benötigte Labormaterialien können Sie zu Beginn des Praktikums in Form einer Plastikbox am Schalter erwerben. Da es sich bei diesem Praktikum „nur“ um eine Nebenfachausbildung handelt, ist es sicherlich sinnvoll, wenn Sie sich eine solche Box mit Ihrem Labornachbarn teilen oder sich nach Bedarf die notwendigen Verbrauchsmaterialien am Schalter kaufen.

Mit einer persönlichen Schalterkarte, die Sie am ersten Praktikumstag bekommen, kann am Schalter beispielsweise Büromaterial bezogen werden.

Es besteht die Möglichkeit, zusätzliche Glaswaren am Schalter auszuleihen, wobei diese auf Ihrer persönlichen Karte verbucht werden. Sinnvollerweise werden ausgeliehene Glaswaren sobald als möglich wieder zurückgegeben, damit sie nicht verloren gehen und somit bezahlt werden müssen. Bitte beachten Sie, dass einige Glasgeräte Verbrauchsmaterialien sind und nicht gutgeschrieben werden können.

Defekte Glaswaren müssen umgehend ersetzt werden. Die Kosten gehen zu Lasten Ihres persönlichen Kontos.

Allgemeine Chemikalien können mit einer speziellen, vom Assistenten unterschriebenen Bewilligung (blauer Zettel) am Schalter bezogen werden. Die Kosten für diese Posten werden auf das Saalkonto verrechnet, das allen Studierenden am Ende des Semesters gemeinsam in Rechnung gestellt wird. Daher ist darauf zu achten, dass nur die minimal nötigen Mengen der Chemikalien verbraucht werden, da sich sonst die Praktikumskosten unnötig erhöhen.

3.6 Kosten des Praktikums

Für die Durchführung des Praktikums wird den Studierenden nach Semesterende von der zentralen Verwaltung des D-CHAB eine Rechnung mit folgenden Positionen zugestellt:

1. Persönliche Materialbezüge am Materialschalter HCI D 298. (Dazu gehört auch die Materialbox (ca. Fr. 180,- / 2 Personen) oder individuell bezogene Verbrauchsmaterialien)
2. Drucksachen (Praktikumsbuch, separate Versuchsanleitungen, Vordrucke, Informationsschriften)
3. Pauschalbetrag für nicht personalisierbares Verbrauchsmaterial (inklusive allgemeine Chemikalien, s.o.).

3.7 Abschlussbedingungen

Der chemische Teil des Praktikums gilt als bestanden, wenn der praktische Teil und zwei schriftliche Kontrollen bestanden sind.

- In den zwei schriftlichen Kontrollen zu den Inhalten des Praktikums müssen im Durchschnitt 50% der Fragen richtig beantwortet sein. Grundlage dieser Kontrollen sind die Praktikumsversuche und die Praktikumsanleitung (wird jedem Studierenden zu Beginn des Praktikums ausgehändigt). Für Praktikantinnen und Praktikanten, welche die schriftlichen Kontrollen nicht bestanden haben, besteht die Chance, spätestens eine Woche nach Abschluss des Semesters das theoretische Wissen in Form eines persönlichen Gespräches bei der Praktikumsleitung nachzuweisen.

Der **praktische Teil** setzt sich aus drei Teilen zusammen:

- 1) Die Assistenten beurteilen über den gesamten Praktikumsverlauf Ihre praktischen Fähigkeiten sowie Ihr Engagement und Ihre Versuchsergebnisse mit einer ganzen Note (6 bis 1). Diese zählt **50%** an der praktischen Note.
- 2) Die Resultate der Experimente werden in einem Laborjournal festgehalten, das von Zeit zu Zeit vom Assistenten kontrolliert und abschliessend mit einer ganzen Note

(6 bis 1) bewertet wird. Der Durchschnitt dieser Noten wird mit **40%** an der praktischen Note gewichtet.

- 3) Für ein Experiment ist ein ausführliches Protokoll anzufertigen, welches mit einer ganzen Note (6 bis 1) bewertet wird. Diese Note geht mit **10%** in den praktischen Teil des Praktikums ein. (Wichtig: Protokolle werden nur bis eine Woche nach Ende des chemischen Praktikumsteils entgegengenommen! Bitte die zeitliche Gruppeneinteilung beachten.)

Die aus den gewichteten Anteilen erzielte Note muss mindestens 4 sein, um den **praktischen Teil** des Praktikums und – zusammen mit den erfolgreich bestandenen schriftlichen Kontrollen – den **Chemie-Teil des Praktikums** zu bestehen.

