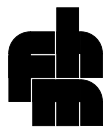




***CHEMISCH-TECHNISCHE
GRUNDOPERATIONEN***



1 Chemisch-technische Grundoperationen

1.1 Allgemeine Hinweise:

Besonders in der Spurenanalytik kann es sehr leicht zu Kontaminationen kommen. Daher sollten einige Dinge in einem analytischem Laboratorium unbedingt beachtet werden.

1. Alle verwendeten Glasgefäße sollten vor ihrer Verwendung unbedingt auf Sauberkeit geprüft werden und eventuell gespült werden.
2. Müssen Säuren oder Lösungsmittel aus ihren Originalgefäßen entnommen werden, so ist es unbedingt zu vermeiden, diese direkt mit einer Pipette oder ähnlichem zu entnehmen. Man schüttet die benötigte Menge vorsichtig in ein Becherglas und entnimmt aus diesem die einzelnen Portionen. Reste dürfen nicht wieder in die Originalflasche zurückgegeben werden.
3. Bei der Entnahme von Feststoffen ist der verwendete Spatel oder Löffel vorher mit einem sauberen Papiertuch abzuwischen. Eventuell muß er vorher mit destilliertem Wasser gespült werden.
4. Die Deckel von Chemikaliengefäßen sollten nur mit der Außenseite auf die Labortische gelegt werden.
5. Gleiches gilt für Schliffstopfen.
6. Pipetten sollten nicht mit ihrer Spitze mit den Labortischen in Berührung kommen. Man legt sie auf ein sauberes Papiertuch.

1.1.1 Das Versuchs(Analysen-)protokoll

Ein vollständiges Analysenprotokoll enthält folgende Punkte:

1. Datum, Name des Versuchsausführenden
2. Charakterisierung des Verfahrens
 - Ziel des Versuchs
 - Kurze Beschreibung des Verfahrens (Meßprinzip, Anwendungsbereich, erfassbare Analyten¹, Grenzen des Verfahrens)
 - Mögliche Matrix²einflüsse
3. Durchführung der Analyse
 - Verwendete Geräte (Gerätetyp, Hersteller - z.B. UV-VIS-Spektralphotometer; Lamda-12 von Perkin-Elmer)
 - Probenvorbereitung (unter Angabe aller verwendeten Reagenzien und Geräte)
 - Kalibrierung des Geräts
 - Durchführung der Messung
 - Eventuelle Abweichung von der Analysenvorschrift und auftretende Störungen
4. Auswertung
 - Auflistung aller Meßwerte, Einwaagen, usw. (in übersichtlicher(!) tabellarischer Form)
 - Herleitung des Rechenweges
 - Berechnungen (Bei quantitativen Analysen sollte sinnvollerweise als Endergebnis eine Gehaltsangabe (% , ‰, mg/kg, µg/l, mmol/l usw.) stehen, wobei die gewählte Einheit dem gefundenen Gehalt angepaßt sein sollte. Nur in Ausnahmefällen gibt man absolute Werte an (z.B.: Die Probe enthielt „soundsoviel mg von Substanz X“))
 - Auflistung der Ergebnisse in tabellarischer Form.
5. Fehlerabschätzung
 - Streuung der Meßwerte (Zufallsfehler)
 - (-Systematische Fehler können nur erkannt werden, wenn man die Probe mit unterschiedlichen Verfahren untersucht. Da diese Methode sehr zeitaufwendig ist, gibt es eine Reihe von zertifizierten Referenzsubstanzen, bei denen die Zusammensetzung vom Hersteller mit verschiedensten Methoden bestimmt wurde. Mit diesen Substanzen können systematische Fehler erkannt werden.)
6. Zusammenfassung und Diskussion der Ergebnisse

