

INHALTSÜBERSICHT

Einleitung und Grundbegriffe	2
Gewichtsanalyse, Gravimetrie	2
Maßanalyse, Volumetrie	3
Kolorimetrie, Photometrie	3
Sonderverfahren	3
Wichtige Laborgeräte	4
Glassorten	4
Erweichungspunkt	4
Ausdehnungskoeffizient	4
chemische Beständigkeit	4
Messgeräte aus Glas	5
Kalibrierarten (auf Einguss, auf Ausguss)	5
Entfetten	5
Messzylinder, Mensur	6
Messkolben	6
Pipetten	7
Vollpipetten, Genauigkeitsklassen	7
Messpipetten, Genauigkeitsklassen	8
Büretten	9
Bauarten	9
Genauigkeitsklassen	10
Sonderformen	11
Kolbenbüretten	11
Wägebüretten	11
Kontrolle der Kalibrierung von Volumenmessgeräten	12
Kontrolle bei Messkolben	12
Kontrolle bei Pipetten und Büretten	13
Geräte zum Filtrieren	14
Papierfilter	14
Qualitative Filterpapiere	14
Quantitative Filterpapiere	14
Hartfilter	14
Übersicht über Handelsprodukte	15
Glasfritten	16
Porzellanfiltertiegel	16

ANALYTISCHE CHEMIE

Einleitung und Grundbegriffe

Die **analytische Chemie** befasst sich mit dem Nachweis und der mengenmäßigen Bestimmung von Stoffen.

Geht es dabei um den **Nachweis** von Substanzen, also um die Frage, **welche Stoffe** vorhanden sind, so spricht man von **qualitativer Analyse**.

Soll festgestellt werden, **wieviele vom jeweiligen Stoff** in einer Probe enthalten ist, muss eine **quantitative Analyse** durchgeführt werden.

Bei der **qualitativen Analyse** versucht man den nachzuweisenden Stoff zu bestimmten physikalischen oder chemischen Reaktionen zu veranlassen, durch welche er sein Vorhandensein verrät. Dazu ist meist eine sehr gute Kenntnis der jeweiligen Eigenschaften und auch eine gewisse kriminalistische Denkweise notwendig, um mit möglichst geringem Aufwand zu einer brauchbaren Aussage zu gelangen.

Bei der **quantitativen Analyse** ist vor allem ein möglichst umsichtiges und sauberes Arbeiten und ein genaues Einhalten der Arbeitsvorschriften wichtig. Gearbeitet wird meist nach mit großem Aufwand erstellten Analysenvorschriften, welche versuchen möglichst alle Fehlermöglichkeiten auszuschließen. Selbständige Abänderungen sollten nur bei guter Kenntnis aller theoretischen Gegebenheiten erfolgen!

Die vielen quantitativen Bestimmungsmethoden lassen sich grob in die folgenden Hauptgebiete einteilen:

1. Gewichtsanalyse, Gravimetrie:

Der zu bestimmende Stoff wird durch eine chemische oder physikalische Reaktion aus der Probenmischung abgetrennt, durch eine entsprechende Behandlung (Filtern, Waschen, Trocknen, Glühen usw.) in einen genau wägbaren Zustand übergeführt und abschließend ausgewogen. Nach den Regeln der Stöchiometrie wird die dabei erhaltene Masse der sog. Wägeform auf die jeweils gefragte Gehaltsangabe der Probe umgerechnet.

Beispiel: Eisenionen in einer Lösung werden durch Zusatz von überschüssiger Ammoniaklösung als Eisenhydroxid ausgefällt ("Fällungsform"). Der Niederschlag wird abfiltriert, durch Waschen von unerwünschten Fremdionen befreit, durch Trocknen und Glühen in Eisenoxid übergeführt ("Wägeform") und schließlich ausgewogen. Mittels der molaren Massen wird auf die Eisenmenge in der Lösung oder in der vorher gelösten Feststoffprobe zurückgerechnet.

Kriterium: Das Reagenz (Fällungsreagenz) wird im Überschuss zugesetzt! Der fragliche Analysenwert wird durch eine Massenbestimmung erhalten.

2. Maßanalyse, Volumetrie:

Man bestimmt die Menge einer Reagenzlösung mit ganz genau bekanntem Gehalt, die nötig ist, um eine genau festgelegte Reaktion mit dem zu bestimmenden Stoff gerade ablaufen zu lassen. Aus dem dazu verbrauchten Volumen und dem Gehalt der Reagenzlösung wird auf den gesuchten Stoff zurückgerechnet.

Wichtig ist dabei, dass die Reaktion absolut eindeutig und rasch abläuft, und dass der Endpunkt genau zu erkennen ist.

Beispiel: Zur Bestimmung der Chloridmenge in einer Probenlösung wird tropfenweise so lange eine Silbernitratlösung mit genau bekanntem Gehalt zugesetzt, bis kein weiterer Niederschlag von AgCl mehr ausfällt.

Beispiel: Eine unbekannte Säuremenge wird tropfenweise so lange mit einer NaOH -Lösung mit genau bekanntem Gehalt versetzt, bis ein zugesetzter Farbindikator den Neutralpunkt anzeigt.

Kriterium: Das Reagenz wird so genau wie möglich in der Menge zugesetzt, wie gerade zum vollständigen Ablauf der Reaktion notwendig ist! Der fragliche Analysenwert wird in den meisten Fällen durch eine Volumsmessung erhalten.

3. Kolorimetrie, Photometrie:

Der zu bestimmende Stoff gibt oftmals mit Hilfe einer chemischen Reaktion eine gefärbte Lösung. Wenn die Farbstärke genau von der Stoffmenge abhängt, kann durch Messung der Farbstärke die Stoffmenge bestimmt werden.

Erfolgt diese "Messung" durch das Auge (eventuell unterstützt durch apparative Einrichtungen), so spricht man von Kolorimetrie, erfolgt die Erfassung des Messwertes unter Verwendung von photoelektrischen Bauteilen (z.B. Photozellen) und unter Verwendung von einfarbigem Licht, so spricht man von Photometrie.

Beispiel: Bestimmung des Eisengehalts in einer Lösung durch Zusatz von Rhodanidionen, wodurch sich abhängig von der Eisenkonzentration eine intensive rote Färbung bildet. Diese wird entweder visuell mit der Färbung von bekannten Lösungen verglichen (\rightarrow Kolorimetrie) oder die Lösung wird mit grünem Licht durchstrahlt und die Schwächung des Lichtstrahls gemessen (\rightarrow Photometrie).