4. Glasgeräte, Einrichtungen des Laboratoriums

4.1 Grundregeln bei der Verwendung von Glasgefässen

Über verschiedene Glaseigenschaften informiert die an jedem Laborplatz vorhandene Broschüre „Das Glas“. Des Weiteren findet sich unter Punkt 6.3 des Allgemeinen Teils eine kurze Beschreibung zu den wichtigsten Eigenschaften von Glas.

4.2 Glasschliffe

Im chemischen Laboratorium werden normierte Kegelschliffe verwendet. Sie werden mit ihrem grössten Durchmesser bezeichnet (NS 29: Normschliff, 29 mm Durchmesser; NS 14.5: 14.5 mm Durchmesser). Die zusätzliche Sicherung einer Schliffverbindung geschieht durch Schliffklammern. Voraussetzung für die Zuverlässigkeit normgerechter Schliffe ist ihre sachgemässe Behandlung. Die Schliffflächen müssen sorgfältig vor Zerkratzen geschützt werden und sollen vor dem Ineinanderstecken mit einem sauberen, weichen Tuch abgerieben werden. Dann trägt man am weitesten Ende des Kerns einen etwa 5 mm breiten, hauchdünnen Ring von

Schmiermittel (Schliffett) auf und dreht die Schliffe unter ganz leichtem Druck ineinander.

Verklemmte Schliffe werden durch leichtes Klopfen mit einem Holzstück gelockert oder durch kurzes Erwärmen der Hülse gelöst. Bei Anwendung von roher Gewalt besteht Verletzungsgefahr! Die Hände werden dabei durch ein Tuch geschützt.

Anstelle des in vielen organischen Lösemitteln löslichen Schliffettes verwendet man auch Teflonmanschetten, welche zwischen Kern und Hülse aufliegen. Ihre Verwendung empfiehlt sich u.a. beim Arbeiten mit organischen Lösungsmitteln, welche das Schliffett herauswaschen. Teflonmanschetten sind aber relativ teuer.

4.3 Heizen

Für das Heizen soll grundsätzlich immer der heizbare Magnetrührer mit Heizbad (gefüllt mit der ausstehenden, wieder verwendbaren Heizbadflüssigkeit (maximale Temperatur: 200°C)) verwendet werden. Der Bunsenbrenner (evtl. über Assistenten/in ausleihen) soll aus Sicherheitsgründen (Feuergefahr) nur in Ausnahmefällen verwendet werden. Zudem ist dessen Verwendung unbequem, da ja von Hand gerührt werden muss!). Wird der Bunsenbrenner trotzdem eingesetzt, so ist darauf zu achten, dass keine brennbaren Substanzen (Lösungsmittel!) in der Nähe sind.

5. *Allgemeine Informationen zur Praktikumsanleitung*

Die Praktikumsanleitung ist in ihren VI Kapiteln in einen theoretischen und einen experimentellen Teil geordnet. Der theoretische Teil soll die Grundlagen für das Verständnis der durchzuführenden Experimente vermitteln. Die Experimente wiederum stellen nichts anders dar, als Beispiele zur Veranschaulichung von grundlegenden chemischen Gesetzmässigkeiten. Es ist daher erforderlich den theoretischen Teil aufmerksam durchzuarbeiten. Dies ist Voraussetzung für die erfolgreiche Durchführung der Versuche.

6. Grundoperationen

6.1 Wägen

Im Praktikumslaboratorium sind verschiedene Waagen aufgestellt: Je nach Gesamtgewicht und gewünschter Genauigkeit muss die entsprechende Waage ausgewählt werden. Die Verwendung der verschiedenen Waagen erfolgt nach einer Einführung durch den/die Assistenten/in. Besonders ist darauf zu achten, dass die Waagen nach Gebrauch sauber zurückgelassen werden. Aggressive Substanzen dürfen grundsätzlich nur in geschlossenen Gefässen gewogen werden (Gefäss vorher tarieren).

