

1 x 1 der Laborpraxis

Prozessorientierte Labortechnik für Studium und
Berufsausbildung

WILEY-VCH

Inhaltsverzeichnis

Vorwort *XIII*

Anmerkung *XV*

1	Handlungs- und Prozessorientierung	1
1	Arbeitsicherheit, Umweltschutz und Kommunikation im Sinne von Responsible Care	5
2.1	Responsible Care und Leitlinien der chemischen Industrie	5
2.2	Arbeitsicherheit	7
2.2.1	Sicheres Handeln im Laboratorium	8
2.2.1.1	Allgemeine Grundsätze	8
2.2.1.2	Bauliche Sicherheitseinrichtungen im Laboratorium	10
2.2.1.3	Brand- und Explosionsverhütung	11
2.2.1.4	Bekämpfung von Feuer	13
2.2.1.5	Umgang mit gesundheitsschädlichen Chemikalien	15
2.2.2	Gesetzliche Grundlagen	20
2.2.2.1	Berufsgenossenschaft der chemischen Industrie	21
2.2.2.2	Gewerbeaufsicht	22
2.2.2.3	Versicherungsrechtliche Aspekte von Arbeitsunfällen und Berufskrankheiten	22
2.3	Umweltschutz	24
2.3.1	Grundlagen des Umweltschutzes	24
2.3.1.1	Ökologie	24
2.3.1.2	Emission und Immission	26
2.3.2	Gesetzliche Regelungen	27
2.3.3	Die*Ökofaktoren	28
2.3.3.1	Schutz von Wasser	28
2.3.3.2	Schutz der Luft	31
2.3.3.3	Abfallsammlung,-Verwertung und-entsorgung	32
2.3.3.4	Schutz vor Lärm	34
2.3.3.5	Schutz vor energiereicher Strahlung	35
2.4	Informationsbeschaffung	35

2.4.1	Datenermittlung aus Fachliteratur	35
2.4.2	Datenermittlung von CDs	36
2.4.3	Datenermittlung aus dem Internet	36
2.5	Kommunikation und Konfliktbewältigung	40
3	Umgang mit Chemikalien und Werkstoffen	43
3.1	Umgang mit Chemikalien	43
3.2	Werkstoffe im Laboratorium	44
3.2.1	Werkstoff Glas	44
3.2.2	Werkstoff Metall	47
3.2.3	Werkstoff Kork und Gummi	48
3.2.4	Werkstoff Kunststoff	49
4	Umgang mit Arbeitsgeräten und Energieträgern	51
4.1	Massenmessung	51
4.1.1	Basisgröße Masse	52
4.1.2	Gewichtskraft	52
4.1.3	Bestimmung der Masse	53
4.1.3.1	Der Umgang mit Waagen	54
4.1.3.2	Abwiegen von Gegenständen	55
4.1.3.3	Einfluss der Umgebung auf das Wäageergebnis	56
4.1.4	Qualifizierung von Waagen	57
4.2	Volumenmessung	61
4.2.1	Physikalische Definitionen	62
4.2.1.1	Basisgröße Länge	62
4.2.1.2	Volumen	62
4.2.2	Geräte zur Volumenmessung	62
4.2.2.1	Einlaufgeeichte Messgeräte (In)	63
4.2.2.2	Auslaufgeeichte Messgeräte (Ex)	65
4.2.3	Allgemeiner Umgang mit Volumenmessgeräten	70
4.2.3.1	Kennzeichnung der Geräte	70
4.2.3.2	Arbeitshinweise	70
4.2.3.3	Qualifizierung von Volumenmessgeräten	73
4.2.4	Spritzen zur Flüssigkeitsentnahme	77
4.2.4.1	Mikrospritzen	77
4.2.4.2	Spritzen mit Luer-Anschluss	78
4.3	Temperaturmessung	78
4.3.1	Wärme und Temperatur	78
4.3.2	Temperaturmessgeräte	79
4.3.2.1	Flüssigkeitsthermometer	79
4.3.2.2	Bimetallthermometer	81
4.3.2.3	Thermoelement	81
4.3.2.4	Elektrisches Widerstandsthermometer	82
4.3.2.5	Pyropter (optisches Pyrometer)	82
4.4	Heizgeräte	82

