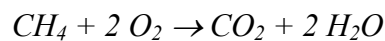


2 Erste Arbeitstechniken

1. Halbttag

2.1 Das Arbeiten mit dem Gasbrenner

Zur Wärmeerzeugung werden im Chemielabor neben elektrischen Heizgeräten Brenner für Erdgas (Methan) verwendet. Methan verbrennt bei ausreichender Sauerstoffzufuhr unter Energieabgabe zu Wasser und Kohlendioxid.



2.1.1 Funktionsbeschreibung

Bei dem Gasbrenner handelt es sich meistens um einen Teclu- oder einen Bunsenbrenner. Wie diese Brenner funktionieren, soll im folgenden beschrieben werden [1].

Im **Teclubrenner** gelangt das Gas bei geöffneter Schraube *a* durch das mit der Gasleitung verbundene Rohr *b* und eine dünne Bohrung *c* in das vertikale Rohr *d* (Schornstein). In diesem mischt es sich mit Luft, die durch die Öffnung *e* eintreten kann. Die Größe dieser Öffnung lässt sich durch die Rändelschraube *f* verändern.

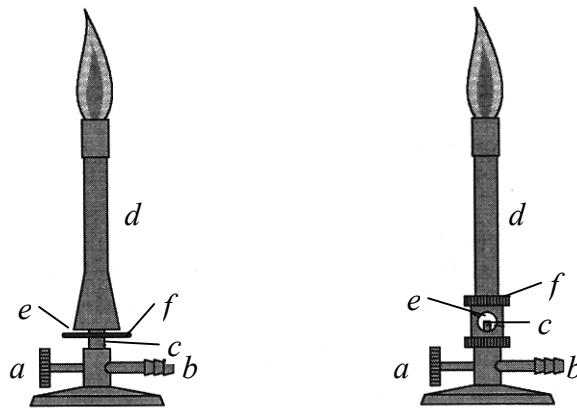


Abb. 2.1 Teclubrenner (links) und Bunsenbrenner (rechts).

Zur Inbetriebnahme des Brenners wird das ausströmende Gas bei geschlossener Rändelschraube (keine Sauerstoffzufuhr) angezündet. Es entsteht eine relativ kalte Flamme, die durch glühende Kohlenstoffteilchen gelb leuchtet. Anschließend wird die Rändelschraube so weit geöffnet, bis das gelbe Leuchten verschwunden ist. Die Flamme zeigt dann folgende Strukturierung:

- Der **Innenkegel** leuchtet hellblau und hat eine Temperatur von etwa 500 °C. Das Gas verbrennt hier nur unvollständig und enthält noch reduzierende Bestandteile (Reduktionszone).

- Der **Außenkegel** leuchtet nur schwach blau. In dieser Zone herrschen Temperaturen von etwa 1500 °C.
- Der **heißeste Punkt** der Flamme befindet sich kurz oberhalb (ca. 0,5 cm) des Innenkegels.
- Im **Flammensaum** sind die Temperaturen etwas geringer als im Inneren des Außenkegels. Es herrscht ein Überschuss an Luftsauerstoff (Oxidationszone).

Durch Drosselung der Gaszufuhr können die Flammentemperaturen vermindert werden. Erhitzen Sie Apparaturen jedoch nicht mit der gelb leuchtenden Flamme, da die Geräte dabei verrußen!

Bei zu starker Luftzufuhr schlägt der Brenner durch, d.h. das Gas brennt im inneren Teil des Brennerrohres direkt oberhalb der Bohrung *c*, wobei das Metall überhitzt wird. In diesem Fall muss der Brenner abgestellt (gelben Gashahn schließen) und nach dem Abkühlen mit geringerer Luftzufuhr betrieben werden. Bei zu hohem Gasdruck entfernt sich die Flamme vom Schornsteinrand, sie wird ausgeblasen.

Im **Bunsenbrenner** wird die Luftmenge durch eine drehbare, durchbohrte Hülse *f* reguliert. Die obigen Erläuterungen gelten sinngemäß auch für den Bunsenbrenner, der jedoch etwas niedrigere Flammentemperaturen als der Teclubrenner erreicht.

Eine besonders heiße Flamme erzielt der **Gebläsebrenner**, bei dem mit einem Kompressor Luft in die Flamme eingeblasen wird. Gebläsebrenner eignen sich besonders zur Glasbearbeitung.