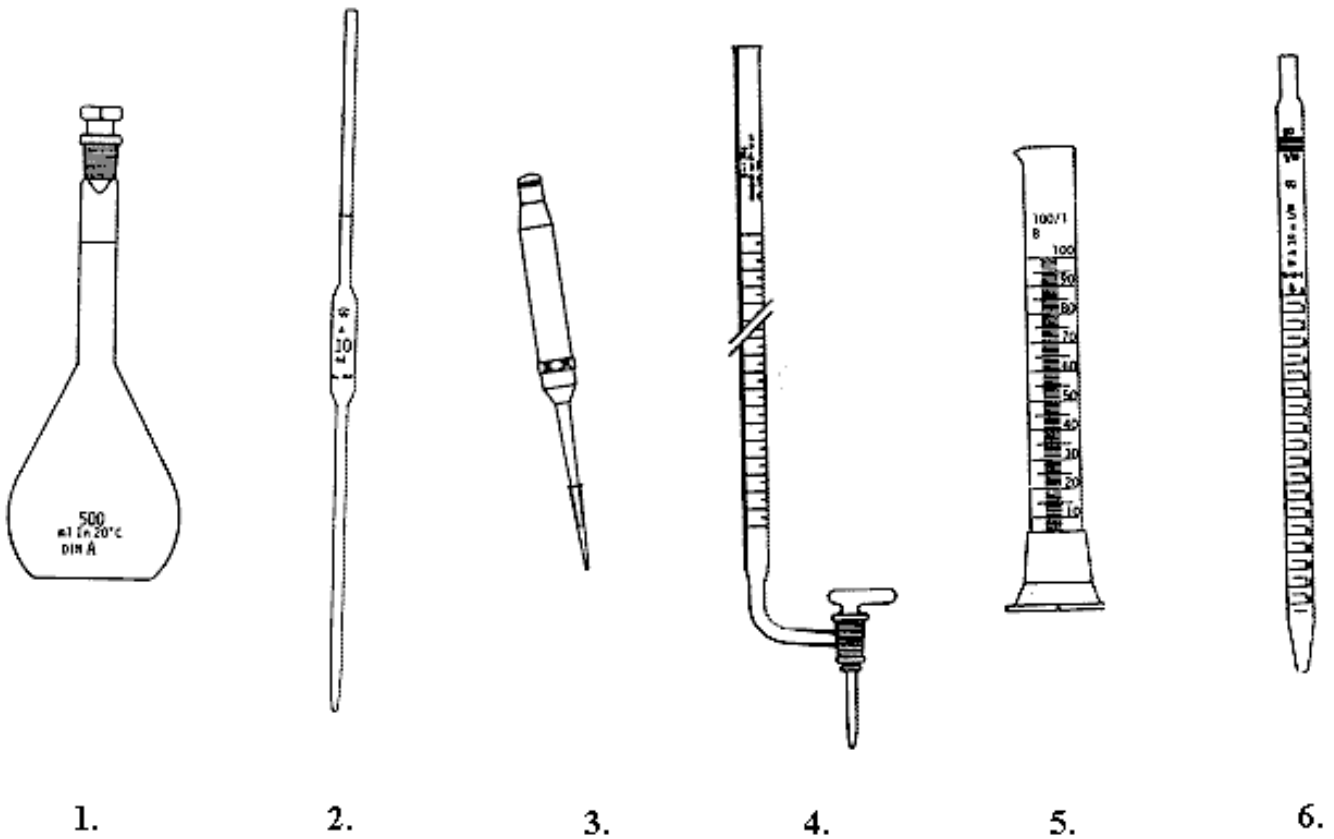
¹ Analyt = Die bei einer Analyse gesuchte Komponente

² Matrix = Das Substanzgemisch, in der sich der Analyt befindet. (Beispiel: Es soll der Bleigehalt einer Erzprobe bestimmt werden. Hierbei ist Blei der Analyt; das restliche Stoffgemisch die Matrix.). Die Matrix beeinflusst in vielen Fällen das Meßsignal entscheidend, so daß ihr Einfluß meistens berücksichtigt werden muß.