6.2 Volumenmessungen

Messzylinder: Auf „In“ geeicht, Genauigkeit $\pm 3\%$

Messpipette: Auf „Ex“ geeicht, Genauigkeit ± 0.5 bis 1.5%

Messkolben: Auf „In“ geeicht, Genauigkeit ± 0.1 bis 0.2%

Verwendung für die Zubereitung von Stammlösungen

Vollpipette: Auf „Ex“ geeicht, Genauigkeit (je nach Grösse) ± 0.1 bis 0.6%

Verwendung für die Zugabe einer genau bestimmten Flüssigkeitsmenge

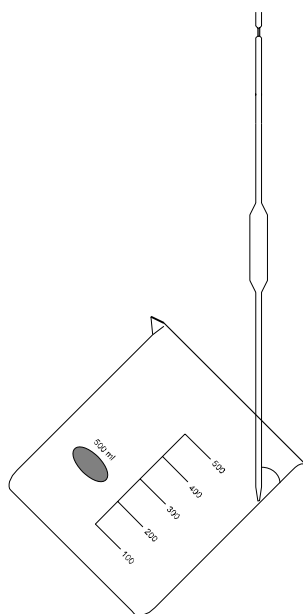
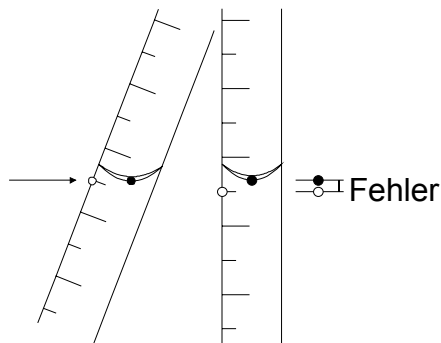
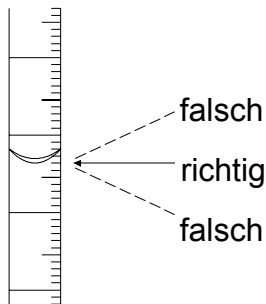
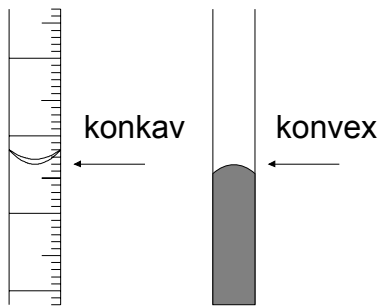
Bürette: Büretten werden verwendet, wenn die Menge abzumessender Reagenzlösungen nicht im Voraus genau bekannt ist (Dosiergefäss). Die zu entnehmende Flüssigkeitsmenge sollte so gewählt werden, dass der Messfehler 0.5% nicht übersteigt.

Auf „In“ geeichte Volumenmessgeräte beziehen das zu messende Volumen auf den gesamten Inhalt des Volumens. Die auf „Ex“ geeichten Volumenmessgeräte beziehen das zu messende Volumen auf das Volumen, welches diesem Gerät entnommen wird ohne zusätzliche Hilfsmittel (z.B. Ausblasen) als die Schwerkraft.

Beispiel: Die Ablesbarkeit einer 50 mL Bürette beträgt ± 0.1 mL.

Die Abweichung darf nicht mehr als 0.5% der Gesamtzugabe betragen. Es müssen also mindestens 20 mL Lösung entnommen werden, damit der Fehler kleiner wird als 0.5% .

6.3 Ablesen und Handhabung



Wenn eine Flüssigkeit in ein Messgefäß gebracht wird, so bildet sich wegen der Oberflächenspannung ein sogenannter Meniskus. Es soll so abgelesen werden, dass beim konkaven Meniskus an der tiefsten und beim konvexen Meniskus an der höchsten Stelle abgelesen wird.

Um Parallaxen- und Schräghaltefehler zu vermeiden, muss immer auf Augenhöhe abgelesen werden, das Gefäß soll senkrecht gehalten werden.

Bei auf „Ex“ geeichten Pipetten soll bei der Zugabe wie folgt vorgegangen werden:

Die volle Pipette wird senkrecht an die Wand des Auffanggefäßes gehalten, so dass der Winkel zwischen Pipette und Gefäßwand 45° beträgt. (Die Pipettenspitze muss die Gefäßwand berühren!) Nachdem die Flüssigkeit ausgelaufen ist, zieht man die Pipette der Gefäßwand entlang hoch. (Bei AS-Gefäßen muss die angegebene Wartezeit eingehalten werden.). Die Pipette darf nie ausgeblasen werden!

6.4 Glassorten

Im chemischen Laboratorium wird spezielles Glas verwendet. Weil die Gläser chemisch und thermisch resistent sein müssen, handelt es sich um Bor-Silikat (Pyrex etc.) Glas. Um Pyrex-Glas perfekt zu bearbeiten, benötigt man für kompliziertere Arbeiten ein Gas-Sauerstoff-Gebläse. Einige einfache Verformungen können mit dem Bunsenbrenner ausgeführt werden.

