

# Inhaltsverzeichnis

**Vorwort** XIII

**Anmerkung** XV

<b>1</b>	<b>Handlungs- und Prozessorientierung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Arbeitssicherheit, Umweltschutz und Kommunikation im Sinne von Responsible Care</b>	<b>5</b>
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

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
<b>3</b>	<b>Umgang mit Chemikalien und Werkstoffen</b>	<b>53</b>
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
<b>4</b>	<b>Umgang mit Arbeitsgeräten und Energieträgern</b>	<b>61</b>
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 Wäageergebnis	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
<b>5</b>	<b>Qualitätssichernde Maßnahmen im Laboratorium</b>	<b>121</b>
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
<b>6</b>	<b>Wirtschaftlichkeit im Laboratorium</b>	<b>141</b>
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
<b>7</b>	<b>Dokumentation und Protokollierung</b>	<b>149</b>
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 Zahldaten	157
<b>8</b>	<b>Herstellung von Lösungen und Messungen von Konstanten (Prozess)</b>	<b>161</b>
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 Brechungsindex 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 Titrationsen 235
  - 9.2.4 Komplextometrische Titrationsen 237
- 9.3 Projektarbeit 242
  - 9.3.1 Projektbeschreibung 242
  - 9.3.2 Auswertung des Projektes 243

<b>10</b>	<b>Herstellen und Trennen von Feststoffmischungen, Fixpunktmessung (Prozess)</b>	<b>245</b>
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
<b>11</b>	<b>Präparative und analytische Filtrationen (Prozess)</b>	<b>265</b>
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 Filtriergelfiltration (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
<b>12</b>	<b>Produktsynthese Veresterung (Prozess)</b>	<b>295</b>
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
<b>13</b>	<b>Produktsynthese Verseifung (Prozess)</b>	<b>325</b>
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
<b>17</b>	<b>Vorbereitung zur praktischen „Teil 1 Prüfung“ für Chemielaboranten</b>	<b>383</b>
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
<b>18</b>	<b>Anhang</b>	<b>399</b>
18.1	Tabellen	399
18.2	Umgang mit dem Beilstein Handbuch	406
18.3	Abbildungen wichtiger Laborglasgeräte	411
<b>19</b>	<b>Medienliste</b>	<b>421</b>
19.1	Empfohlene Links	421
19.2	Empfohlene Bücher zur Laboratoriumstechnik	422
	<b>Sachverzeichnis</b>	<b>425</b>