Inhaltsverzeichnis

Vorwort *XIII*

Anmerkung *XV*

1 **Handlungs- und Prozessorientierung** *1*

2 **Arbeitssicherheit, Umweltschutz und Kommunikation im Sinne von Responsible Care** *5*

2.1 Responsible Care und Leitlinien der chemischen Industrie *5*
2.2 Arbeitssicherheit *7*
2.2.1 Sicheres Handeln im Laboratorium *9*
2.2.1.1 Allgemeine Grundsätze *9*
2.2.1.2 Bauliche Sicherheitseinrichtungen im Laboratorium *11*
2.2.1.3 Brand- und Explosionsverhütung *12*
2.2.1.4 Bekämpfung von Feuer *14*
2.2.1.5 Tätigkeit mit gesundheitsschädlichen Chemikalien *16*
2.2.1.6 Grenzwerte *25*
2.2.1.7 Schutzmaßnahmen *26*
2.2.2 Gesetzliche Grundlagen *29*
2.2.2.1 Berufsgenossenschaft der chemischen Industrie *30*
2.2.2.2 Gewerbeaufsicht *31*
2.2.2.3 Versicherungsrechtliche Aspekte von Arbeitsunfällen und Berufskrankheiten *31*
2.3 Umweltschutz *33*
2.3.1 Grundlagen des Umweltschutzes *34*
2.3.1.1 Ökologie *34*
2.3.1.2 Emission und Immission *35*
2.3.2 Gesetzliche Regelungen *36*
2.3.3 Die Ökofaktoren *38*
2.3.3.1 Schutz von Wasser *38*
2.3.3.2 Schutz der Luft *40*
2.3.3.3 Abfallsammlung, -verwertung und -entsorgung *42*
2.3.3.4 Schutz vor Lärm *44*

1 × 1 der Laborpraxis: Prozessorientierte Labortechnik für Studium und Berufsausbildung. 2. Auflage.
Stefan Eckhardt, Wolfgang Gottwald, Bianca Stieglitz

Copyright © 2007 WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim

ISBN: 978-3-527-31657-1

2.3.3.5 Schutz vor energiereicher Strahlung *45*
2.4 Informationsbeschaffung *45*
2.4.1 Datenermittlung aus Fachliteratur *45*
2.4.2 Datenermittlung von CDs *46*
2.4.3 Datenermittlung aus dem Internet *46*
2.5 Kommunikation und Konfliktbewältigung *51*

3 Umgang mit Chemikalien und Werkstoffen *53*
3.1 Umgang mit Chemikalien *53*
3.2 Werkstoffe im Laboratorium *54*
3.2.1 Werkstoff Glas *54*
3.2.2 Werkstoff Metall *57*
3.2.3 Werkstoff Kork und Gummi *58*
3.2.4 Werkstoff Kunststoff *59*

4 Umgang mit Arbeitsgeräten und Energieträgern *61*
4.1 Massenmessung *61*
4.1.1 Basisgröße Masse *61*
4.1.2 Gewichtskraft *62*
4.1.3 Bestimmung der Masse *63*
4.1.3.1 Der Umgang mit Waagen *64*
4.1.3.2 Abwiegen von Gegenständen *65*
4.1.3.3 Einfluss der Umgebung auf das Wägeergebnis *66*
4.1.4 Qualifizierung von Waagen *67*
4.2 Volumenmessung *71*
4.2.1 Physikalische Definitionen *72*
4.2.1.1 Basisgröße Länge *72*
4.2.1.2 Volumen *72*
4.2.2 Geräte zur Volumenmessung *72*
4.2.2.1 Einlaufgeeichte Messgeräte (In) *73*
4.2.2.2 Auslaufgeeichte Messgeräte (Ex) *75*
4.2.3 Allgemeiner Umgang mit Volumenmessgeräten *80*
4.2.3.1 Kennzeichnung der Geräte *80*
4.2.3.2 Arbeitshinweise *82*
4.2.3.3 Qualifizierung von Volumenmessgeräten *83*
4.2.4 Spritzen zur Flüssigkeitsentnahme *87*
4.2.4.1 Mikrospritzen *88*
4.2.4.2 Spritzen mit Luer-Anschluss *88*
4.3 Temperaturmessung *89*
4.3.1 Wärme und Temperatur *89*
4.3.2 Temperaturmessgeräte *90*
4.3.2.1 Flüssigkeitsthermometer *90*
4.3.2.2 Bimetallthermometer *92*
4.3.2.3 Thermoelement *92*
4.3.2.4 Elektrisches Widerstandsthermometer *92*