Kriterium: Die Zugabe der Reagenzien erfolgt meist im großen Überschuss, damit die sich einstellende Farbstärke nur mehr von der Probenmenge abhängt.

4. Sonderverfahren:

Unter diesem Punkt werden alle qualitativen und quantitativen analytischen Verfahren zusammengefasst, welche keiner der obigen Methoden zuzuordnen sind. Z.B.:

elektrochemische Messverfahren

z.B.: Potentiometrie, Polarographie, Coulometrie

chromatographische Methoden

z.B.: Dünnschichtchromatographie (DC, TLC, HPTLC), Säulenchromatographie, Ionenaustauscherchromatographie, Gaschromatographie (GC), Elektrophorese, Hochdruckflüssigchromatographie (HPLC), Gelpermeationschromatographie (GPC)

spektroskopische Methoden

z.B.: Infrarotspektroskopie (IR-Spekt.), Kernresonanzspektroskopie (NMR), Massenspektrometrie (MS)

Wichtige Laborgeräte

Glassorten

Die vielen im Labor verwendeten Glassorten unterscheiden sich entsprechend ihrer chemischen Zusammensetzung vor allem in den Eigenschaften Erweichungspunkt, thermischer Ausdehnungskoeffizient und chemische Beständigkeit (Hydrolysebeständigkeit).

Der **Erweichungspunkt** (Glasübergangspunkt) ist eigentlich ein kleiner Temperaturbereich, innerhalb dessen sich zahlreiche physikalische Eigenschaften ändern. Oberhalb dieser Temperatur ist Glas zähflüssig – flüssig, unterhalb ist es spröde.

Der **thermische Ausdehnungskoeffizient** (α) gibt die Längenänderung des Glases pro Grad Temperaturänderung an. Es gilt: $\Delta l = \alpha \cdot \Delta t \cdot l$

Sollen zwei Gläser miteinander verschmolzen werden, so darf sich ihr Wert für α um höchstens 10% unterscheiden. Sonst entstehen beim Abkühlen Spannungen, die zum Bruch führen.

Je kleiner der Wert für α ist, desto beständiger ist eine Glassorte gegen Temperaturwechsel.

Glassorte	Erweichungspunkt	Ausdehnungskoeff. α
Flaschenglas	514 °C	$9,0 \cdot 10^{-6}$
Gerätéglass 20 (Schott)	550 °C	$4,6 \cdot 10^{-6}$
Duran 50 (Schott)	535 °C	$3,8 \cdot 10^{-6}$
Rasotherm (Schott)	525 °C	$3,3 \cdot 10^{-6}$
Supremax (Schott)	720 °C	$3,3 \cdot 10^{-6}$
Pyrex	~500 °C	$2,8 \cdot 10^{-6}$
Quarzglas	1050 °C	$0,54 \cdot 10^{-6}$
Platin	1773 °C	$9,1 \cdot 10^{-6}$
Kupfer	1084 °C	$16,6 \cdot 10^{-6}$
Eisen	1535 °C	$13,0 \cdot 10^{-6}$
Wolfram	3380 °C	$4,5 \cdot 10^{-6}$

Auch beim Einschmelzen von anderen Werkstoffen wie z.B. von Metallen, muss auf den Ausdehnungskoeffizienten geachtet werden. Platindraht lässt sich daher gut in Flaschenglas einschmelzen. Die anderen (temperaturwechselbeständigen) Laborglassorten zerspringen meist beim Abkühlen oder bei der nächsten thermischen Behandlung oder es lockert sich das Metall.

Für den Glasbläser sind die meisten Glassorten durch einen farbigen Streifen gekennzeichnet.

Die **chemische Beständigkeit** gibt an wie stark die Oberfläche des Glases durch heißes Wasser, Säuren und Laugen angegriffen wird, indem diese Flüssigkeiten Metallkationen oder auch Kieselsäure herauslösen. Bei vielen Glassorten wird sie vom Hersteller angegeben.

Messgeräte aus Glas

Je nach sinnvoller Anwendung sind diese Messgeräte für eine bestimmte Temperatur und auf **Einguss** oder auf **Ausguss** kalibriert.

Geräte die auf **EINGUSS** kalibriert sind (z.B. Messzylinder, Messkolben) **enthalten das angegebene Volumen** genau dann, wenn sie den Regeln entsprechend mit Flüssigkeit bis zur Marke gefüllt sind. Beim Entleeren erhält man also ein etwas kleineres Volumen, weil ja etwas Flüssigkeit im Gefäß bleibt.

Die Kennzeichnung am Gerät erfolgt mit den Abkürzungen "**E**" oder "**In**".

Geräte die auf **AUSGUSS** kalibriert sind (z.B. Pipetten, Büretten) **geben das angegebene Volumen ab** wenn man sie ordnungsgemäß verwendet. Sie enthalten im gefüllten Zustand also etwas mehr Flüssigkeit, um die an der Wand haftenden Flüssigkeitsmengen auszugleichen.

Die Kalibrierung stimmt nur dann genau, wenn die gemessene Flüssigkeit ungefähr die gleiche Viskosität und die gleiche Oberflächenspannung besitzt wie Wasser, und wenn das Glas fettfrei ist, so dass die Flüssigkeit tropfenfrei abläuft und nur einen dünnen Film hinterlässt.

Die Kennzeichnung am Gerät erfolgt mit den Abkürzungen "**A**" oder "**Ex**".

Das angegebene Volumen bezieht sich immer auf 20 °C (wenn nicht anders angegeben). Da sich mit steigender Temperatur das Glas etwas, die Flüssigkeiten wesentlich stärker ausdehnt, ergibt sich pro Grad Temperaturabweichung ein Messfehler von ca. 0,02 %.