Im Lehrgang verwendete Abkürzungen für Glasgeräte

RG: Reagenzglas

BG: Becherglas

6.5 Eigenschaften von Glasgeräten

Evakuiert werden dürfen lediglich Saugflaschen (dickwandig), Exsikkatoren, Rundkolben und Saugrohre. Alle anderen Formen wie Erlenmeyer, Weithalserlenmeyer, Bechergläser, Stehkolben, Masskolben, zerspringen beim Evakuieren.

Geräte, die erwärmt werden dürfen, sind: Bechergläser, Rundkolben, Erlenmeyerkolben, Saugrohre, Porzellanschalen, aber lediglich die dünnwandigen Reagenzgläser halten scharfe Temperaturschocks von bis zu 250 °C aus. Nicht erwärmt werden dürfen die dickwandigen Gefäße: Exsikkatoren, Saugflaschen, Reibschalen.

Volumenangaben auf Bechergläsern und Erlenmeyerkolben sind lediglich Richtwerte. Die Genauigkeit der Volumenmessung mit Messzylindern genügt nur für präparative Arbeiten. Für quantitative analytische Arbeiten bedient man sich zur Volumenmessung der Masskolben (auf Einfüllen geeicht).

6.6 Einwaage für analytische Bestimmungen

Viele Analysen gelingen nur dann optimal, wenn die zu untersuchende Probemenge in einem bestimmten Konzentrationsbereich vorliegt. In der Praxis sieht das etwa so aus: „ **ca. x g Probemenge sollen genau eingewogen und auf x mL verdünnt werden.**“

Es ist *nicht* erforderlich, exakt x g einzuwiegen. Es müssen nur ungefähr x g sein, es soll aber genau notiert werden, wieviel g *exakt* eingewogen wurden.

Beim Umgang mit Waagen ist auf deren maximale Belastung zu achten.

6.7 Herstellung von Masslösungen

Grundsätzlich werden Masslösungen auf folgende Weise hergestellt:

- Man wägt die berechnete Portion des gewünschten Stoffes, die sich aus der molaren Masse der Äquivalente (s.u.) ergibt, auf einer Analysenwaage ab,
- spült sie quantitativ in einen sauberen Messkolben mit aufgesetztem Trichter über,
- füllt den Kolben zu etwa drei Viertel seines Inhalts mit Wasser von Zimmertemperatur,
- bringt die Substanz unter kräftigem Umschwenken vollständig in Lösung,
- gibt vorsichtig – zuletzt tropfenweise – Wasser bis zur Ringmarke zu und
- mischt nach Verschliessen des Kolbens zum Konzentrationsausgleich gut durch.

Da der Kolben bei 20°C justiert ist, begeht man einen Fehler, wenn man bei einer abweichenden Temperatur auffüllt (Der Fehler lässt sich vermeiden, wenn der Kolben genau auf 20°C temperiert wird). Man kann den Fehler auch korrigieren oder rechnerisch berücksichtigen. Liegt die Temperatur von Lösung und Kolben oberhalb 20°C, ist die Lösung zu konzentriert, sie würde bei 20°C ein kleineres Volumen einnehmen. Füllt man bei niedrigeren Temperaturen auf, wäre die Lösung verdünnter als gewünscht. In der folgenden Tabelle sind die Abweichungen ΔV in Abhängigkeit von t_M für einen Messkolben aus Duran von 1L Inhalt aufgeführt (berechnete Werte).
Temperaturkorrektur für Masslösungen: Abweichungen ΔV des Lösungsvolumens $V(L)_{20}$ vom Sollvolumen (1L).

t_M in °C	ΔV in mL	t_M in °C	ΔV in mL
10	+1,40	21	-0,20
11	+1,31	22	-0,41
12	+1,22	23	-0,64
13	+1,11	24	-0,87
14	+0,98	25	-1,11
15	+0,85	26	-1,36
16	+0,70	27	-1,60
17	+0,54	28	-1,89
18	+0,37	29	-2,17
19	+0,19	30	-2,46