1. Inbetriebnahme des Gasbrenners und qualitative Untersuchung der Temperaturverteilung in einer Gasflamme

Geräte und Chemikalien:

Gasbrenner, Holzstäbchen

Durchführung:

Anmerkung: Vergewissern Sie sich grundsätzlich vor dem Anzünden von Gasbrennern, dass keine brennbaren Substanzen in der Nähe sind (vor allem organische Lösungsmittel) und halten Sie Ihren Kopf nicht direkt über den Brenner! Lassen Sie in Betrieb befindliche Brenner nie ohne Aufsicht!

a) Die leuchtende Flamme:

Der Brenner wird durch einen Gas-Sicherheitsschlauch mit dem Gashahn verbunden und die Luftzufuhr unterbrochen. Der gelbe Gashahn und die Schraube am Brenner werden geöffnet und das ausströmende Gas am oberen Brennerrand entzündet.

Das Gas verbrennt mit gelber, leuchtender Flamme. Daher nennt man diese Flamme auch *Leuchtlampe*.

b) *Die nicht leuchtende Flamme:*

Während die Leuchtflamme des Brenners brennt, wird die Luftzufuhr unten am Brenner langsam geöffnet. Durch die einströmende Luft entsteht das deutlich hörbare Rauschen. Je weiter das Luftloch geöffnet wird, desto mehr Luft vermischt sich mit dem Gas. Das Gas verbrennt immer heftiger und die Flamme wird immer heißer. Aus der Leuchtflamme wird eine schwach blaue *Heizflamme*.

c) *Die Flammzonen:*

Ein Holzstäbchen wird horizontal in die Gasflamme gehalten, bis es an den heißesten Stellen zu verkohlen beginnt. Zugluft ist bei dem Versuch zu vermeiden! Bringen Sie das Stäbchen in die a) leuchtende Flamme, ca. 5 cm über dem Schornsteinende, b) nicht leuchtende Flamme, ca. 1 cm über dem Schornsteinende, c) nicht leuchtende Flamme kurz oberhalb (ca. 0,5 cm) des Innenkegels (heißester Punkt)! In der nachfolgenden Abbildung sind die zuerst verkohlenden Stellen des Holzstäbchens eingezeichnet. Links ist eine leuchtende, rechts eine nicht leuchtende Brennerflamme dargestellt.

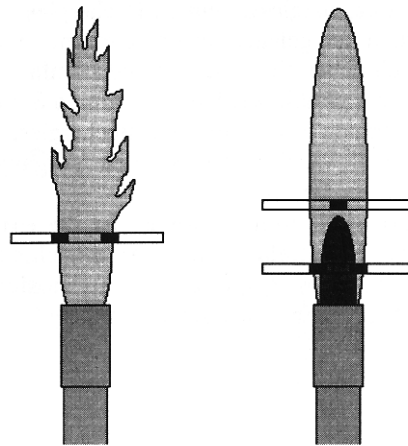


Abb.2.2 Leuchtende und nicht leuchtende Brennerflamme.

2.1.2 Erhitzen mit dem Gasbrenner

In Reagenzgläsern aus feuerfestem Glas (Duran, Fiolax, Pyrex) können Flüssigkeiten direkt in der Flamme erhitzt werden. Das maximal halb gefüllte Reagenzglas wird in der oberen Hälfte mit einer Holzklammer gefasst, seitlich *schräg* in die nicht leuchtende Flamme gehalten und zur Vermeidung eines Siedeverzugs ständig geschüttelt. **Die Reagenzglas­mündung ist dabei vom Körper, insbesondere vom Gesicht abzuwenden und darf nicht auf andere Personen gerichtet sein!**



2. Wasserkochen im Reagenzglas

Geräte und Chemikalien:

Brenner, Reagenzglas, Reagenz­glashalter, Wasser

Durchführung:

Ein Reagenzglas wird zu etwa einem Drittel mit Trinkwasser gefüllt und wie oben beschrieben unter kräftigem Schütteln in der Flamme des Brenners erhitzt. Die Flüssigkeit soll sieden ohne herauszuspritzen.

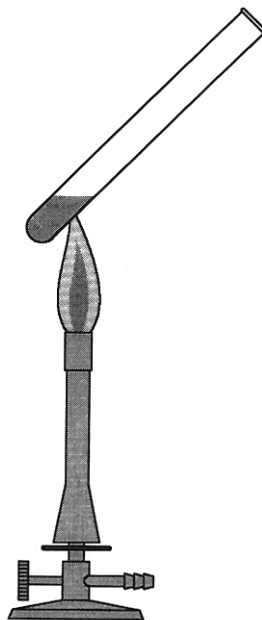


Abb.2.3 Erhitzen eines Reagenzglases in der Gasflamme.