Das eventuell notwendige **Entfetten** von Glasmessgeräten kann mit folgenden Mitteln erfolgen:

- Längeres Einwirken von Haushaltswaschmitteln oder speziellen Laborreinigungsmitteln, evtl. mit mechanischer Unterstützung durch Bürsten.
- Längeres Einwirken einer Lösung von KOH in Ethanol. Dadurch wird das Fett zu Glycerin und Seife hydrolysiert, welche in Wasser löslich sind.
- Längeres Einwirken (viele Stunden!) einer alkalischen Permanganatlösung (25 g/L KMnO_4 + 100 g/L NaOH). Diese Mischung oxidiert die meisten organischen Stoffe die an der Glaswand haften und es scheidet sich an den betreffenden Stellen Braunstein (MnO_2) ab.
Durch eine anschließende Behandlung mit konz. Salzsäure bildet sich atomares Chlor, welches die letzten Reste Fett oxidiert.

(Die Permanganatlösung ist natürlich öfter verwendbar!)

- Längeres Einwirken (viele Stunden!) von sogenannter Chromschwefelsäure (Lösung von ca. 60 g/L Na-Dichromat in konz. Schwefelsäure). Jede organische Substanz wird dadurch zu CO_2 und Wasser oxidiert ("nass verbrannt"). Diese Mischung ist daher extrem gefährlich!

Die Chromschwefelsäure ist stark hygroskopisch, die Gefäße sollten daher immer möglichst verschlossen werden. Die Mischung kann dann immer wieder verwendet werden, bis sie durch das bei der Reaktion entstehende Chrom(III)-sulfat grün gefärbt ist. (Entsorgung nach vorsichtigem Verdünnen und evtl. Neutralisieren als Chromabfall!)

Nach jeder der obigen Reinigungsprozeduren werden die Glasgeräte gründlichst mit Leitungswasser und abschließend mit dest. Wasser (oder demin. Wasser) gespült.

Messzylinder, Mensur

Sie sind meist **auf Einguss kalibriert**. Im Handel sind sie mit Volumina von 5 mL bis 2000 mL. Um die ohnehin nicht sehr hohe Genauigkeit nicht noch zu reduzieren, sollte das jeweils gemessene Volumen wenigstens $\frac{1}{4}$ des Gesamtvolumens betragen.

Messzylinder dienen nur für gröbere Messungen; niemals darf man sie verwenden, wenn das gemessene Volumen direkt Auswirkung auf das Analyseergebnis hat.

Eine spezielle Form von Messzylindern besitzt oben keine Ausgussvorrichtung sondern ist mit einem Schliffstopfen verschließbar. Man nennt sie meist **Mischzylinder** oder **Schüttelzylinder**. (Daneben gibt es auch noch Standzylinder ohne Graduierung z.B. zur Dichtemessung mit Spindeln.)

Messkolben

Sie sind immer **auf Einguss kalibriert** und dienen zum genauen Einstellen eines bestimmten Flüssigkeitsvolumens (und nicht als Lagergefäß für Proben!).

Im Handel sind sie mit Volumina von 5 mL bis 5000 mL.

Messkolben zählen zu den mit Abstand genauesten Volumenmessgeräten. Nach ihren Fehlergrenzen unterscheidet man zwei Genauigkeitsklassen:

Nennvolumen	maximal zulässiger Volumenfehler			
	Klasse A		Klasse B	
	[mL]	[%]	[mL]	[%]
10 mL	± 0,025	± 0,25	± 0,05	± 0,50
25 mL	± 0,04	± 0,16	± 0,08	± 0,32
50 mL	± 0,06	± 0,12	± 0,12	± 0,24
100 mL	± 0,10	± 0,10	± 0,20	± 0,20
200 mL	± 0,15	± 0,075	± 0,30	± 0,15
250 mL	± 0,15	± 0,06	± 0,30	± 0,12
500 mL	± 0,25	± 0,05	± 0,50	± 0,10
1000 mL	± 0,40	± 0,04	± 0,80	± 0,08
2000 mL	± 0,60	± 0,03	± 1,20	± 0,06

Um die Genauigkeit der Messkolben zu erhalten, dürfen sie niemals stärker erhitzt werden. Durch ein Anwärmen mit Brenner und Ceranplatte, einer Heizhaube, einem Sand- oder Ölbad kann es durch das Ausbilden von Spannungen oder durch Entspannungerscheinungen zu einer Volumenänderung kommen, welche die obigen Toleranzen überschreiten.

Das Anwärmen in einem heißen Wasserbad ist nach Angabe praktisch aller Hersteller erlaubt und führt bei gut getemperten Geräten zu keinen Schäden. Diese Arbeitsweise ist auch in vielen Arbeitsvorschriften vorgesehen.

Pipetten

Sie sind immer **auf Ausguss kalibriert** und dienen zum genauen Abmessen von bestimmten Flüssigkeitsvolumina, welche in andere Gefäße übergeführt werden müssen.

Man unterscheidet zwischen **Vollpipetten** und **Messpipetten**.

Vollpipetten:

Sie bestehen aus in der Mitte zylindrisch erweiterten Glasrohren, welche am oberen Rohrteil eine Ringmarke tragen. Sie dienen zum genauen Abmessen eines bestimmten Volumens, welches neben Temperatur und Genauigkeitsklasse auf der Rohrerweiterung angegeben ist.

Die handelsüblichen Größen von Vollpipetten liegen zwischen 0,5 mL und 100 mL.

Man unterscheidet folgende **Genauigkeitsklassen**:

Klasse A: Sie besitzen die höchste Genauigkeit. Durch eine Verengung der Ablaufspitze wird die Ablaufzeit so stark verlängert, dass die Flüssigkeit bereits während des Auslaufens an der Pipettenwandung hinreichend nachlaufen kann. Eine Wartezeit ist daher nicht notwendig, wohl aber ein Abstreifen der Pipettenspitze.

Klasse AS: (Klasse A, schnellablaufend) Diese Pipetten besitzen praktisch die gleiche Genauigkeit wie die Pipetten der Klasse A, weisen aber durch ihre Ablaufspitze eine wesentlich kürzere Abflusszeit auf. Nach dem vollständigen Auslaufen der Flüssigkeit erfordern sie laut Eichordnung eine Wartezeit von 15 Sekunden und abschließendes Abstreifen der Pipettenspitze.

Klasse B: Diese Pipetten besitzen eine wesentlich größere Fehlergrenze. Ihre Ablaufspitzen erlauben ein wesentlich rascheres Abfließen der Flüssigkeit. Eine Wartezeit danach ist laut Eichordnung nicht vorgesehen, wohl aber ein Abstreifen der Pipettenspitze.