Beispiel

Es wird die zur Herstellung von 1L Kaliumbromatlösung der Äquivalentkonzentration^[1] $c(1/6 \text{ KBrO}_3)$ erforderliche Portion mit der Masse $m(\text{KBrO}_3) = 167.001 / 6 = 27,834 \text{ g}$ abgewogen und bei 25°C in einen auf 20°C justierten Kolben von 1L Inhalt gelöst und aufgefüllt. Bei der Temperatur 20°C würde die Lösung das Volumen $V(L)_{20} = 1000 - 1,11 \text{ mL} = 998,89 \text{ mL}$ einnehmen. Sie ist somit zu konzentriert, sie enthält in 998,89 mL so viel Kaliumbromat, wie sie in 1000 mL enthalten sollte. Ihre tatsächliche Konzentration ist $c(1/6 \text{ KBrO}_3) = \frac{1}{0.998891} = 1,0011 \text{ mol/L}$.

Der Quotient, der die tatsächliche Konzentration $c(X)_{\text{Ist}}$ im Zähler und die theoretische Konzentration $c(X)_{\text{Soll}}$ im Nenner enthält, ist der **Titer t** der Lösung (früher Normalfaktor):

$$t = \frac{c(X)_{\text{Ist}}}{c(X)_{\text{Soll}}}$$

Mit dem Titer t muss das bei einer Titration verbrauchte Volumen einer Masslösung multipliziert werden, um den Verbrauch einer Lösung korrekter Konzentration zu erhalten.

Die direkte Herstellung exakter Masslösungen durch einfaches Abwägen ist nur möglich, wenn die abzuwägende Substanz folgende Bedingungen erfüllt:

¹ für eine Definition siehe Abschnitt „Äquivalentteilchen“ auf den folgenden Seiten.

- Sie muss analysenrein sein, d.h. eine ihrer Formel genau entsprechende Zusammensetzung haben, oder sie muss durch einfache Operationen (Umkristallisieren, Trocknen) leicht und sicher auf den verlangten hohen Reinheitsgrad gebracht werden können.
- Sie muss sich ohne Schwierigkeiten genau abwägen lassen; sie darf also nicht sauerstoffempfindlich sein oder Kohlendioxid und Feuchtigkeit aus der Luft anziehen.
- Die Konzentration einer aus ihr frisch bereiteten Masslösung darf sich bei längerem Aufbewahren nicht mehr ändern.

Die direkten Abwägen lassen sich exakte Masslösungen z.B. folgender Substanzen herstellen: Natriumcarbonat, Natriumoxalat, Natriumchlorid, Kaliumbromat, Kaliumdichromat, Calciumcarbonat u.a. Man bezeichnet sie als **Urtitersubstanzen** (primäre Standards).

In allen Fällen, in denen sich die an Urtitersubstanzen zu stellenden Forderungen nicht erfüllen lassen, muss man die Masslösungen auf indirektem Wege bereiten. Das gilt für alle Säuren (nicht genau bekannter Wassergehalt der konzentrierten Lösungen) und Laugen (schwankender Carbonatgehalt der Alkalimetallhydroxide) sowie für Substanzen, die sich in Lösungen zersetzen können (Kaliumpermanganat, Natriumthiosulfat). Man stellt sich dann zunächst durch grobe Einwaage bzw. bei Flüssigkeiten durch Abmessen mit einem Messzylinder eine Lösung her, deren Konzentration etwas grösser als die gewünschte ist, und ermittelt anschliessend die tatsächliche Konzentration durch mehrere Titrationsabgewogener Substanzen einer geeigneten Urtitersubstanz (Einstellen der Masslösung).

In der Massanalyse ist es aber nicht erforderlich, eine Masslösung mit dem Titer $t = 1,000$ herzustellen. Man arbeitet genau so gut mit Lösungen, deren Äquivalentkonzentrationen ungefähr $c = 1,0$ oder $0,1$ oder $0,01$ mol/L ist, wenn man durch sorgfältige Titrations den Titer ermittelt hat und ihn später stets in Rechnung setzt. Nimmt man die Titerstellung nicht mit Hilfe einer Urtitersubstanz, sondern mit einer anderen Masslösung bekannter Konzentration vor (z.B. Salzsäure mit Natronlauge oder umgekehrt), so muss der Titer der zum Einstellen verwendeten Masslösung sehr zuverlässig bekannt sein, weil sich der Fehler auf den Titer der einzustellenden Lösung überträgt (Fehlerfortpflanzung).