1.2 Volumenmessung und Dosierung von Flüssigkeiten

Zur Volumenmessung und Dosierung im Laboratorium gibt es, unter anderen, folgende Glasgeräte:

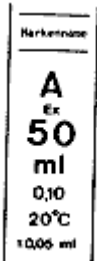
1. Meßkolben
2. Vollpipetten
3. Kolbenpipetten mit Kunststoffspitze
4. Büretten
5. Meßzylinder
6. Meßpipetten



Für analytische Aufgaben (Herstellung von Standard- und Probenlösungen) werden ausschließlich die Präzisionsgeräte 1-4 verwendet. Für präparative Zwecke und für den Umgang mit Hilfslösungen, die nicht exakt dosiert werden müssen, sind Meßzylinder und Meßpipette bestimmt.

1.2.1 Kalibrierangaben auf den Geräten

Die Geräte müssen nach DIN oder ISO, vom Hersteller mit Angaben zu Volumen, Genauigkeit, Arbeitstemperatur u.s.w. versehen sein.



1.2.1.1 Genauigkeitsklassen

- Klasse A:** Die Abweichung vom Nennvolumen ist kleiner als 0,2% (außer bei sehr kleinen Volumina)
Klasse A-Geräte sind eichfähig.
- Klasse AS:** (Swift-Prezision) besitzt dieselbe Toleranz wie Klasse A, ist jedoch nicht eichfähig
- Klasse B:** Derartige Geräte besitzen eine Toleranz unter 2%

Die Klassen A und AS werden für Präzisions- und Hochpräzisionsmessungen eingesetzt, während die Klasse B für Routineanwendungen gedacht ist.

1.2.1.2 Markierung für Einguß- und Ablaufgeräte

Ex: Diese Geräte sind auf Ablauf kalibriert. Um den Ablauffehler zu minimieren sind oft noch die Wartezeiten angegeben z.B. Ex+15s

In: Auf Einguß kalibrierte Glasgefäße.

1.2.1.3 Weitere Angaben

Weitere Angaben sind das Nennvolumen, Einheit, die Skalenteilung, Kalibriertemperatur (meistens 20°C), die Toleranzgrenzen.

Für Hochpräzisionsmessungen ist die angegebene Kalibriertemperatur exakt einzuhalten. Für Spezialzwecke (z.B. den Einsatz in den Tropen) gibt es Geräte mit anderen Kalibriertemperaturen. Da die Genauigkeit der Volumenmessung vom Ablaufverhalten der verwendeten Flüssigkeit abhängt, gelten die Herstellerangaben nur für Wasser und wasserähnliche Flüssigkeiten (wie verdünnte wäßrige Lösungen).

1.2.2 Behandlung von Volumenmeßgeräten

Bei allen Volumenmeßgeräten handelt es sich um Präzisions- bzw. Hochpräzisionsinstrumente, die entsprechend umsichtig behandelt werden müssen.

1. Unbedingt zu vermeiden ist eine starke Erwärmung (oder Abkühlung) der Glasgeräte. Bei Erwärmung dehnt sich Glas rasch aus. Bei der Abkühlung auf Raumtemperatur jedoch, nimmt es sein ursprüngliches Volumen nur sehr langsam wieder ein. Alle Operationen, die zu einer Erwärmung der Gläser führen, wie Trocknen im Trockenschrank, Befüllen mit warmen Flüssigkeiten,sind strikt zu vermeiden.
2. Um ein optimales Ablaufverhalten zu gewährleisten, sind Meßkolben und Pipetten bei Bedarf mit einer Reinigungslösung zu entfetten.
3. Bei Pipetten ist auf eine intakte Spitze zu achten. Pipetten mit einer abgesplitterten Spitze sollten nicht mehr verwendet werden.