4.3.2.5 Pyropter (optisches Pyrometer) *93*
4.4 Heizgeräte *93*
4.4.1 Brenner *93*
4.4.2 Elektrische Heizgeräte *96*
4.5 Kühlsysteme *99*
4.6 Bewegen von Flüssigkeiten *101*
4.7 Trocknen von Feststoffen, Flüssigkeiten und Gasen *103*
4.8 Trennen mit Zentrifugen *110*
4.9 Arbeiten unter Vakuum *111*
4.10 Umgang mit Gasen *114*
4.11 Arbeiten mit dem Mikroskop *117*
4.12 Arbeiten mit dem Ultraschallbad *120*

5 Qualitätssichernde Maßnahmen im Laboratorium *121*
5.1 Qualitätsregularien *122*
5.1.1 GLP/GMP *122*
5.1.2 Akkreditierung nach EN 45001 bzw. ISO 17025 *126*
5.2 Ratschläge zur Steigerung der Qualität im Laboratorium *128*
5.3 Qualitätssicherung analytischer Verfahren (Validierung) *129*
5.3.1 Validierungsparameter Präzision *131*
5.3.2 Validierungsparameter Richtigkeit *133*
5.3.3 Validierungsparameter Robustheit *135*
5.4 Statistische Bewertungen von Arbeitsergebnissen *135*
5.5 Fehlerfortpflanzung *137*
5.5.1 Berechnung eines „subtraktiven Prozesses" *138*
5.5.2 Berechnung eines „Quotienten- Prozesses" *138*

6 Wirtschaftlichkeit im Laboratorium *141*
6.1 Kosten *141*
6.1.1 Personalkosten *142*
6.1.2 Geräte und Materialkosten *143*
6.1.3 Energiekosten *146*
6.2 Ermittlung von Gesamtkosten *147*

7 Dokumentation und Protokollierung *149*
7.1 Anfertigung allgemeiner Protokolle *150*
7.2 Spezielle Form einer Syntheseprotokollierung *151*
7.3 Spezielle Formulierung eines Analysenprotokolls *155*
7.4 Genauigkeit in der Angabe von Zahlendaten *157*

8 Herstellung von Lösungen und Messungen von Konstanten (Prozess) *161*
8.1 Prozessbeschreibung *161*
8.2 Lösungen und disperse Systeme *162*
8.3 Anteil- und Konzentrationsangaben *167*
8.3.1 Massenanteil *167*

8.3.2 Volumenanteil *169*
8.3.3 Massenkonzentration *170*
8.3.4 Volumenkonzentration *170*
8.3.5 Stoffmengenkonzentration *171*
8.4 Mischen von Lösungen *172*
8.5 Bestimmung von Konstanten *174*
8.5.1 Gerätequalifikation *175*
8.5.2 Bestimmung des Brechungsindexes *177*
8.5.2.1 Messung mit dem Abbe-Refraktometer *178*
8.5.2.2 Gerätequalifikation des Refraktometers *179*
8.5.3 Dichtebestimmung von Flüssigkeiten *180*
8.5.3.1 Dichtebestimmung mit dem Pyknometer *182*
8.5.3.2 Dichtebestimmung mit der Mohr-Westphalschen Waage *184*
8.5.3.3 Dichtebestimmung mit dem Aräometer (Spindel) *185*
8.5.4 pH-Wert-Messung *186*
8.5.4.1 Umgang mit pH-Papier (Indikatorpapier) *187*
8.5.4.2 Messen mit pH-Elektroden (Einstabmesskette) *188*
8.5.4.3 Umgang mit der pH-Elektrode *189*
8.5.5 Bestimmung der Viskosität *192*
8.5.5.1 Messung mit dem Höppler-Viskosimeter *195*
8.5.5.2 Aufnahme der Fließkurve mit dem Rotationsviskosimeter *197*
8.5.6 Bestimmung der Oberflächenspannung *198*

9 Volumetrische Analysen *203*
9.1 Analytische Chemie *203*
9.2 Volumetrische Analysen *204*
9.2.1 Neutralisationsreaktion *204*
9.2.1.1 Berechnung von Maßlösungen *206*
9.2.1.2 Herstellung von Maßlösungen *209*
9.2.1.3 Titerbestimmung *210*
9.2.1.4 Titrationskurven *214*
9.2.1.5 Indikatorauswahl *218*
9.2.1.6 Quantifizieren von Analyten in einer Probe *220*
9.2.2 Redoxtitrationen *224*
9.2.2.1 Redoxvorgänge *224*
9.2.2.2 Ermittlung der Oxidationszahlen *226*
9.2.2.3 Aufstellung der Reaktionsgleichung (Ionenschreibweise) *227*
9.2.2.4 Permanganometrie *229*
9.2.2.5 Iodometrische Bestimmungen *232*
9.2.3 Argentometrische Titrationen *235*
9.2.4 Komplexometrische Titrationen *237*
9.3 Projektarbeit *242*
9.3.1 Projektbeschreibung *242*
9.3.2 Auswertung des Projektes *243*