Beispiel

20 mL Natronlauge der ungefähren Konzentration $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$ werden vorgelegt, mit Wasser auf etwa 100 mL verdünnt und mit Schwefelsäure, $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/L}$ unter Verwendung von Methylrot als Indikator titriert. Der Verbrauch betrage 20,84 mL. Daraus ergibt sich die vorgelegte Stoffmenge zu

$$n(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mmol/mL} \cdot 20,84 \text{ mL} = 2,084 \text{ mmol}$$

und die Konzentration der Natronlauge zu

$$c(\text{NaOH}) = \frac{2,084 \text{ mmol}}{20 \text{ mL}} = 0,1042 \text{ mmol/mL oder mol/L.}$$

Will man die Titration zur Einstellung der Natronlauge benutzen, gibt dieser Wert die Konzentration $c(\text{NaOH})_{\text{Ist}}$ an. Die angestrebte Konzentration wäre $c(\text{NaOH})_{\text{Soll}} = 0,1 \text{ mol/L}$ und der Titer

$$t = \frac{c(\text{NaOH})_{\text{Ist}}}{c(\text{NaOH})_{\text{Soll}}} = \frac{0,1042 \text{ mol/L}}{0,1000 \text{ mol/L}} = 1,042$$

Es muss nachdrücklich darauf hingewiesen werden, dass die Bestimmung des Titers einer Masslösung mit besonderer Sorgfalt erfolgen muss. Jeder Fehler, der dabei gemacht wird, wirkt sich als systematischer Fehler auf alle Bestimmungen aus, die mit der Masslösung durchgeführt werden. Mit einer fehlerhaft eingestellten Masslösung lassen sich keine richtigen Analysenergebnisse erzielen.

Die bei Titrationen in Erscheinung tretenden zufälligen Fehler erkennt man an der Streuung der Messwerte, wenn mehrere gleiche Proben mit der gleichen Masslösung unter Verwendung der gleichen Bürette nach der gleichen Arbeitsvorschrift nacheinander titriert werden. Sie sind im Wesentlichen durch Tropfenfehler, Ablesefehler und Verfahrensfehler (unscharfe Endpunkterkennung) bedingt. Sie gestatten eine Aussage über die Reproduzierbarkeit der Analysenergebnisse. Zu ihrer Abschätzung titriert man je nach Anforderungen an die Präzision mehrere Proben und berechnet die Standardabweichung.

Äquivalentteilchen

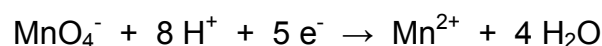
Der bekannte Teilchenbegriff (Stoffmenge) lässt sich auch auf Äquivalente anwenden, was besonders für die Massanalyse von Bedeutung ist. Unter einem Äquivalentteilchen oder kurz Äquivalent versteht man rein formal den Bruchteil $\frac{1}{z^*}$ eines Teilchens X (Atom, Molekül, Ion oder Atomgruppe), der bei einer bestimmten chemischen Reaktion jeweils am Austausch von einer positiven oder negativen Elementarladung beteiligt ist. Dem Äquivalentteilchen kommt keine reale Bedeutung zu, die Teilung ist rein gedanklich zu verstehen. Da eine stoffliche Zerlegung mit der Teilung nicht gemeint ist, bleiben die qualitativen Eigenschaften der Teilchenart erhalten. Die Anzahl der Äquivalente je Teilchen X, die Äquivalentzahl z^* , ist stets eine ganze Zahl, die sich aus der Reaktionsgleichung oder aus der Ionenladung ergibt (auch aus diesem Grunde: sorgfältig alle Reaktionsgleichungen protokollieren!). Ihr reziproker Wert wird bei der Angabe der Stoffmenge von Äquivalenten vor das Teilchensymbol gesetzt und kennzeichnet so das Äquivalentteilchen, z.B. $n(\frac{1}{2} \text{Mg}^{2+})$, $n(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4)$, $n(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4)$, allgemein $n(\frac{1}{z^*} \text{X})$.

Man kann folgende Arten von Äquivalentteilchen unterscheiden:

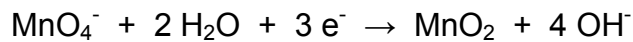
- **Säure-Base-Äquivalent**: es charakterisiert ein gedachtes Teilchen, das bei einer Säure-Base-Reaktion ein Proton freisetzen oder binden kann, z.B. HCl, $\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4$, $\frac{1}{3} \text{H}_3\text{PO}_4$, NaOH, $\frac{1}{3} \text{Al}(\text{OH})_3$. Die Äquivalentzahl z^* ist gleich der Anzahl der H^+ oder OH^- -Ionen, die das Teilchen bei vollständiger Umsetzung abgibt.
- **Redox-Äquivalent**: es kennzeichnet ein Teilchen, das bei einer Redoxreaktion ein Elektron aufnehmen oder abgeben kann, z.B. Fe^{2+} , $\frac{1}{5} \text{KMnO}_4$, $\frac{1}{6} \text{KBrO}_3$. Die Äquivalentzahl z^* ist gleich dem Betrag der Differenz der Oxidationszahlen vor und nach der Reaktion desjenigen Atoms, das dabei seine Oxidationszahl ändert.