Nenn- vol. [mL]	Klasse A			Klasse AS			Klasse B		
	max. Fehler		Ablauf- zeit [s]	max. Fehler		Ablauf- zeit [s]	max. Fehler		Ablauf- zeit [s]
	[μ L]	[%]		[μ L]	[%]		[μ L]	[%]	
1	± 7	$\pm 0,7$	10 – 20	± 7	$\pm 0,7$	5 – 9	± 15	$\pm 1,5$	5 – 20
2	± 10	$\pm 0,5$	10 – 25	± 10	$\pm 0,5$	5 – 9	± 20	$\pm 1,0$	5 – 20
5	± 15	$\pm 0,3$	15 – 30	± 15	$\pm 0,3$	7 – 11	± 30	$\pm 0,6$	7 – 30
10	± 20	$\pm 0,2$	15 – 40	± 20	$\pm 0,2$	8 – 12	± 40	$\pm 0,4$	8 – 40
20	± 30	$\pm 0,15$	25 – 50	± 30	$\pm 0,15$	9 – 13	± 60	$\pm 0,3$	9 – 50
25	± 30	$\pm 0,13$	25 – 50	± 30	$\pm 0,13$	10 – 15	± 80	$\pm 0,32$	10 – 50
30				± 35	$\pm 0,12$	13 – 18			
40				± 35	$\pm 0,09$	13 – 18			
50	± 50	$\pm 0,10$	30 – 60	± 50	$\pm 0,10$	13 – 18	± 100	$\pm 0,20$	13 – 60
100	± 80	$\pm 0,08$	40 – 60	± 80	$\pm 0,08$	25 – 30	± 160	$\pm 0,16$	25 – 60

Neben den oben beschriebenen Ausführungsformen gibt es noch zwei Sonderformen:

- Vollpipetten mit einer **zweiten Ringmarke am Ablaufrohr**.
Diese begrenzt das angegebene Volumen und die Pipetten dürfen daher nicht ganz auslaufen gelassen werden. Die Wartezeit beträgt 15 Sekunden, die Fehlergrenzen und Ablaufzeiten entsprechen der Klasse AS.
- Vollpipetten mit der Aufschrift "**ausblasen**".
Bei diesen Pipetten wird nach dem Abfließen der Flüssigkeit und nach einer Wartezeit von 2 Sekunden der verbleibende Flüssigkeitsrest ausgeblasen. Die Fehlergrenzen und Ablaufzeiten entsprechen der Klasse AS.

Messpipetten:

Sie bestehen aus zylindrischen kalibrierten Glasrohren, welche innerhalb ihres Nennvolumens beliebige Flüssigkeitsvolumina abzumessen gestatten. Sie dienen vor allem auch zum Abmessen von Teilen ganzer Milliliter.

Wie bei den Vollpipetten gibt es drei verschiedene Genauigkeitsklassen (A, AS und B). Außer der Genauigkeitsklasse, der Fehlergrenze, der Temperatur usw. sind am oberen Rohrteil der Messpipetten neben dem Nennvolumen auch die Unterteilung angegeben (z.B.: bedeutet 10:0,1 ein Nennvolumen von 10 mL, unterteilt in 0,1 mL).

Bei der richtigen Verwendung von Messpipetten wird nach dem Aufsaugen der Flüssigkeit bis etwas über die Graduierung, bis zur (oben befindlichen) Null-Marke abgelassen. Das gewünschte Flüssigkeitsvolumen wird dann durch vorsichtiges Belüften in das vorgesehene Gefäß ablaufen gelassen (Wartezeit danach 15 Sekunden bei der Klasse AS !). Es wird also die Pipette nicht bis zum gewünschten Volumen gefüllt, um sie dann ganz ablaufen zu lassen!

Der angegebene max. Volumenfehler bezieht sich auf das Volumen, das jeweils von der Null-Marke bis zum gewünschten Teilstrich abgelaufen ist.

Nenn- vol. [mL]	Klasse A		Klasse AS		Klasse B	
	max. Fehler [μ L]	Ablauf- zeit [s]	max. Fehler [μ L]	Ablauf- zeit [s]	max. Fehler [μ L]	Ablauf- zeit [s]
1	± 6	25 – 50	± 6	2 – 8	± 10	2 – 11
2	± 10	25 – 50	± 10	2 – 8	± 20	2 – 11
5	± 30	25 – 50	± 20	5 – 11	± 30	5 – 15
10	± 50	25 – 50	± 50	5 – 11	± 100	4 – 15
20			± 60	9 – 15	± 90	9 – 20
25	± 100	25 – 50	± 100	9 – 15	± 90	9 – 20
50			± 80	25 – 35		

Auch bei den Messpipetten gibt es (wenn auch selten) welche mit der Aufschrift "ausblasen". Bei diesen ist die Graduierung umgekehrt, gefüllt werden sie bis zum gewünschten Volumen.

Büretten

Büretten sind lange, zylindrische Glasröhren, die am unteren Ende einen regulierbaren Ablauf besitzen. Der zylindrische Teil trägt eine Graduierung und evtl. eine Ablesehilfe.

Sie sind immer **auf Ausguss kalibriert** und dienen zum genauen Abmessen von bestimmten Flüssigkeitsvolumina, welche in andere Gefäße übergeführt werden müssen.

Der regulierbare Ablauf besteht im einfachsten Fall aus einem Stück Gummischlauch mit einem Quetschhahn (1) und einem spitz auslaufenden Ausflussröhrchen. Verwendet wird diese Möglichkeit für alkalische Flüssigkeiten, welche dazu neigen, Glashähne festzusetzen.

Die häufigste Möglichkeit sind Schliffhähne aus Glas oder aus Polytetrafluorethylen (2, 3). Seltener verwendet man ein Dosierventil mit einer Spindel aus Polytetrafluorethylen (4).