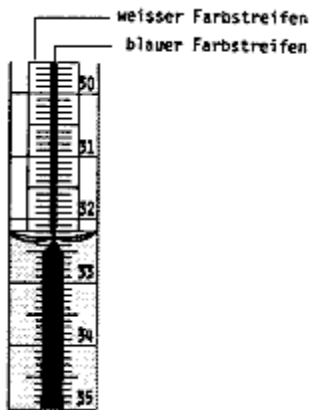
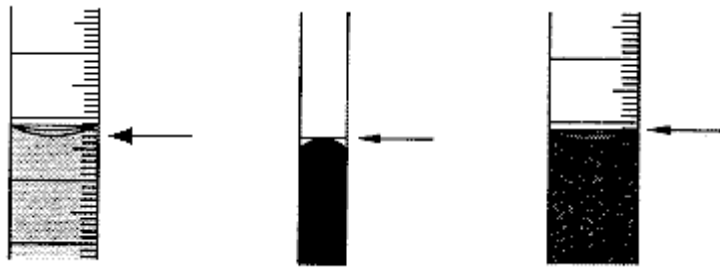
1.2.3 Handhabung der Geräte:

Durch die richtige Handhabung der Volumenmeß- bzw. Volumendosiergeräten können Verdünnungsfehler, selbst bei aufwendigen Verdünnungsreihen, soweit verringert werden, daß der Verdünnungsfehler gleich groß oder kleiner als die Streuung der verwendeten Analyseninstrumente ist.

1.2.3.1 AbleSEN des Füllstandes von Volumenmeßgeräten.

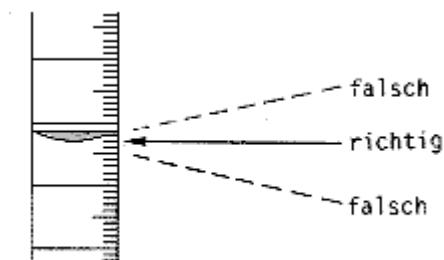
Flüssigkeitsoberflächen sind je nach Oberflächenspannung konkav oder konvex gewölbt. Diese Wölbung nennt man Meniskus.

Alle Glasgeräte zur Volumenmessung sind so kalibriert, daß der Meniskus die Marke an einem Punkt berühren muß. Bei stark gefärbten, undurchsichtigen Flüssigkeiten liest man am oberen Rand des Meniskus ab, wobei jedoch ein Fehler entsteht.

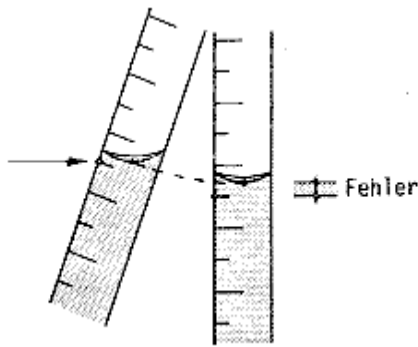


Bei manchen Büretten gibt es eine Ablesehilfe, den sogenannten Schellbachstreifen. Er besteht aus einem schmalen blauen Streifen auf einem breiteren weißen Streifen. Durch Brechungseffekte ergibt sich am Meniskus eine scheinbare Verengung, die als Ablesepunkt dient.

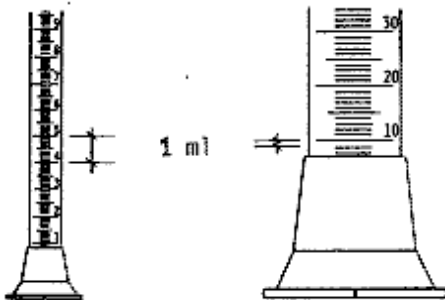
Fehler beim Einstellen des Meniskus:



1. Parallaxenfehler: Durch Ablesen des Volumens auf Augenhöhe kann der Parallaxenfehler vermieden werden.



2. Schrägaltefehler: Alle Meßgefäß müssen zum Ablesen senkrecht gehalten werden.



3. Querschnittfehler: Das Gerät muß dem zu messenden Volumen angepaßt sein.

4. Nachlauffehler: Der die Glaswand benetzende Flüssigkeitsfilm benötigt einige Sekunden, um abzulaufen. Daher ist eine Wartezeit von 15...30s einzuhalten. Auf manchen Geräten ist die Wartezeit

aufgedruckt.

1.2.3.2 Die Handhabung von Meßkolben

Meßkolben (MK) dienen zur Herstellung von Lösungen exakter Konzentration (Standard und Probenlösungen).