Beachte:

Titriert man mit einer Kaliumpermanganat-Masslösung in stark saurer Lösung, so nimmt ein MnO_4^- -Ion bei der Reduktion 5 Elektronen auf, die Oxidationszahl des Mangans ändert sich von VII auf II. Die Äquivalentzahl von KMnO_4 ist $z^* = 5$.



Titriert man dagegen in schwach saurer oder neutraler Lösung, ändert sich die Oxidationszahl des Mangans nur um 3 ($\text{Mn}^{\text{VII}} \rightarrow \text{Mn}^{\text{IV}}$). Somit ist $z^* = 3$.



- Ionen-Äquivalent: es ist als Bruchteil eines Ions zu betrachten, der eine positive oder negative Elementarladung trägt, z.B. Na^+ , $\frac{1}{2} \text{Mg}^{2+}$, $\frac{1}{3} \text{Al}^{3+}$, Cl^- , $\frac{1}{2} \text{SO}_4^{2-}$. Die Äquivalentzahl z^* ist gleich dem Betrag der Ladungszahl des an der Reaktion beteiligten Ions, z.B. beim Ionenaustausch oder bei der elektrolytischen Abscheidung.

7. Einführende Versuche

Versuch E.1:

Glaswaren zur Volumenmessung

In diesem Versuch soll die Genauigkeit verschiedener Glaswaren miteinander verglichen werden:

Becherglas, Erlenmeyer, Messzylinder, Messkolben, Vollpipette

Zur Verfügung stehen:

- 200 mL Becherglas
- 200 mL Erlenmeyerkolben
- 100 mL Messzylinder
- 100 mL, 50 mL Messkolben
- 25 mL, 10 mL Vollpipette

Es soll jeweils ein Messgefäß mit Wasser bis zur 100 mL - Markierung (beim 50 mL Messkolben bis zur 50 mL - Markierung) aufgefüllt werden. Mit den Pipetten kann dann das Wasser in ein anderes Gefäß transferiert werden. Bleibt ein Rest im Ausgangsgefäß? War zu wenig Wasser drin? Wieviel Wasser ist im zweiten Gefäß? Teste so die Genauigkeit der Glaswaren untereinander. Das Vorgehen soll im Laborjournal genau festgehalten werden.

Versuch E.2:

Wägen definierter Volumina

Durch Wägen soll die Genauigkeit einiger Messgefäße überprüft werden.

Becherglas, Messkolben, Messzylinder, Messpipette, Vollpipette

Folgende Gefäße sollen tariert werden:

- 250 mL Becherglas
- 100 mL Messkolben
- 100 mL Messzylinder

Becherglas und Messkolben sollen je bis zur 100 mL Marke, der Messzylinder bis zur 50 mL Marke mit Wasser gefüllt werden. Die vollen Gefäße sollen anschliessend gewogen werden. Wie genau sind die Resultate (Fehlerangabe in %)?

Entleere eine der Vollpipetten und die Messpipette (letztere muss nicht ganz gefüllt sein) in ein beliebiges tariertes Gefäss. Stimmen die Resultate der Wägeversuche mit den Erwartungen überein? Beachten Sie die genaue Dichte von Wasser bei 25°C.

Versuch E.3:

Bestimmung der Dichte von Ethanol

Die Dichte von Ethanol soll durch Wägen bestimmter Volumina bestimmt werden. Verwende dafür zwei verschiedene Gefäße und wiederhole jede Messung 3 mal. Gib für beide Gefäße die Mittelwerte und die Streuungen an. Führe eine Fehlerrechnung durch (vgl. Anhang! Die experimentell ermittelte Streuung soll mit dem theoretischen Fehler verglichen werden).

Stimmen die ermittelten Daten mit der Literatur überein (Handbook of Chem. & Phys. Seite D-227).