Um Feststoffe stark zu erhitzen, werden diese in einen *Schmelztiegel* gefüllt, der in einem Tondreieck über dem Gasbrenner hängt. Der Tiegelboden soll sich dabei an der heißesten Stelle der Flamme befinden. In der zu erwärmenden Probe lassen sich auf diese Weise mit dem Gasbrenner Temperaturen bis etwa 750 °C erreichen.

Zum Eindampfen von Flüssigkeiten wird eine *Abdampfschale* verwendet, die auf einem Asbestnetz steht. **Erhitzen Sie grundsätzlich keine Glas- oder Porzellangefäße, die Risse aufweisen!** Intakte Schmelztiegel oder Abdampfschalen klingen beim Anschlagen glockenähnlich hell, gesprungene Gefäße ergeben einen scheppernd dumpfen Klang.

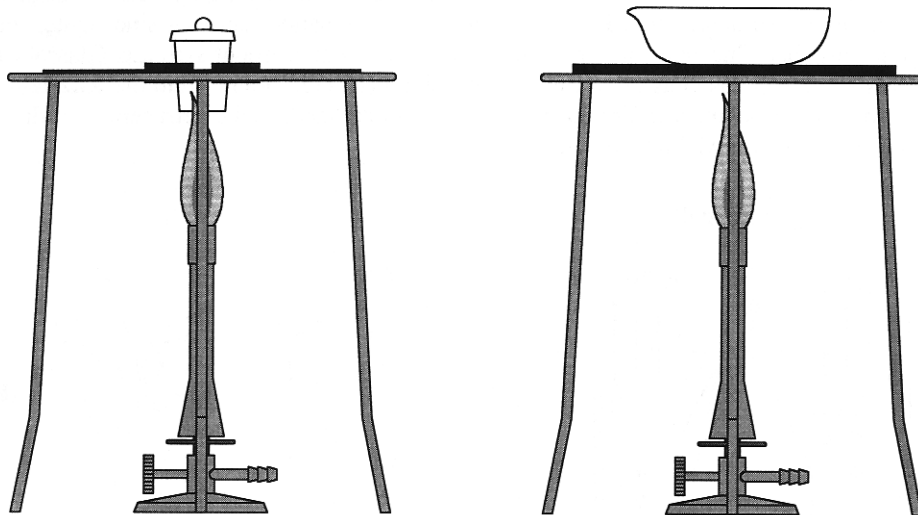


Abb.2.4 Erhitzen eines Schmelztiegels und einer Abdampfschale.

2.2 Glasbearbeitung

a) Trennen von Glasrohren und Glasstäben

Um dünne Glasrohre oder Glasstäbe auseinander zu trennen, wird das Material an der gewünschten Stelle mit einer Ampullensäge oder einer Dreikantfeile auf etwa einem Viertel des Umfangs angeritzt. Danach wird das Glasstück so gefasst, dass sich die angeritzte Stelle auf der vom Körper abgewandten Seite zwischen den beiden Daumen befindet, deren Kuppen etwa 1 cm voneinander entfernt sind. Unter gleichzeitigem seitlichen Zug und sanftem Druck mit dem Daumen trennt sich das Glasrohr bzw. der Glasstab. Wenn das Glas ohne Gewaltanwendung nicht bricht, muss die Ritzstelle vertieft werden. Zum Schutz vor Verletzungen können Lederhandschuhe getragen oder die Hände mit einem Tuch umwickelt werden. [1]

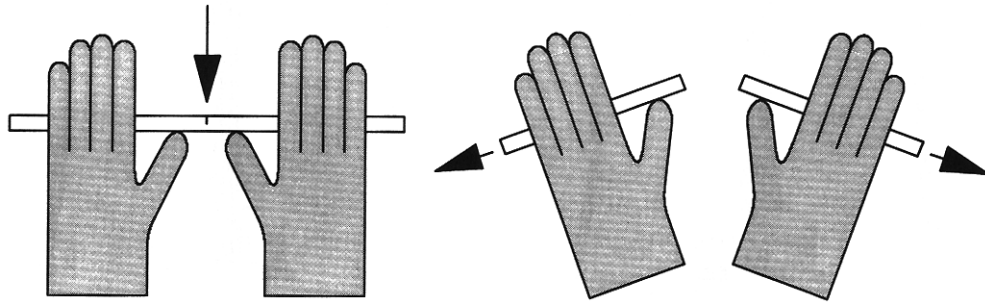


Abb.2.5 Brechen von Glasrohren und -stäben.