Arbeitsweise:

1. Lösen der Substanz in 1/5...1/3 des Endvolumens in einem Becherglas oder anderem geeignetem Gefäß.
2. Falls die Lösung erwärmt wurde oder Lösungswärme frei wird, die Lösung auf Raumtemperatur abkühlen.
3. Die Lösung in den MK überführen. Das Glasgefäß dreimal mit kleinen Portionen Lösungsmittel nachspülen und die Spüllösungen ebenfalls in den MK überführen.
4. MK mit Lösungsmittel bis 0,5cm unter die Ringmarke befüllen.
5. Einige Sekunden warten, um einen optimalen Ablauf von der Wandung zu gewährleisten.
6. MK Tropfenweise bis zur Ringmarke auffüllen.

1.2.3.3 Der Umgang mit Meß- und Vollpipetten

Meß- und Vollpipetten dienen zum Transferieren genau definierter Flüssigkeitsvolumina in andere Gefäße. Vor Gebrauch ist zu prüfen, ob die Spitze intakt ist.

Um Unfällen vorzubeugen, darf keinesfalls mit dem Mund pipettiert werden. (Vorschrift der Berufsgenossenschaft!) Es sind immer Pipettierhilfen zu verwenden, auch wenn völlig ungefährliche Substanzen verwendet werden.

Im Handel sind eine Reihe von Pipettierhilfen mit ähnlichem Funktionsprinzip erhältlich, wobei an dieser Stelle nur der Umgang mit dem Pälusball beschrieben wird.



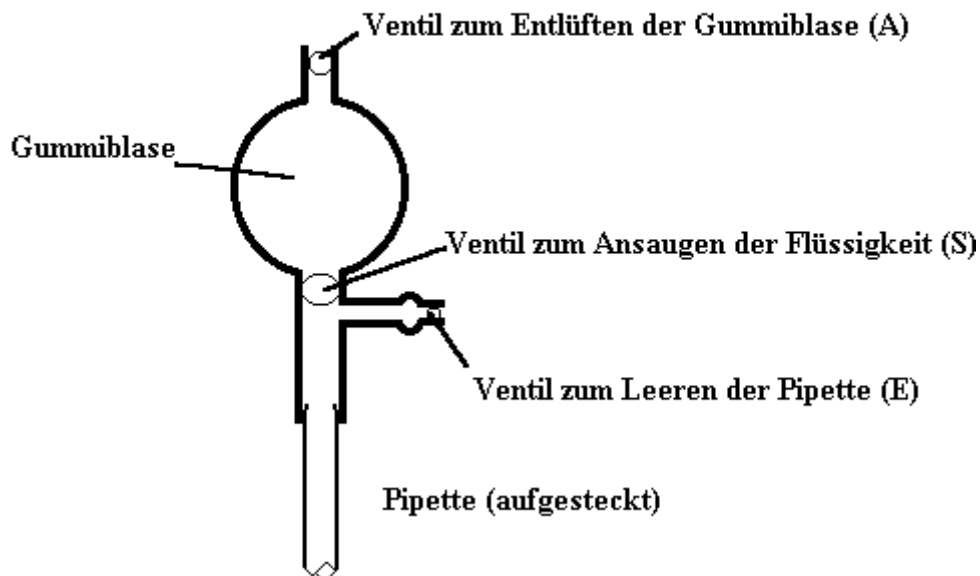
Arbeitstechnik beim Pipettieren:

1. Pipette auf Pipettierhilfe aufstecken.
2. Ventil A durch Zusammendrücken betätigen und Gummiblase zusammendrücken.
3. Ventil S betätigen und Flüssigkeit 1-2cm über die Ringmarke saugen. Darauf achten, daß keine Luftblasen angesaugt werden.
4. Außen hängende Flüssigkeitstropfen mit saugfähigem Papier abwischen.
5. Inhalt der Pipette bis zur Ringmarke ablaufen lassen (Ventil E).
6. Flüssigkeit an der Gefäßwand in das Gefäß ablaufen lassen.
7. Wartezeit abwarten.
8. Spitze unter Drehen an der Gefäßwand abstreifen.