Versuch E.4:

Ist das Volumen eine Erhaltungsgrösse (sind Volumina additiv)?

Vorgehen

1) In einen mit aufgesetztem Stopfen tarierten 100 mL Masskolben pipettiert man mit der 25 mL Vollpipette je 50 mL dest. Wasser und 50 mL Ethanol (Alkohol 96% denat.). Man setzt den Stopfen auf, hält ihn mit dem Daumen und mischt durch ca. zehnmaliges Stürzen des Kolbens. Dann stelle man den Kolben aufrecht und beobachte den Füllungsgrad. Sind $50\text{ mL} + 50\text{ mL} = 100\text{ mL}$? Man wäge den gefüllten Kolben und errechne mittels der Tara die Masse der Füllung. Die Dichte der Mischung wird bestimmt, indem man von ihr mit der 25 mL Vollpipette eine Portion entnimmt, in ein tariertes Becherglas gibt und wägt. Man berechne das effektive Volumen der Mischung (Dichte = Masse pro Volumen).

2) Man fülle einen mit Stopfen tarierten 100 mL Masskolben bis zur Marke mit dest. Wasser. Es werden 2 g NaCl in ein kleines trockenes Becherglas eingewogen und mittels eines Trichters in den Kolben geschüttet, wobei der Trichter nicht ins Wasser tauchen soll. Man verschliesst mit dem Stopfen und löst das NaCl unter mehrfachem Stürzen des Kolbens. Wenn das NaCl ganz gelöst ist, beobachte man den Füllungsgrad. Man bestimme die Masse der Lösung und ihre Dichte sowie das wahre Volumen wie oben. NaCl hat eine Dichte von 2.165 g/cm^3 . Vergleiche das theoretische Volumen (Wasser + NaCl) mit dem ermittelten. Die Volumenabweichung von der Marke kann man durch Vermessen des Radius des Messkolbenhalses und der Abweichung des Flüssigkeitspegels von der Marke berechnen ($V_{\text{Zylinder}} = \pi r^2 h$). Man wiederholt den Versuch mit 2 g wasserfreiem Na_2SO_4 (Dichte 2.68 g/cm^3).

Fragen

Wie stellt man 100 mL Lösung einer gewogenen Menge eines Stoffs mit einem Masskolben korrekt her? Wieso summieren sich die Volumina nicht immer?

Versuch E.5:

Glasbearbeitung

Die allereinfachsten Glasbläserarbeiten sollten jedem Praktikanten geläufig sein. Pyrexglas ist für den Anfänger einfacher zu bearbeiten als Apparateglas, auch wenn für grössere Arbeiten eigentlich ein Sauerstoffgebläse benötigt wird.

Glasschneiden

Achtung: Beim Brechen von Glas sind die Hände in ein Tuch oder den Labormantel zu hüllen, wegen der Schnittgefahr an den Bruchkanten! Glas hat nur eine geringe Zugfestigkeit, und von einer Oberflächenverletzung aus bricht es bei Zug. Glasstäbe und Rohre (bis ca. 20 mm \varnothing) ritzt man an der gewünschten Stelle mit einem Glasmesser (ein Ritz), fasst dann den Stab mit beiden Händen derart, dass der Ritz gegenüber den Daumen liegt, und zieht das Rohr unter leichtem Durchbiegen auseinander. Man schneide sich von Glasstäben verschiedenen Durchmessers 4 Stücke zwischen 15 und 25 cm Länge ab, ebenso zwei Glasrohre von 25 cm und ein Glasrohr von 15 cm Länge.

Rundschmelzen

Die gebrochenen Enden sind sehr scharfkantig und müssen rundgeschmolzen werden. Stäbe und Rohre unter stetigem Drehen seitlich, im rechten Winkel, langsam an die Flamme heranbringen.

Rohr biegen

Das 15 cm Rohr in der Mitte auf einem möglichst langen Stück in einer grossen Flamme rotierend aufwärmen. Dann die Rotation zu einer leichten Schwenkbewegung reduzieren und das Rohr in der Flamme durch sein Eigengewicht verbiegen lassen. Nie gewaltsam biegen, sondern stärker nachwärmen.

Pipetten ziehen

Dazu wird eine möglichst schmale Stelle eines 25 cm Rohres unter Drehen scharf erhitzt und ausserhalb der Flamme ruckartig auseinander gezogen. Auseinanderbrechen in der Mitte ergibt 2 Pipetten, deren weite Enden noch glattgeschmolzen werden müssen.