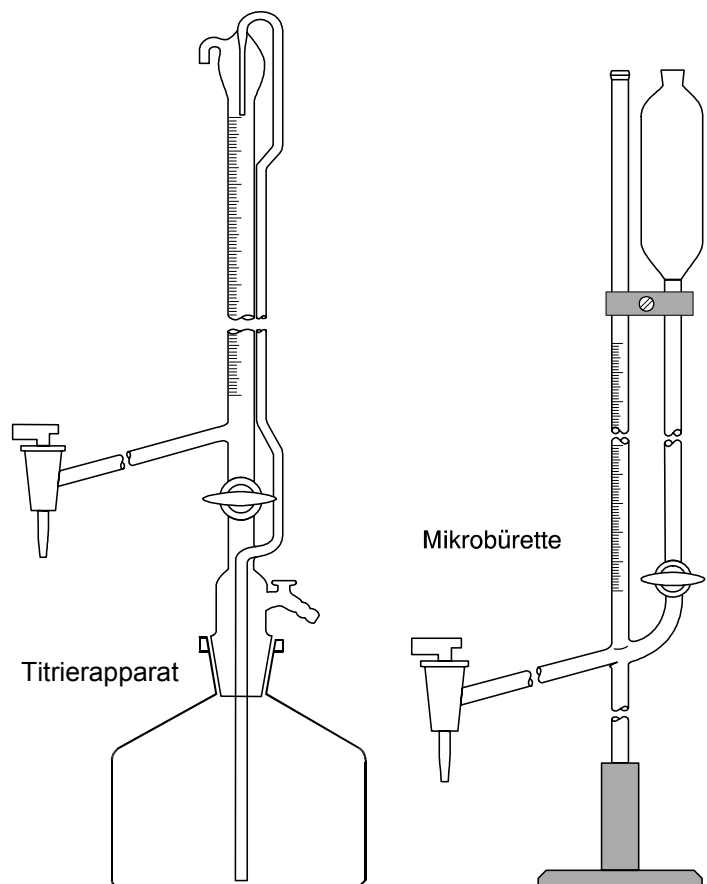
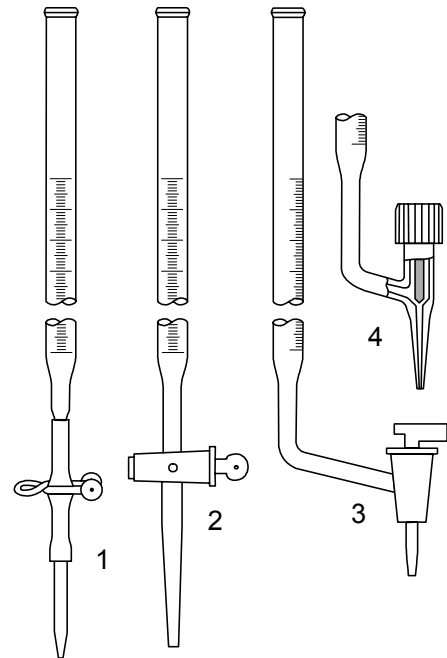
Der Ansatz an die Bürette erfolgt dabei entweder gerade oder gekröpft. Letzteres besonders dann, wenn oft heiße Lösungen titriert werden.

Das Füllen von Büretten erfolgt im einfachsten Fall durch die Öffnung oben (evtl. mit Trichter).

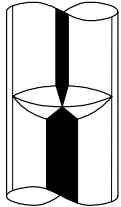
Dabei muss vor der Titration der Flüssigkeitsstand von Hand aus auf die Nullmarke eingestellt werden.

Für Routinearbeiten verwendet man meist sog. "**Titrierapparate**". Diese werden meist durch Luftdruck (erzeugt mit einem seitlich angesteckten Gummiballgebläse) mit der Titerlösung aus einer Vorratsflasche gefüllt. Durch ein Absaugrohr stellt sich die Flüssigkeit nach dem Füllvorgang automatisch genau auf die Nullmarke ein.

Mikrobüretten werden oft nach dem Prinzip von kommunizierenden Gefäßen aus einem Gefäß nachgefüllt, in welchem sich ein Vorrat an Titerlösung befindet.



Das Ablesen des Flüssigkeitsstandes erfolgt bei **absolut senkrecht** montierter Bürette; bei durchsichtigen Lösungen am tiefsten Punkt des Meniskus, bei undurchsichtigen Flüssigkeiten am oberen Rand der Lösung. Dabei muss sich das Auge in genau gleicher Höhe befinden, um Parallaxefehler zu vermeiden.



Zum bequemeren und genaueren Ablesen sind die meisten Büretten mit einem sogenannten **Schellbachstreifen** versehen. Das ist ein breiter weißer Streifen an der Rückseite der Bürette, in dessen Mitte sich ein schmaler dunkler Streifen befindet. Durch die Linsenwirkung der Flüssigkeit ist eine deutliche Einschnürung des dunklen Streifens auf der Höhe des Meniskus zu sehen.

Die handelsüblichen Größen von Büretten liegen zwischen 1,0 mL und 50 mL. Die gebräuchlichsten Größen sind 50 mL, 25 mL und 10 mL.

Man unterscheidet folgende **Genauigkeitsklassen**:

Klasse A: Sie besitzen die höchste Genauigkeit und die engsten Fehlergrenzen. Die Kalibrierung erfolgt in Form einer Ringteilung. Durch eine entsprechend enge Ablauföffnung wird die Ablaufgeschwindigkeit so eingestellt, dass die Flüssigkeit bereits während des Auslaufens an der Bürettenwandung hinreichend nachlaufen kann. Eine Wartezeit ist daher nicht notwendig.

Klasse AS: (Klasse A, schnellablaufend) Diese Büretten besitzen praktisch die gleiche Genauigkeit wie die Büretten der Klasse A, weisen aber durch ihre Ablaufspitze eine wesentlich kürzere Abflusszeit auf. Nach dem vollständigen Auslaufen der Flüssigkeit erfordern sie laut Eichordnung eine Wartezeit von 30 Sekunden.

Klasse B: Diese Büretten besitzen ca. die doppelte Fehlergrenze. Ihre Ablaufspitzen erlauben ein wesentlich rascheres Abfließen der Flüssigkeit. Eine Wartezeit danach ist laut Eichordnung nicht vorgesehen.

Die auf den Büretten angegebenen Fehlergrenzen gelten sowohl für das Gesamtvolumen wie auch für jedes Teilvolumen. Um den relativen Fehler nicht zu groß werden zu lassen, sollte das abzumessende Volumen mindestens $1/5$ des Nennvolumens der Bürette betragen.