Pipetten dürfen keinesfalls ausgeblasen werden, außer es ist ausdrücklich darauf vermerkt!

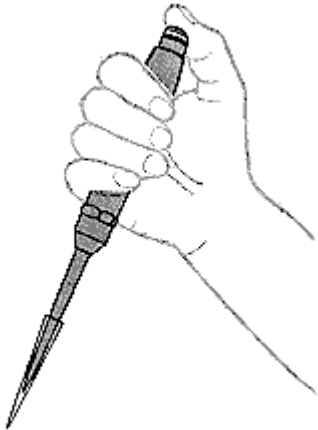
Gefüllte Pipetten dürfen nur senkrecht gehalten werden! Keinesfalls dürfen volle Pipetten hingelegt werden, da die Flüssigkeit sonst in die Pipettierhilfe zurückfließt und diese kontaminiert bzw. zerstört würde.

Schema eines Pälusballs



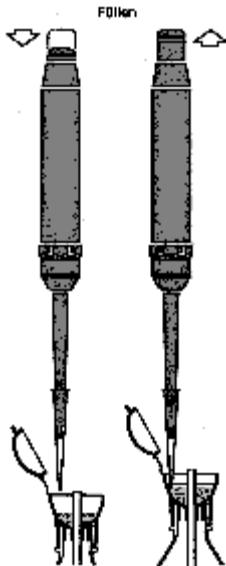
1.2.3.4 Kolbenpipetten mit Kunststoffspitze (Eppendorfpipetten)

Um eine Kontamination der verwendeten Pipettenspitzen zu vermeiden, sollten diese nicht mit der Hand angefaßt werden. Man kann die Spitzen aus den staubdichten Vorratsboxen direkt entnehmen, indem man den Pipettenschaft direkt auf die Spitze steckt und die Pipette aus der Box zieht. (In der „normalen“ Laborumgebung gibt es eine Reihe von allgegenwärtigen Materialien, die als Spuren verschleppt werden können und so spurenanalytische Verfahren, wie AAS / ICP / GC-MS / ..., stören können. Beispiele: Natrium- und Chloridionen aus Hautschweiß; Eisen, Kupfer, und Nickel aus Münzen; Cadmium aus cadmierten Schlüsseln; Zink aus verzinkten Blechen; Edelmetalle aus Schmuckstücken; Aminosäuren und DNA-Bausteine aus biologischem Material (Hautschuppen, Bakterien usw.); ...).



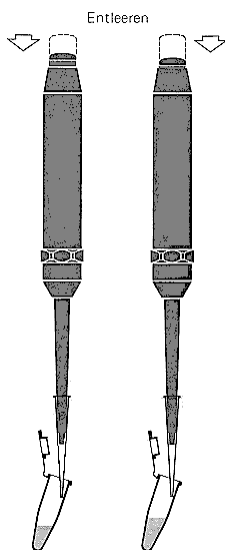
Arbeitshaltung der Pipette

1. Spitze aufsetzen und Pipette, wie in der Abbildung gezeigt, halten.



2. Füllen der Spitze

Druckknopf bis zum 1. Anschlag drücken, aber nicht in die Flüssigkeit eintauchen. Spitze in die Flüssigkeit eintauchen und Druckknopf langsam zurückgleiten lassen - keinesfalls darf der Druckknopf beim Füllen ruckartig bewegt werden, da sonst Luftblasen mit angesaugt werden. Außen haftende Tropfen abstreifen.



3. Entleeren

Zum Entleeren Spitze an die Gefäßwand legen und Knopf langsam bis zum 1. Anschlag drücken. Eine Sekunde warten und Knopf bis zum Endanschlag drücken. In dieser Position Spitze von der Gefäßwand trennen und aus dem Gefäß ziehen.

Unbedingt zu vermeiden ist es, Flüssigkeit in den Arbeitskolben zu ziehen oder die Pipette in gefülltem Zustand hinzulegen, da hierdurch die Pipette beschädigt werden kann.