4.4.1	Brenner	82
4.4.2	Elektrische Heizgeräte	85
4.5	Kühlsysteme	88
4.6	Bewegen von Flüssigkeiten	90
4.7	Trocknen von Feststoffen, Flüssigkeiten und Gasen	91
4.8	Trennen mit Zentrifugen	99
4.9	Arbeiten unter Vakuum	100
4.10	Umgang mit Gasen	103
4.11	Arbeiten mit dem Mikroskop	106
4.12	Arbeiten mit dem Ultraschallbad	108
5	Qualitätssichernde Maßnahmen im Laboratorium	109
5.1	Qualitätsregularien	110
5.1.1	GLP/GMP	110
5.1.2	Akkreditierung nach EN 45001 bzw. ISO 17025	113
5.2	Ratschläge zur Steigerung der Qualität im Laboratorium	115
6	Wirtschaftlichkeit im Laboratorium	119
6.1	Kosten	119
6.1.1	Personalkosten	120
6.1.2	Geräte und Materialkosten	121
6.1.3	Energiekosten	124
6.2	Ermittlung von Gesamtkosten	124
7	Dokumentation und Protokollierung	127
7.1	Anfertigung allgemeiner Protokolle	128
7.2	Spezielle Form einer Syntheseprotokollierung	129
7.3	Spezielle Formulierung eines Analysenprotokolls	132
7.4	Genauigkeit in der Angabe von Zahldaten	134
8	Herstellung von Lösungen und Messungen von Konstanten (Prozess)	139
8.1	Prozessbeschreibung	139
8.2	Lösungen und disperse Systeme	140
8.3	Anteil- und Konzentrationsangaben	145
8.3.1	Massenanteil	145
8.3.2	Volumenanteil	147
8.3.3	Massenkonzentration	148
8.3.4	Volumenkonzentration	248
8.3.5	Stoffmengenkonzentration	148
8.4	Mischen von Lösungen	149
8.5	Bestimmung von Konstanten	152
8.5.1	Gerätequalifikation	152
8.5.2	Bestimmung des Brechungsindex	254
8.5.2.1	Messung mit dem Abbe-Refraktometer	155
8.5.2.2	Gerätequalifikation des Refraktometers	155

VIII I Inhaltsverzeichnis

8.5.3	Dichtebestimmung von Flüssigkeiten	156
8.5.3.1	Dichtebestimmung mit dem Pyknometer	159
8.5.3.2	Dichtebestimmung mit der Mohr-Westphalschen Waage	260
8.5.3.3	Dichtebestimmung mit dem Aräometer (Spindel)	262
8.5.4	pH-Wert-Messung	163
8.5.4.1	Umgang mit pH-Papier (Indikatorpapier)	164
8.5.4.2	Messen mit pH-Elektroden (Einstabmesskette)	164
8.5.4.3	Umgang mit der pH-Elektrode	166
8.5.5	Bestimmung der Viskosität	168
8.5.5.1	Messung mit dem Höppler-Viskosimeter	171
8.5.5.2	Aufnahme der Fließkurve mit dem Rotationsviskosimeter	173
8.5.6	Bestimmung der Oberflächenspannung	275
9	Volumetrische Analysen	279
9.1	Analytische Chemie	279
9.2	Volumetrische Analysen	180
9.2.1	Neutralisationsreaktion	180
9.2.1.1	Berechnung von Maßlösungen	182
9.2.1.2	Herstellung von Maßlösungen	185
9.2.1.3	Titerbestimmung	186
9.2.1.4	Titrationen	189
9.2.1.5	Indikatorauswahl	193
9.2.1.6	Quantifizieren von Analyten in einer Probe	195
9.2.2	Redoxtitrationen	199
9.2.2.1	Redoxvorgänge	199
9.2.2.2	Ermittlung der Oxidationszahlen	202
9.2.2.3	Aufstellung der Reaktionsgleichung (Ionenschreibweise)	202
9.2.2.4	Permanganometrie	203
9.2.2.5	Iodometrische Bestimmungen	206
9.2.3	Argentometrische Titrations	209
9.2.4	Komplexometrische Titrations	222
9.3	Projektarbeit	216
9.3.1	Projektbeschreibung	216
9.3.2	Auswertung des Projektes	217
10	Herstellen und Trennen von Feststoffmischungen, Fixpunktmessung (Prozess)	219
10.1	Prozessbeschreibung	219
10.2	Der Schmelzpunkt	220
10.2.1	Der Mischschmelzpunkt	221
10.2.2	Die Bestimmung des Schmelzpunktes	221
10.2.3	Aufgaben zur Schmelzpunktbestimmung	224
10.3	Bestimmung der Dichte von Feststoffen	226
10.3.1	Bestimmung der Dichte von Feststoffen mit der hydrostatischen Waage	226