10 Herstellen und Trennen von Feststoffmischungen, Fixpunktmessung (Prozess) *245*
10.1 Prozessbeschreibung *245*
10.2 Der Schmelzpunkt *246*
10.2.1 Der Mischschmelzpunkt *247*
10.2.2 Die Bestimmung des Schmelzpunktes *247*
10.2.3 Aufgaben zur Schmelzpunktbestimmung *250*
10.3 Bestimmung der Dichte von Feststoffen *252*
10.3.1 Bestimmung der Dichte von Feststoffen mit der hydrostatischen Waage *252*
10.3.2 Bestimmung der Dichte von Feststoffen mit dem Pyknometer *252*
10.3.3 Aufgaben zur Dichtebestimmung *254*
10.4 Homogenisieren *254*
10.5 Die Feststoffextraktion *256*
10.6 Mechanisches Trennen von Feststoffgemischen *258*
10.6.1 Klassieren durch Sieben *259*
10.6.2 Die Siebanalyse *260*

11 Präparative und analytische Filtrationen (Prozess) *265*
11.1 Prozessbeschreibung *265*
11.2 Allgemeine Einführung *266*
11.3 Filtrationsmethoden *266*
11.3.1 Filtration bei Normaldruck *266*
11.3.2 Filtration bei Unterdruck *268*
11.3.3 Filtration bei Überdruck *269*
11.4 Waschen von Niederschlägen *269*
11.5 Einfache Ionennachweise des Filtrates *269*
11.6 Trocknen des abfiltrierten Rückstandes (Filterkuchen) *271*
11.7 Präparative Filtration *271*
11.7.1 Präparative Filtration bei Normaldruck *271*
11.7.2 Präparative Filtration bei Unterdruck *272*
11.7.3 Präparatives Trocknen *272*
11.7.4 Projektaufgaben „Präparative Filtration“ und „Ionennachweise“ *272*
11.7.4.1 Ionennachweise *272*
11.7.4.2 Präparative Trennung *273*
11.8 Analytische Filtration für eine gravimetrische Quantifizierung *273*
11.8.1 Analytische Papierfilterfiltration (Prozess I) *274*
11.8.1.1 Durchführung einer direkten Fällung *274*
11.8.1.2 Filtration mit Hilfe von Papierfiltern *277*
11.8.1.3 Überführung des Niederschlages in eine wägbare Form durch Glühen *279*
11.8.1.4 Berechnung von gravimetrischen Analysenergebnissen *281*
11.8.1.5 Fehlersuche Fe (Trouble shooting) *283*

11.8.2 Analytische Filtertiegelfiltration (Prozess II) *284*
11.8.2.1 Durchführung von indirekten Fällungen *285*
11.8.2.2 Analytische Unterdruckfiltration *285*
11.8.2.3 Fehlersuche Ni (Trouble shooting) *288*
11.9 Projektaufgaben „Analytische Filtration" *289*

12 Produktsynthese Veresterung (Prozess) *295*
12.1 Prozessbeschreibung *295*
12.2 Synthese *295*
12.2.1 Reaktionsbeschreibung *296*
12.2.2 Syntheseapparatur *298*
12.2.3 Reaktionsdurchführung *300*
12.3 Extraktion von Flüssigkeiten *301*
12.3.1 Methoden der flüssig-flüssig-Extraktion *302*
12.3.2 Extraktion des synthetisierten Esters *305*
12.4 Destillation *306*
12.4.1 Destillationsverfahren *310*
12.4.1.1 Gleichstromdestillation *310*
12.4.1.2 Destillation des synthetisierten Esters *312*
12.4.1.3 Gegenstromdestillation (Rektifikation) *312*
12.4.1.4 Vakuumdestillation *316*
12.4.1.5 Vakuumdestillation des synthetisierten Esters *319*
12.4.1.6 Schleppmitteldestillation (Wasserdampfdestillation) *320*
12.5 Ausbeuteberechnungen *320*
12.6 Möglichkeiten der Beeinflussung von Kosten, Ausbeute und Produktqualität *322*
12.7 Produktanalytik *323*
12.8 Synthesetransfer *324*