1.2.3.5 Die Bedienung der einstellbaren Kolbenhubpipetten (Transferpette® von Brand)

A) Technische Daten und Einsatzbereich:

Volumen in μl	Farbcode Spitzen	(Farbe der	Richtigkeit		Variationskoeffizient	
			$\pm\%$	$\pm\mu\text{l}$	%	μl
10-50	gelb		0,7	0,35	0,4	0,2
20-100	gelb		0,5	0,5	0,2	0,2
50-250	blau		0,5	1,25	0,2	0,5
200-1000	blau		0,5	5,0	0,2	2,0

Verwendungszweck

Luftpolsterpipette zum Pipettieren von wässrigen Lösungen mittlerer Dichte und Viskosität.

Einsatzbeschränkungen

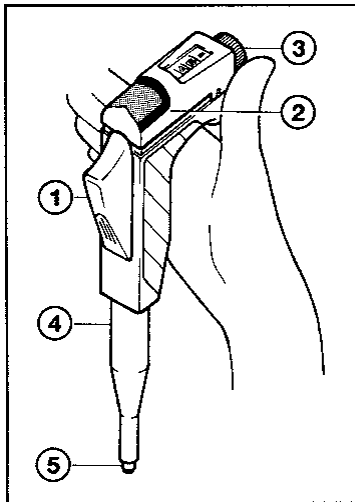
Zulässiger Arbeitstemperaturbereich: 15 - 40 °C

Das Pipettieren

- im Reverse Mode (ISO 8655/2)
- von Flüssigkeiten mit hohem Dampfdruck oder hoher Viskosität
- von Flüssigkeiten, die PP angreifen,

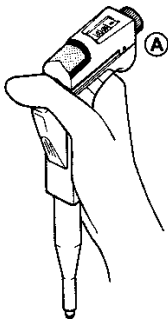
ist nur eingeschränkt möglich.

B) Bedienelemente



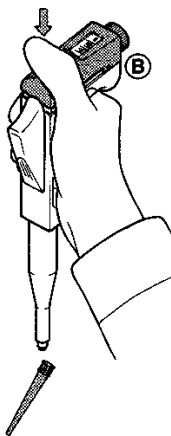
1. Pipettierknopf
2. Abwerferhaube
3. Volumeneinstellung(Digitales Gerät)
4. Pipettenschaft
5. Pipettenschaftspitze

C) Handhabung



Pipettieren (A)

Der Daumen liegt quer über dem Pipettierknopf, also anders als bei herkömmlichen Pipetten.

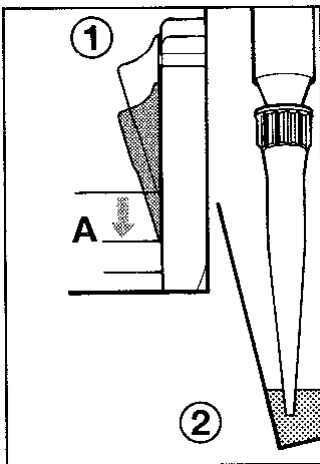


Spitze abwerfen (B)

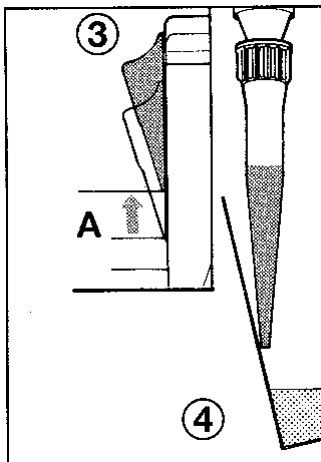
Abwerferhaube im Bereich des Farbcodes kräftig niederdrücken.

D) Pipettieren

Probe aufnehmen



1. Seitlichen Pipettierknopf bis zum **ersten Anschlag (A)** drücken.
2. Pipettenspitze 2-3 Millimeter in die Probe eintauchen.