b) Rundschmelzen von Glasrohren und Glasstäben

Um Verletzungen zu vermeiden und Beschädigungen von Gummi- oder Korkteilen (z.B. Schläuchen, Stopfen) zu verhindern, müssen die scharfkantigen Enden abgeschnittener Glasrohre oder Glasstäbe rundgeschmolzen werden. Dazu wird das Rohr- bzw. Stabende unter ständigem Drehen am heißesten Punkt der Flamme erhitzt, bis sich die Kanten abrunden (außerhalb der Flamme prüfen). Erhitzen Sie die Glasrohre dabei nicht zu lange, da die Enden sonst zuschmelzen. **Vorsicht! Man sieht dem Glas nicht an, wie heiß es ist. Lassen Sie daher das Glas ausreichend abkühlen, bevor Sie es wieder anfassen!**

d) Ausziehen von Glasrohren

Durch Ausziehen von Glasrohren können Tropfpipetten hergestellt werden. Die Mitte eines nicht zu kurzen Glasrohres wird unter ständigem Drehen am heißesten Punkt der Brennerflamme erhitzt. Dabei liegt das Rohr auf den beiden Mittelfingern und wird von den Daumen und Zeigefingern gedreht. Wenn das Glas erweicht, wird es aus der Flamme genommen, bis zur gewünschten Verjüngung ausgezogen und nach dem Erkalten an geeigneter Stelle abgeschnitten. Anschließend werden die Kanten rundgeschmolzen. Das spitze Ende darf dabei nur kurz in die Flamme gehalten werden, sonst schmilzt die Öffnung zu!

e) Biegen von Glasrohren

Um ein Glasrohr zu biegen, darf es nicht punktförmig erhitzt werden. Wenn kein Brenner mit Schlitzaufsatz (der eine breite Flamme erzeugt) zur Verfügung steht, lässt sich die Erwärmung eines breiteren Rohrstücks dadurch erreichen, dass das Rohr unter ständigem Drehen und gleichzeitigem Hin- und Herbewegen in Richtung der Rohrachse bis zur Erweichung erhitzt wird. Das erweichte Rohr wird aus der Flamme genommen und um maximal 45° abgebogen. Wenn der Winkel vergrößert werden soll, wird das Rohr unmittelbar neben der Abbiegung erneut bis zum Erweichen erhitzt und außerhalb der Flamme wieder um einen kleinen Winkel gebogen. Man fährt auf diese Weise fort, bis der gewünschte Grad der Abbiegung erreicht ist.



3. Glasbearbeitung

Geräte:

Glasrohre, Ampullensäge, Brenner

Durchführung:

Stellen Sie sechs Tropfpipetten und ein gewinkeltes Rohr mit den Maßen 6 cm, 10 cm und 70° her. Schmelzen Sie jeweils die Kanten rund. Die fertigen Gegenstände kommen zur Arbeitsplatzausrüstung.

2.3 Bohren von Stopfen

Um Glasrohre, -stäbe, Thermometer u.a. mit Glasgeräten zu verbinden, müssen sie durch entsprechende Stopfen gebohrt werden. Um einen dichten Sitz zu gewährleisten, sollte der Durchmesser eines Bohrloches etwa 1 mm kleiner als der einzuführende Gegenstand sein. Zum Bohren eines Stopfens verwendet man Stopfenbohrer. Dies sind Metallrohre, die an einer Seite sehr scharf sind und an der anderen Seite einen Handgriff besitzen. Zweckmäßigerweise erwirbt man Stopfenbohrer nicht einzeln, sondern als einen kompletten Satz mit Bohrern verschiedener Durchmesser. Unbedingt notwendig ist ein Stopfenbohrerschärfer. Nur mit wirklich scharfen Bohrern können einwandfreie Bohrlöcher geschnitten werden, die später die Dichtheit der Apparatur garantieren. [3]

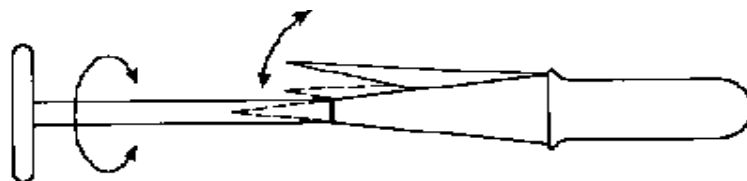


Abb.2.6 Schärfen eines Stopfenbohrers.