Nenn- vol. [mL]	Unter- teilung [mL]	Klasse A		Klasse AS		Klasse B	
		max. Fehler [μ L]	Ablauf- zeit [s]	max. Fehler [μ L]	Ablauf- zeit [s]	max. Fehler [μ L]	Ablauf- zeit [s]
10	0,02		25 – 50	± 20	35 – 45	± 50	35 – 170
10	0,05	± 20	70 – 100			± 50	35 – 60
25	0,05	± 30	120 – 170	± 30	35 – 45	± 50	35 – 170
25	0,1			± 30	35 – 45		
50	0,1	± 50	105 – 150	± 50	35 – 45	± 100	35 – 150

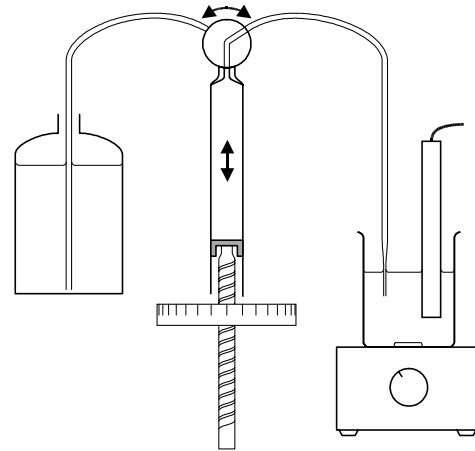
Sonderformen:

Neben den üblichen Büretten gibt es noch zwei spezielle Bauformen:

Kolbenbüretten:

Diese bestehen aus einem Präzisionsglaszylinder, in welchem ein Kolben aus Polytetrafluorethylen mittels eines Spindeltriebs auf und ab bewegt werden kann.

Bei der Bewegung nach unten und der entsprechenden Stellung eines Dreiweghahnes wird über dünne Schläuche aus einer Vorratsflasche Titerlösung angesaugt. Bei der Kolbenbewegung nach oben wird nach der Umstellung des Hahnes die Titerlösung durch eine feine Spitze (welche in die Probenlösung eintaucht) in das jeweilige Titriergefäß gedrückt.



Der Antrieb der Kolbenspindel erfolgt im einfachsten Fall mit der Hand an einer Rändelmutter, bei moderneren Geräten durch einen Elektromotor. (Die Ablesung des Volumen erfolgt dann an einer Digitalanzeige.)

Die Nennvolumina der erhältlichen Büretten liegen zwischen 5 mL und 50 mL. Die Präzision von Kolbenbüretten liegt weit mehr als eine Zehnerpotenz über der von normalen Glasbüretten der Klasse A. (Der Preis ebenfalls!)

Wägebüretten:

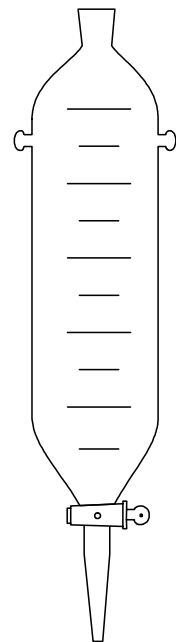
Dabei handelt es sich streng genommen nicht um Büretten, weil bei ihrer Verwendung keine Volumenmessung erfolgt.

Bei sogenannten "Wägetitrationen" befindet sich die Maßlösung in einem Gefäß, welches eine gut geregelte Entnahme der Maßlösung erlaubt und welches eine Gewichtsbestimmung auf einer Analysenwaage zulässt. Vor und nach der Titration erfolgt eine Massenbestimmung. Die Differenz entspricht dann dem Verbrauch bei der Titration.

Bei der Titration wird die Bürette in ein entsprechendes Gestell eingehängt bzw. geklemmt. Die Graduierung dient nur der Orientierung. Als einfachste Form einer Wägebürette kann man auch eine kleine Tropfflasche benutzen, wenn eine verlustfreie Entnahme möglich ist.

Die mit Wägebüretten verarbeiteten Titerlösungen sind selbstverständlich auf eine Gehaltsangabe von mol/kg bzw. mmol/g eingestellt.

Der Hauptvorteil von Wägebüretten liegt in ihrer absoluten Unabhängigkeit von der Temperatur und in einer wesentlich höheren "Ablesegenauigkeit" durch die Verwendung von Analysenwaagen. (Die dritte Stelle nach dem Komma entspricht immerhin ca. 0,001 mL!) Auch sehr viskose Titerlösungen lassen sich problemlos verarbeiten.



Kontrolle der Kalibrierung von Volumenmessgeräten

Zur Kontrolle von Volumenmessgeräten benützt man die Tatsache, dass die Dichte von reinstem Wasser sehr genau bekannt ist. Man braucht also nur die Masse des im Messgerät befindlichen (oder von ihm abgegebenen) Wassers genau bestimmen und dann mit der Dichte auf das genaue Volumen umrechnen.

Es gibt heute für diesen Zweck spezielle Zahlentabellen, die es erlauben bei etwas anderen Temperaturen zu arbeiten, und dennoch das Gerät für eine Temperatur von 20 °C zu kalibrieren. Früher musste sehr zeitaufwendig das Gerät und die Flüssigkeit auf genau 20 °C temperiert werden. Falls das nicht möglich war, musste mit Hilfe der thermischen Ausdehnungskoeffizienten für das Geräteglas, die Prüfflüssigkeit und die Luft (Auftrieb der Flüssigkeit und der Gewichte!) auf 20 °C umgerechnet werden.

In den Zahlen der folgenden Tabelle, welche für Geräte aus Duranglas gelten, sind alle temperaturbedingten Änderungen bereits eingearbeitet. Statt dem sehr zeitaufwendigen Einstellen der Temperatur von genau 20 °C genügt daher bei der Arbeit eine genaue Temperaturmessung.