13 Produktsynthese Verseifung (Prozess) *325*
13.1 Prozessbeschreibung *325*
13.2 Synthese *326*
13.2.1 Reaktionsbeschreibung *326*
13.2.2 Syntheseapparatur *327*
13.2.3 Reaktionsdurchführung *327*
13.3 Umkristallisation *328*
13.3.1 Umkristallisation aus heiß gesättigter Lösung *328*
13.3.1.1 Umkristallisation in wässrigem Lösemittel *332*
13.3.1.2 Umkristallisation in organischen Lösemitteln bzw. Lösemittelgemischen *333*
13.3.1.3 Umkristallisation der synthetisierten Salicylsäure *334*
13.3.2 Umfällung *334*
13.4 Ausbeuteberechnungen *335*
13.5 Produktanalytik *336*

14 Produktsynthese Oxidation (Prozess) *339*
14.1 Prozessbeschreibung *339*
14.2 Synthese *340*
14.2.1 Reaktionsbeschreibung *340*
14.2.2 Syntheseapparatur *341*
14.2.3 Präparation des Trockenröhrchens *343*
14.2.4 Reaktionsdurchführung, Ablauf der Reaktion *343*
14.3 Trennung der Reaktionsprodukte *344*
14.3.1 Trennung mit Hilfe der Wasserdampfdestillation *344*
14.3.2 Trennung des Gemisches mit Hilfe der Chromatografie *347*
14.4 Lösemittelrecycling *353*
14.5 Produktkontrolle durch Titration der Benzoesäure *353*
14.6 Biochemische Reaktion, Hemmung durch Benzoesäure *354*
14.6.1 Reaktion *354*
14.6.2 Reaktionsdurchführung *354*
14.7 Interpretation des Oxidationsprozesses *355*
14.8 Prozessübertragung *355*

15 Herstellung von Natriumcarbonat durch eine Gasreaktion (Prozess) *357*
15.1 Prozessbeschreibung *357*
15.2 Umgang mit Gasen *358*
15.2.1 Gasentwicklung *358*
15.2.2 Geräte zur Gasentwicklung *359*
15.2.3 Auffangen von Gasen *361*
15.2.4 Probennahme von Gasen *362*
15.2.5 Gasreinigung *363*
15.2.6 Messung von Gasvolumina *364*
15.3 Prozess: Synthese von Natriumhydrogencarbonat *367*
15.3.1 Reaktionsbeschreibung *367*
15.3.2 Syntheseapparatur *367*
15.3.3 Reaktionsdurchführung *368*
15.4 Qualitativer Nachweis von Natriumhydrogencarbonat *369*
15.4.1 Nachweis von Natriumionen *369*
15.4.2 Nachweis von Carbonationen *369*
15.4.3 Nachweis von Ammoniumionen *370*
15.4.4 Nachweis von Chloridionen *370*
15.5 Quantifizierung von Natriumhydrogencarbonat *370*
15.6 Umsetzung von Natriumhydrogencarbonat zu Natriumcarbonat *371*
15.7 Projektaufgaben *371*

16 Herstellung von Kupfersulfat, eine englische Anweisung *373*
16.1 Prozessbeschreibung *373*
16.2 Formation of Copper Sulfate Pentahydrate *374*
16.2.1 Objectives *374*
16.2.2 Working Protection *374*

16.2.3 Basic Theory *375*
16.2.4 Equation *375*
16.2.5 Procedure *375*
16.2.6 Equipment *375*
16.2.7 Chemicals *376*
16.2.8 Experimental *376*
16.2.9 Quantification Using a Complexometric Titration *376*
16.2.9.1 Standardise the EDTA Titre *377*
16.2.9.2 Complexometric Titration for Copper *377*
16.3 Vocabulary *377*
16.4 Übung *379*

17 Vorbereitung zur praktischen „Teil 1 Prüfung" für Chemielaboranten *383*
17.1 Allgemeine Tipps bei der Durchführung der praktischen Prüfung *384*
17.2 Exemplarische präparative Aufgabe *386*
17.2.1 Aufgabe: Herstellung von Diacetyldioxim *387*
17.2.2 Detaillierte Beschreibung der Arbeitsvorschrift *388*
17.2.3 Auswertung der präparativen Aufgabe *392*
17.3 Exemplarische Aufgabe „Charakterisieren von Produkten" *393*
17.3.1 Vollständige Arbeitsweise *393*
17.3.2 Detaillierte Arbeitsvorschrift „Charakterisieren von Produkten" *394*
17.3.3 Auswertung der Aufgabe „Charakterisieren von Produkten" *396*
17.4 Gesamtauswertung der praktischen Prüfung *397*

18 Anhang *399*
18.1 Tabellen *399*
18.2 Umgang mit dem Beilstein Handbuch *406*
18.3 Abbildungen wichtiger Laborglasgeräte *411*

19 Medienliste *421*
19.1 Empfohlene Links *421*
19.2 Empfohlene Bücher zur Laboratoriumstechnik *422*

Sachverzeichnis *425*