10.3.2	Bestimmung der Dichte von Feststoffen mit dem Pyknometer	226
10.3.3	Aufgaben zur Dichtebestimmung	228
10.4	Homogenisieren	228
10.5	Die Feststoffextraktion	230
10.6	Mechanisches Trennen von Feststoffgemischen	232
10.6.1	Klassieren durch Sieben	233
10.6.2	Die Siebanalyse	234
11	Präparative und analytische Filtrationen (Prozess)	239
11.1	Prozessbeschreibung	239
11.2	Allgemeine Einführung	240
11.3	Filtrationsmethoden	240
11.3.1	Filtration bei Normaldruck	240
11.3.2	Filtration bei Unterdruck	242
11.3.3	Filtration bei Überdruck	243
11.4	Waschen von Niederschlägen	243
11.5	Einfache Ionennachweise des Filtrates	243
11.6	Trocknen des abfiltrierten Rückstandes (Filterkuchen)	245
11.7	Präparative Filtration	245
11.7.1	Präparative Filtration bei Normaldruck	245
11.7.2	Präparative Filtration bei Unterdruck	246
11.7.3	Präparatives Trocknen	246
11.7.4	Projektaufgaben „Präparative Filtration“ und „Ionennachweise“	246
11.7.4.1	Ionennachweise	246
11.7.4.2	Präparative Trennung	247
11.8	Analytische Filtration für eine gravimetrische Quantifizierung	247
11.8.1	Analytische Papierfilterfiltration (Prozess I)	248
11.8.1.1	Durchführung einer direkten Fällung	248
11.8.1.2	Filtration mit Hilfe von Papierfiltern	250
11.8.1.3	Überführung des Niederschlages in eine wägbare Form durch Glühen	252
11.8.1.4	Berechnung von gravimetrischen Analysenergebnissen	254
11.8.1.5	Fehlersuche Fe (Trouble shooting)	257
11.8.2	Analytische Filtertiegelfiltration (Prozess II)	258
11.8.2.1	Durchführung von indirekten Fällungen	258
11.8.2.2	Analytische Unterdruckfiltration	259
11.8.2.3	Fehlersuche Ni (Trouble shooting)	261
11.9	Projektaufgaben „Analytische Filtration“	263
12	Produktsynthese Veresterung (Prozess)	267
12.1	Prozessbeschreibung	267
12.2	Synthese	268
12.2.1	Reaktionsbeschreibung	268
12.2.2	Syntheseapparatur	270
12.2.3	Reaktionsdurchführung	272