Ein Glasgefäß mit einem Inhalt von genau 1000 Milliliter bei genau 20 °C fasst bei einer Arbeitstemperatur von t °C die folgende Wassermenge in Kilogramm:

t [°C]	$m(\text{H}_2\text{O})$ [kg]	t [°C]	$m(\text{H}_2\text{O})$ [kg]	t [°C]	$m(\text{H}_2\text{O})$ [kg]
16,0	0,99784	19,0	0,99733	22,0	0,99673
16,2	0,99781	19,2	0,99729	22,2	0,99668
16,4	0,99778	19,4	0,99725	22,4	0,99664
16,6	0,99775	19,6	0,99722	22,6	0,99660
16,8	0,99772	19,8	0,99718	22,8	0,99655
17,0	0,99768	20,0	0,99714	23,0	0,99651
17,2	0,99765	20,2	0,99710	23,2	0,99646
17,4	0,99761	20,4	0,99706	23,4	0,99641
17,6	0,99759	20,6	0,99703	23,6	0,99637
17,8	0,99755	20,8	0,99698	23,8	0,99632
18,0	0,99751	21,0	0,99694	24,0	0,99627
18,2	0,99748	21,2	0,99690	24,2	0,99622
18,4	0,99744	21,4	0,99685	24,4	0,99617
18,6	0,99740	21,6	0,99682	24,6	0,99613
18,8	0,99737	21,8	0,99677	24,8	0,99608
19,0	0,99733	22,0	0,99673	25,0	0,99603

Kontrolle bei Messkolben:

1. Der leere, trockene Messkolben wird auf einer geeigneten Waage gewogen.
2. Der Kolben wird so genau wie möglich mit destilliertem Wasser bis zur Marke gefüllt. Tropfen die oberhalb der Ringmarke am Glas haften werden mit einem Stück Filterpapier weggesaugt.

3. Der volle Kolben wird gewogen.
4. Die Temperatur des Kolbeninhalts wird genau gemessen. (Am besten sollten Kolben und Wasser Raumtemperatur besitzen!)
5. Mit diesem Temperaturwert wird der zugehörige Massewert für 1000 mL aus der obigen Tabelle ermittelt.
6. Berechnung des Kolbeninhalts:
Masse voller Kolben – Masse leerer Kolben = Masse des Wassers
7. Berechnung des genauen Kolbenvolumens für 20 °C wobei gilt:
Masse des Wassers / Tabellenwert = Volumen
8. Berechnung der Abweichung vom angegebenen Wert in mL und in %.

Kontrolle bei Pipetten und Büretten:

1. Ein leeres Kölbchen mit engem Hals (z.B. kleiner Messkolben) wird auf einer geeigneten Waage gewogen.
2. Destilliertes Wasser mit Raumtemperatur wird mit dem zu prüfenden Messgerät in das Kölbchen gefüllt. Dabei sind alle für das jeweilige Messgerät vorgesehenen Regeln wie Nachlaufzeit, das Abstreifen der Auslaufspitze usw. zu beachten.
3. Das gefüllte Kölbchen wird gewogen.
4. Die Temperatur des Kolbeninhalts wird genau gemessen. (Am besten sollten alle eingesetzten Geräte und das Wasser Raumtemperatur besitzen!)
5. Mit diesem Temperaturwert wird der zugehörige Massewert für 1000 mL aus der obigen Tabelle ermittelt.
6. Berechnung des Kölbcheninhalts:
Masse voller Kolben – Masse leerer Kolben = Masse des Wassers
7. Berechnung des genauen abgelassenen Volumens für 20 °C wobei gilt:
Masse des Wassers / Tabellenwert = Volumen
8. Berechnung der Abweichung vom angegebenen Wert in mL und in %.

Anmerkung:

Bei Pipetten werden mind. 5 – 10 Einzelversuche durchgeführt. Die Auswertung erfolgt dann in Form einer kleinen Tabelle, wobei von den einzelnen Versuchen der Mittelwert gebildet wird.

Z.B.:

m(Kolben)	m(K. + H ₂ O)	m(H ₂ O)	V(H ₂ O)	$\Delta V = V - \bar{V}$
37,2468 g	62,1996 g	24,9528 g	25,030 mL	+ 0,030 mL
⋮	⋮	⋮	⋮	⋮

Bei Büretten prüft man nicht nur das Gesamtvolumen, sondern auch kleine Abschnitte über die ganze Bürettenlänge verteilt, um Ungleichmäßigkeiten aufzudecken. (Bei einer 50-mL-Bürette z.B. das Volumen zwischen der 0,0- und 5,0-mL-Marke, der 10,0- und 15,0-mL-Marke usw. aber auch zwischen der 0,0- und 10,0-mL-Marke, der 0,0- und 20,0-mL-Marke usw.)

Filterieren

Im Laborbereich sind drei unterschiedliche Filtermedien in Verwendung:

- a) **Filterpapier:** Das sind ungeleimte Papiere aus langfaseriger Zellulose, mit unterschiedlicher Porosität und Dicke.
- b) **Glasfritten:** Das sind 1 – 5 mm starke Platten aus gesintertem Glaspulver unterschiedlicher Körnung. Durch die unterschiedliche Körnung, die variable Temperatur und den Pressdruck beim Sintern ergeben sich stark unterschiedliche Porositäten.
- c) **Porzellanfritten:** Bestehen analog zu den Glasfritten aus mehr oder weniger dicht gesintertem Kaolin und damit unterschiedlicher Porosität.

Papierfilter:

Angewendet werden sie eingelegt in Trichter oder in Filternutschen. Sie werden nach mehreren verschiedenen Kriterien und Ausführungsformen eingeteilt:

Qualitative Filter:

Erhältlich in diversen Dicken und Dichten, mit sehr unterschiedlichen Filtrierzeiten. Sie dienen zur Trennung von Feststoffen und Flüssigkeiten. Die Feststoffe werden daraus wenn nötig durch rausspülen, abklatschen oder rauslösen gewonnen.

Durch eine spezielle Faltung erhält man sog. **Faltenfilter**. Diese ergeben in einen normalen Trichter eingelegt eine größere einlagige Oberfläche und damit eine höhere Filtriergeschwindigkeit. Sie dienen vor allem zum Abtrennen kleiner Feststoffanteile von großen Flüssigkeitsmengen.

Quantitative Filter, aschefreie Filter:

Sie unterscheiden sich von den qualitativen Filtern dadurch, dass durch eine Behandlung mit verschiedenen Säuren praktisch alle Spuren von Metallen und Silikaten entfernt werden. Beim Veraschen solcher Filter bleibt daher eine kaum mehr wägbare Menge Asche zurück. (Ein Filter mit 11 cm Durchmesser ergibt ca. 70 µg Asche.) Da sie wesentlich teurer sind als qualitative Filter, werden sie dort verwendet, wo diese Eigenschaft auch nötig ist, wie bei gravimetrischen Bestimmungen, bei denen vor der Auswaage das Filter verascht wird.