3. Pipettierknopf gleichmäßig zurückgleiten lassen.
4. Spitze an der Gefäßwand leicht abstreifen.

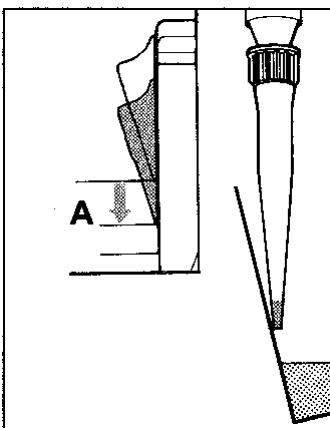
Spitze einmal mit der Probenflüssigkeit vorspülen.

Damit keine Luft angesaugt wird: Spitze noch ca. 1 sec. eingetaucht lassen.

Gerät mit gefüllter Spitze nicht hinlegen, da Medium in das Gerät

fließen kann.

Probe ausstoßen

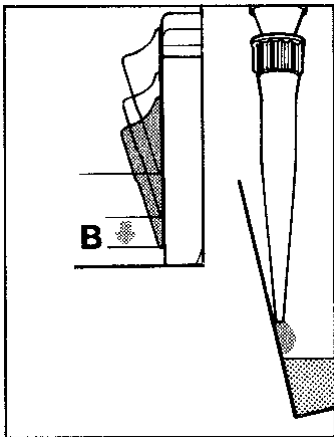


Pipettenspitze an Gefäßwand anlegen.

Pipettierknopf mit gleichmäßiger Geschwindigkeit bis Anschlag (A) drücken und festhalten.

Bei Seren, hochviskosen oder entspannten Medien noch ca. 3 sec. warten,

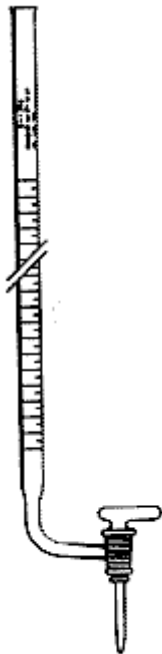
um Genauigkeit zu verbessern.



Spitze durch Überhub völlig entleeren: Bis **Anschlag (B)** drücken.

Pipettenspitze an der Gefäßwand abstreifen. Pipettierknopf zurückgleiten lassen.

1.2.3.6 Der Umgang mit Büretten:



Büretten dienen hauptsächlich zur Durchführung maßanalytischer Bestimmungen (Titrationen).

1. Bürette auf Sauberkeit und intakte Hahnspitze überprüfen. Bei Glashähnen Hahnküken fetten.

2. Bürette senkrecht an einem Stativ befestigen.

3. Als Einfüllhilfe einen kleinen Trichter verwenden.

4. Bürette 2x mit der verwendeten Reagenzlösung vorspülen. Die Lösung muß tropfenfrei ablaufen, andernfalls ist die Bürette zu entfetten.

5. Bürette mit Reagenz befüllen und Flüssigkeitsspiegel bis zur Nullmarke ablaufen lassen.

6. Trichter entfernen und Öffnung abdecken.

7. Reagenzlösung bis kurz (0,5...1cm vor der gewünschten Marke) vor den Äquivalenzpunkt ablaufen lassen 30s warten und Reagenz tropfenweise bis zum Indikatorumschlag zutropfen lassen.

Um Zeit zu sparen, empfiehlt es sich in einer Vorbestimmung die Größenordnung des Verbrauchs zu bestimmen (schneller Durchlauf).

1.2.3.7 Die Überprüfung von Volumenmeßgefäßen

Bestehen Zweifel an der Richtigkeit eines Volumenmeßgefäßes, so kann die Richtigkeit und die Streuung mit einer Analysenwaage überprüft werden. Als Flüssigkeit verwendet man destilliertes Wasser, wobei die Dichte des Wassers bei der Auswertung mit zu berücksichtigen ist. Will man nur die Richtigkeit überprüfen, so genügen 3 Messungen. Soll die Fehlertoleranz überprüft werden, so sind mindestens 10 Messungen durchzuführen.

1.2.3.8 Sonstiges:

Außer den hier vorgestellten Geräten gibt es noch eine Reihe von automatischen und halbautomatischen Dosierhilfen, die vor allem in Routinelaboratorien zum Einsatz kommen.