X I Inhaltsverzeichnis

12.3	Extraktion von Flüssigkeiten	273
12.3.1	Methoden der flüssig-flüssig-Extraktion	274
12.3.2	Extraktion des synthetisierten Esters	277
12.4	Destillation	278
12.4.1	Destillationsverfahren	282
12.4.1.1	Gleichstromdestillation	282
12.4.1.2	Destillation des synthetisierten Esters	284
12.4.1.3	Gegenstromdestillation (Rektifikation)	284
12.4.1.4	Vakuumdestillation	288
12.4.1.5	Vakuumdestillation des synthetisierten Esters	291
12.4.1.6	Schleppmitteldestillation (Wasserdampfdestillation)	292
12.5	Ausbeuteberechnungen	292
12.6	Möglichkeiten der Beeinflussung von Kosten, Ausbeute und Produktqualität	294
12.7	Produktanalytik	294
12.8	Synthesetransfer	295
13	Produktsynthese Verseifung (Prozess)	297
13.1	Prozessbeschreibung	297
13.2	Synthese	298
13.2.1	Reaktionsbeschreibung	298
13.2.2	Syntheseapparatur	299
13.2.3	Reaktionsdurchführung	299
13.3	Umkristallisation	300
13.3.1	Umkristallisation aus heiß gesättigter Lösung	300
13.3.1.1	Umkristallisation in wässrigem Lösemittel	303
13.3.1.2	Umkristallisation in organischen Lösemitteln bzw. Lösemittelgemischen	304
13.3.1.3	Umkristallisation der synthetisierten Salicylsäure	305
13.3.2	Umfällung	306
13.4	Ausbeuteberechnungen	308
13.5	Produktanalytik	308
14	Produktsynthese Oxidation (Prozess)	311
14.1	Prozessbeschreibung	311
14.2	Synthese	312
14.2.1	Reaktionsbeschreibung	312
14.2.2	Syntheseapparatur	314
14.2.3	Präparation des Trockenröhrchens	324
14.2.4	Reaktionsdurchführung, Ablauf der Reaktion	325
14.3	Trennung der Reaktionsprodukte	326
14.3.1	Trennung mit Hilfe der Wasserdampfdestillation	316
14.3.2	Trennung des Gemisches mit Hilfe der Chromatografie	318
IAA	Lösemittelrecycling	324

14.5	Produktkontrolle durch Titration der Benzoesäure	325
14.6	Biochemische Reaktion, Hemmung durch Benzoesäure	325
14.6.1	Reaktion	325
14.6.2	Reaktionsdurchführung	326
14.7	Interpretation des Oxidationsprozesses	326
14.8	Prozessübertragung	326
15	Herstellung von Natriumcarbonat durch eine Casreaktion (Prozess)	327
15.1	Prozessbeschreibung	327
15.2	Umgang mit Gasen	328
15.2.1	Gasentwicklung	328
15.2.2	Geräte zur Gasentwicklung	329
15.2.3	Auffangen von Gasen	332
15.2.4	Probennahme von Gasen	332
15.2.5	Gasreinigung	333
15.2.6	Messung von Gasvolumina	334
15.3	Prozess: Synthese von Natriumhydrogencarbonat	337
15.3.1	Reaktionsbeschreibung	337
15.3.2	Syntheseapparatur	337
15.3.3	Reaktionsdurchführung	338
15.4	Qualitativer Nachweis von Natriumhydrogencarbonat	339
15.4.1	Nachweis von Natriumionen	339
15.4.2	Nachweis von Carbonationen	339
15.4.3	Nachweis von Ammoniumionen	340
15.4.4	Nachweis von Chloridionen	340
15.5	Quantifizierung von Natriumhydrogencarbonat	340
15.6	Umsetzung von Natriumhydrogencarbonat zu Natriumcarbonat	342
15.7	Projektaufgaben	342
16	Herstellung von Kupfersulfat, eine englische Anweisung	343
16.1	Prozessbeschreibung	343
16.2	Formation of Copper Sulfate Pentahydrate	344
16.2.1	Objectives	344
16.2.2	Working Protection	344
16.2.3	Basic Theory	344
16.2.4	Equation	345
16.2.5	Procedure	345
16.2.6	Eqyipment	345
16.2.7	CMemicals	346
16.2.8	Experimental	346
16.2.9	Quantification Using a Complexometric Titration	347
16.2.9.1	StandardisetheEDTATitre	347
16.2.9.2	Complexometric Titration for Copper	347
16.3	Vocabulary	347
16.4	Übung	349

XII | *Inhaltsverzeichnis*

17	Anhang	353
17.1	Tabellen	353
17.2	Umgang mit dem Beilstein Handbuch	359
	Part I - The Indexes	360
	Part II - The Data Volumes	362
17.3	Abbildungen wichtiger Laborglasgeräte	364
18	Medienliste	375
18.1	Empfohlene links	375
18.2	Empfohlene Bücher zur Labortechnik	376
	Register	379