Hartfilter:

Diese gibt es sowohl als qualitative als auch als aschefreie Filter. Sie besitzen eine besonders glatte und harte Oberfläche. Dadurch geben sie fast keine Fasern ab und der Filtrerrückstand lässt sich besonders sauber und verlustfrei von der Oberfläche gewinnen. (Sie können auch oft mehrfach benützt werden.) Sie besitzen eine höhere Nassfestigkeit und höhere Beständigkeit gegenüber Säuren und Laugen.

Neben diesen drei Hauptgruppen gibt es von jedem Hersteller noch eine große Auswahl von Spezialfilterpapieren mit besonderen Eigenschaften. Z.B.:

Schwarzes Filtrierpapier, zum Erkennen feinsten Spuren von hellen Niederschlägen.

Aktivkohlefilter, zur Klärung und Aufhellung gefärbter Lösungen.

Stickstoffarmes Papier, für anschließende N-Bestimmung nach Kjeldahl.

Fettarmes Papier usw.

Als wichtigste Kriterien werden für Filterpapiere angegeben:

Allgemeines wie weich, schnell, dicht usw.; das Flächengewicht; die Filtriergeschwindigkeit.

Leider verwendet jeder Hersteller andere Prüfmethode zur Ermittlung der Filtrationsgeschwindigkeit, so dass die Angaben miteinander nicht vergleichbar sind.

Bezeichnung	Eigenschaft	Flächengewicht [g/m ²]	Filtriergeschwind. [s]
SELECTA-Filterpapiere der Firma Schleicher & Schüll			
Qualitative Filterpapiere / Quantitative Filterpapiere			
604 / 589 ¹ (Schwarzband)	weich, schnell	80 – 85	20 – 30 ^{a)}
597 / 589 ² (Weißband)	mittelweich, mittelschnell	80 – 85	50 – 80
595	mittelweich, mittelschnell	65 – 70	100 – 150
602h / 589 ³ (Blauband)	dicht, langsam	83 – 87	200 – 300
Hartfilter (qualitativ / quantitativ)			
1573 / 1505	schnell	90 – 95	30 – 60
1574 / 1506	mittelschnell	90 – 95	100 – 150
1575 / 1507	langsam, dicht	90 – 95	150 – 200
575 / 507	langsam, dicht	68 – 72	80 – 120
MN-Filterpapiere der Firma Macherey, Nagel & Co.			
Qualitative Filterpapiere / Quantitative Filterpapiere			
MN 615 / --	dünn, mittelschnell	70	22 ^{b)}
MN 617 / MN 640 w (grau)	weich, schnell	85	9
MN 616 / MN 640 m (weiß)	mittelschnell	85	30
MN 616 md / 640 md (gelb)	mittel bis langsam	85	55
MN 619 eh / 640 d (grün)	dicht, langsam	85	140
Hartfilter (qualitativ / quantitativ)			
MN 1670 / MN 1640 w (grau)	schnell	85	9
MN 1672 / MN 1640 m (weiß)	mittelschnell	85	30 – 35
MN 1674 / 1640 d (grün)	dicht, langsam	85	115 – 140

a) Filtrationszeit von 100 mL dest. Wasser für ein Filter mit 15 cm Durchmesser im Rapidtrichter.

b) Filtrationszeit für 10 mL dest. Wasser durch ein frei hängendes Filter gemäß DIN 53 137.

Glasfritten:

Eingesetzt werden sie hauptsächlich in Glasfiltertiegeln und Glasfilternutschen verschiedener Größe. Daneben auch noch in Gaswascheinrichtungen und Absorptionseinrichtungen usw.

Glasfiltertiegel bestehen heute meist aus Duranglas und dürfen bis ca. 400 °C erwärmt werden. Eingeteilt bzw. gekennzeichnet werden sie nach ihrer Porosität mit "D0" – "D5".

Porositätsangabe	D 0	D 1	D 2	D 3	D 4	D 5
Porengröße [µm]	160 – 250	100 – 160	40 – 100	16 – 40	10 – 16	1,0 – 1,6
Verhältnis der Filtrierzeiten	1	2,5	10	30	150	5000

Porzellanfiltertiegel:

Das sind Porzellantiegel, in deren Boden eine Porzellanfritte eingesetzt ist. Im Gegensatz zu den Glasfiltertiegel dürfen sie auch bei Temperaturen bis über 1200 °C gegläht werden. Im Handel befinden sich drei verschiedene Porositäten, welche sich allerdings nicht stark unterscheiden. Alle Porositäten sind deutlich feiner als bei Glasfiltertiegeln üblich und auch die größte Porzellanfritte reicht auch für die feinsten in der quantitativen Analyse anfallenden Niederschläge aus. Eingeteilt bzw. gekennzeichnet werden sie nach ihrer Porosität mit "A1" – "A3".

Porositätsangabe	A 1	A 2	A 3
Porengröße	6 µm	7 µm	8 µm

Bei der Verwendung beider Tiegelarten ist zur Beschleunigung des Filtriervorganges das Anlegen von Vakuum nötig. Üblicherweise verwendet man dazu eine sog. Saugflasche mit "Tulpe" und einer Gummiringdichtung oder einem Gummikonus. Das Vakuum wird meist mit einer Wasserstrahlpumpe erzeugt, welche gegen eventuell abgesaugte Dämpfe unempfindlich ist.

Folgende Punkte sind bei der Arbeit zu beachten:

- Der Wasserzufluss zur Pumpe wird entweder ganz geöffnet oder ganz geschlossen (nicht nur ein bisschen!). Ansonsten besteht die Gefahr des "Zurückschlagens", wobei in die bereits evakuierte Saugflasche Wasser gesaugt wird. Die "Stärke" des Vakuums lässt sich so jedenfalls nicht regeln! (Dazu benützt man ein T-Stück mit Schraubquetschhahn oder Nadelventil.)
- Bevor der Wasserzufluss zur Pumpe geschlossen wird, sollte man den Vakuumschlauch an der Saugflasche abziehen. Auf das in die meisten modernen Pumpen eingebaute Rückschlagventil sollte man sich nicht verlassen (besonders bei älteren Pumpen).
- Die zu filtrierende Lösung sollte kalt sein. Ist sie das nicht, kommt es in der Saugflasche zum Sieden, wodurch der Unterdruck stark reduziert werden kann. Durch das Sieden innerhalb der Filterfritte kann es durch das damit verbundene Abkühlen und Verdampfen des Lösungsmittels zum Ausscheiden von Feststoffen und in Folge zum Verstopfen der Poren kommen.