a) Bohren eines Stopfens

Um ein sauberes Loch zu bohren, setzt man den Stopfen mit der größeren Fläche auf ein Holzbrett, taucht die Schneide des Bohrers in Glycerin und dreht den Bohrer mit leichtem, gleichmäßigem Druck senkrecht durch den Stopfen. Bei kompakteren Stopfen ist gegebenenfalls die Zugabe von Glycerin mehrmals zu wiederholen.

Den Bohrkern drückt man sofort nach dem Bohren mit einem kräftigen Metallstab aus dem Bohrer.

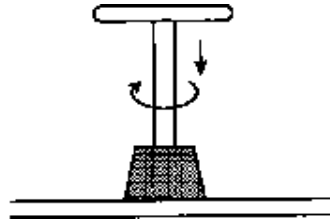


Abb.2.7 Bohren eines Stopfens.

b) Montage eines Stopfens

Vor dem Einführen in das Bohrloch feuchtet man das Glasrohr mit etwas Wasser an und dreht es unter leichtem Druck durch die Bohrung. Das Glasrohr muss dabei immer möglichst knapp am Stopfen angefasst werden, da ein langer Hebel die Bruchgefahr erhöht. Um Verletzungen vorzubeugen, sollte man Glasrohre beim Einführen in die Bohrung nur mit einem Lappen, Handschuh oder einem Spezialgriff aus Gummi anfassen.

c) Demontage eines Stopfens

Nach Gebrauch müssen die Glasrohre sofort wieder aus den Bohrungen entfernt werden, weil schon nach wenigen Tagen die Gummi-Glas-Verbindung so fest wird, dass eine Trennung sehr schwierig wird. Durch die Dauerdehnung auf dem Glasrohr kann außerdem der Gummistopfen schon nach kurzer Zeit brüchig und damit unbrauchbar werden.

Auf Glasrohren festsitzende Gummistopfen lassen sich leichter entfernen, wenn man das Gummi etwas vom Glas nach der Seite hin abhebt und in den Spalt Glycerin oder Wasser gibt. Man kann auch einen wasser- oder glycerinbefeuchteten Draht an mehreren Stellen zwischen Glas und Gummi schieben.



4. Bohren eines Stopfens

Geräte und Chemikalien:

Stopfen (für ein mittleres Reagenzglas), Stopfenbohrerset mit Schärfer, Holzplatte, Glycerin

Durchführung:

Bohren Sie einen Stopfen so, dass das von Ihnen gebogene Winkelrohr hindurchpasst.

2.4 Filtrieren

Im Rahmen der Gravimetrie (dies ist eine Analyseverfahren, die Sie am vierten Praktikumstag kennen lernen werden) ist es u.a. Ihre Aufgabe, Niederschläge zu filtrieren. Mit der nächsten Übung sollen Sie daher ein Gefühl für das Filtrationsverhalten der verschiedenen Arten von

Niederschlägen erhalten. Dazu werden die folgenden Niederschläge hergestellt und mit verschiedenen Filtermaterialien filtriert:

BaSO₄ 10 ml BaCl₂-Lösung + 20 ml verd. Schwefelsäure
 Fe(OH)₃ · x H₂O 10 ml FeCl₃-Lösung + 20 ml verd. Ammoniak-Lösung

Die Lösungen mit den Niederschlägen werden im Vergleich zu 30 ml entmin. Wasser durch die Filter gegeben. Sollte ein Durchgang nach etwa 10 Minuten noch nicht beendet sein, so ist der Versuch an dieser Stelle abzubrechen. Die gemachten Beobachtungen wie Filtrationszeit, Aussehen von Filtrat und Filterkuchen sind in der Tabelle zu protokollieren. Falls mehrfach wiederholte Filtration Abhilfe schafft, ist dieses ebenfalls in der Tabelle zu notieren.

Niederschlag	Glasfildertiegel G 4	Porzellanfildertiegel A 2	Papierfilter (Schwarz)
Entmin. Wasser			
BaSO ₄			
Fe(OH) ₃ · x H ₂ O			

Tab. 2.1 Filtrationszeiten (Min.) verschiedener Niederschläge mit verschiedenen Filtermaterialien.